

序 言

电子衍衬技术是近代电子显微术中应用最广的技术之一,利用它可以观察和研究材料内部的微观结构,如晶体缺陷、相变过程及其产物、界面结构及其运动形式,以及材料在破坏过程中的微观结构变化等。而这些微观结构因素和材料的力学性能、物理性能等有着十分密切的关系,因此衍衬技术一直受到材料科学工作者的重视,广泛应用于包括材料科学在内的固体科学的许多领域,已经成为近代科学技术的一种非常有力的研究手段。正是由于电镜工作者和材料科学工作者的共同努力,许多年来在微观结构方面特别是晶体缺陷的研究,取得了许多重要结果,从而极大地推动了材料科学的深入发展,使得我国材料科学研究在国际上占有一席之地。

由于衍衬图像的衬度是由电子与试样中原子交互作用的结果,因此,对这种图像的解释,需要借助于衍衬成像理论。目前,国内外介绍电子衍衬理论的专著已经不少,而从实用角度出发,结合衍衬图像的分析,深入浅出地阐述衍衬原理、分析技术与方法的书籍则不多见。本书作者黄孝瑛教授等即将出版的这本《电子衍衬分析原理与图谱》填补了这方面的空白,在国际上尚属少见。此书写作,保留了作者曾先后出版过的几部专著的优良写作风格和理论联系实际的特点。上篇为文字论述,下篇为衍衬图谱。在上篇中既系统而扼要地介绍了衍衬成像理论,又以主要篇幅针对下篇图谱分析中涉及的问题精心安排了有关内容,如材料中的位错与层错的衍衬分析原理与方法;材料中界面(晶界与相界)的研究与分析方法;材料中的第二相及其衍衬分析等,都做了全面的介绍。作为典型示例,下篇提供了相当丰富的来自作者多年工作中积累的衍衬图谱,它们大多已先后发表在国内外学术期刊或学术会议上,每幅照片均有简要的分析和说明,以和上篇所介绍的内容相呼应。本书不但对利用电镜技术从事研究的材料科学工作者有重要的参考价值,对从事电镜工作的专职科技人员,也会有很大帮助。

黄孝瑛教授在电子显微学理论方面有很深的造诣,并有丰富的实践经验,他多年担任北京市电子显微镜学会主席,长期从事电子显微学及其在材料科学中应用的研究,并先后多次以本书内容在清华大学、中国科技大学和西安交通大学等校进行系统讲授,反映良好。其他两位作者也都多年在大学担任电子显微学课程教学,有着丰富经验。这本书的出版,必将对我国电子显微学事业和材料科学的发展,起到推动作用。

师昌绪

1998.5.1

前言

自 1932 年第一台电子显微镜问世以来,电子显微学及其技术在包括材料科学、生命科学在内的科学技术中,得到了广泛应用,推动着科学技术的发展。反过来,应用研究也促进了电子显微学和技术的不完善。作为一门新型实验科学,它的发展深深植根于应用研究实践的肥沃土壤之中。

几十年来,电子显微学沿着相互关联的三个方向发展着。一是本书涉及的衍衬成像理论和技术,二是高分辨电子显微学,三是分析电子显微学。

1925 年德布罗依提出微观粒子波粒二象性学说,两年后就在电子衍射实验中得到证实,为设计新型的电子光学显微分析仪器奠定了理论基础;5 年后鲁斯卡(E. Ruska)便设计并制成了第一台电子显微镜。直到 20 世纪 50 年代初的最初 20 年里,由于仪器本身尚不理想和制备可供电镜直接观察薄试样的技术迟迟没有突破,电镜的分析潜力没有充分发挥。20 世纪 50 年代初开始对厚度几百纳米的薄晶体的结构和缺陷直接进行观察,并获得第一批宝贵的位错照片,从此开创了电子衍衬技术应用于材料科学研究的新时期。它和高分辨电子显微学、分析电子显微学一起,为人类揭示客观物质世界的奥秘作出了重要贡献。

电子衍衬图像的衬度是由电子和试样中物质原子的交互作用形成的。因此对图像所提供的材料结构信息的解释,需要借助衍衬成像理论。衍衬实验的设计、实验结果的分析,同样必须依据成像原理。

目前国内外论述成像基本原理的专著已经不少,但系统介绍衍衬技术的方法的书籍,尚不多见。或虽有介绍,却语焉不详,尤其缺乏来自实际工作中的典型分析范例,到具体分析时,仍往往不得要领,无从下手。

为了弥补上述不足,满足衍衬工作者和应用电镜技术的材料科学工作者的需要,本书作者根据多年来从事衍衬应用研究和教学中遇到的问题,有针对性地写成此书。分上下两篇,上篇系统介绍衍衬原理、实验技术及图像分析方法。下篇为图谱,它们是从作者多年工作中积累的衍衬照片中精选出来的,研究对象均为国内已经应用或正在研制的工程材料。照片下附有简要分析说明,分析方法和上篇介绍的内容有很好的对应性。

本书的写作得到钱临照、师昌绪、葛庭隧、梁敬魁和李方华等五位院士的热心关怀与鼓励,谨向他们表示衷心的感谢。梁伟教授提供了他最新研究成果的衍衬照片,对他的帮助和山东科学技术出版社“泰山科技专著出版基金”为本书提供的宝贵支持,在此一并致谢。

目 录

上篇 原理与方法

第一章 绪论	(3)
1.1 引言	(3)
1.2 电子显微镜图像的衬度	(3)
1.2.1 质厚衬度	(4)
1.2.2 衍射衬度	(4)
1.2.3 相位衬度	(5)
1.3 电子显微学在材料科学中的应用	(5)
1.3.1 晶体缺陷研究	(6)
1.3.2 界面结构研究	(6)
1.3.3 相变过程研究	(6)
第二章 电子衍射成像理论	(8)
2.1 电子衍射成像理论发展概述	(8)
2.2 衍射成像的运动学理论	(9)
2.2.1 运动学理论的基本假设和适用界限	(9)
2.2.2 完整晶体的运动学理论	(12)
2.2.3 不完整晶体的运动学理论	(17)
2.3 衍射成像的动力学理论	(19)
2.3.1 引言	(19)
2.3.2 完整晶体的动力学理论	(20)
2.3.3 不完整晶体的动力学理论	(25)
第三章 衍射成像实验分析技术总论	(27)
3.1 衍射实验条件	(27)
3.2 衍射分析所需参数及测定方法	(28)
3.2.1 操作反射 g	(29)
3.2.2 试样取向相对于布拉格位置的偏离矢量 s	(29)
3.2.3 消光距离 ξ_g	(30)
3.2.4 精确测定试样的晶体学取向	(36)

3.2.5 试样厚度测定	(37)
第四章 晶体中的位错与层错	(40)
4.1 引言	(40)
4.2 位错基本概念	(40)
4.2.1 位错概念的提出和位错形成几何学	(40)
4.2.2 柏氏矢量 b 的基本性质	(43)
4.3 典型金属中的位错	(45)
4.3.1 面心立方金属中的位错—汤普森 (Thompson) 作图法	(45)
4.3.2 密排六方金属中的位错—玻赞 (Berghzan) 作图法	(47)
4.3.3 全位错分解、层错、扩展位错	(47)
4.4 金属形变、强化和断裂的位错理论	(59)
4.4.1 金属的范性形变与位错	(59)
4.4.2 金属与合金强化的位错机制	(63)
4.4.3 金属断裂的位错理论	(69)
第五章 位错和层错的电子衍射分析	(79)
5.1 位错柏氏矢量 (Burgers Vector) b 测定	(79)
5.1.1 判据的建立	(79)
5.1.2 b 测定的实际操作	(81)
5.2 位错衬度分析	(90)
5.2.1 位错双像	(90)
5.2.2 位错偶和超点阵位错	(91)
5.2.3 不全位错衬度消失判据	(91)
5.2.4 位错环分析	(92)
5.2.5 几种典型位错组态分析示例	(94)
5.2.6 动力学效应对像衬的影响	(100)
5.3 位错密度测定	(101)
5.3.1 概述	(101)
5.3.2 电镜方法测量位错密度的原理和方法	(102)
5.4 扩展位错分析	(103)
5.4.1 概述	(103)
5.4.2 扩展位错分析	(104)
5.5 层错能测定	(107)
5.6 弱束成像原理与实验技术	(108)
5.6.1 弱束成像的原理	(109)
5.6.2 弱束成像的实验操作	(110)

第六章 界面的电子显微学研究	(113)
6.1 引言	(113)
6.2 晶界结构的现代理论	(113)
6.2.1 晶界位错模型	(114)
6.2.2 重位点阵(CSL)模型	(117)
6.2.3 O—点阵模型	(118)
6.2.4 DSC点阵模型	(120)
6.2.5 多面体堆垛模型	(121)
6.2.6 结构单元模型	(121)
6.3 研究晶界的电子显微镜方法	(122)
6.3.1 电子衍衬方法	(122)
6.3.2 高分辨电子显微术	(124)
6.3.3 电子衍射方法	(138)
6.3.4 背散射电子衍射—取向成像电子显微术(EBSP)	(143)
第七章 材料中的第二相及其电子显微分析方法	(145)
7.1 引言	(145)
7.2 电镜工作研究第二相的哪些问题	(145)
7.3 由第二相引起的衬度类型	(146)
7.3.1 基体应变衬度	(147)
7.3.2 第二相衬度	(149)
7.3.3 两相界面衬度	(150)
7.4 第二相的电子衍射谱特征	(154)
7.4.1 衍射物质的形状效应	(154)
7.4.2 第二相和某些结构特征引起的衍射效应	(155)
7.5 两相取向关系测定	(156)
7.5.1 概述	(156)
7.5.2 电子衍射测定两相取向关系的一般步骤	(158)
7.5.3 取向关系衍射数据分析	(159)
7.6 迹线分析方法	(163)
7.6.1 线状结构特征的取向分析	(163)
7.6.2 平面结构特征的晶体学分析	(166)

下篇 衍 衬 图 谱

照片 1	孪晶的电子显微图像	(171)
照片 2	SiO_2 单晶中的位错组态	(172)
照片 3	6.5% Al-Ni 基合金中的位错塞积列	(173)
照片 4	不锈钢中界面位错和位错平面滑移形成的塞积列	(173)
照片 5	不锈钢中晶界滑移台阶	(174)
照片 6	Ni 基高温合金中的晶界滑移	(174)
照片 7	不锈钢中沉淀相周围的位错缠结	(175)
照片 8	30CrMnSiA 高强度结构钢中的沉淀相 Cr_{23}C_6 与位错	(176)
照片 9	Ni 基(6.7% Al)超合金中的扩展位错	(177)
照片 10	有色合金中的位错组态	(178)
照片 11	Cr18Ni5Si1.5Mo2.7-Fe 双相不锈钢中的层错结构	(179)
照片 12	Ni 基超合金中的位错组态	(180)
照片 13	WC-12%Co 合金中裂纹扩展过程	(181)
照片 14	超塑性变形 Al-40wt%Zn 合金中的小角晶界	(181)
照片 15	高温合金中的超点阵位错和位错双像衬度	(182)
照片 16	18-8Cr-Ni 不锈钢中三组不同 $\{111\}$ 面上位错列反应	(183)
照片 17	Ni 基高温合金中疲劳裂纹扩展过程的迹线分析	(184)
照片 18	18-8Cr-Ni 不锈钢, 1100°C, 1.5h 水淬, 两组平行滑移面上的 位错列	(185)
照片 19	一组 Ni 基高温合金经固溶处理和形变后的位错组态	(186)
照片 20	6.5% Al-Ni 基合金中的位错组态	(187)
照片 21	45 号钢 NiCrBSi 喷焊涂层的微观结构	(188)
照片 22	Ni 基高温合金中驻留滑移带(PSB)	(189)
照片 23	NiAl(7)合金中层错分析	(190)
照片 24	NiAl(7)合金中的位错结构	(191)
照片 25	奥氏体钢中晶界处 $(1/2)[0\ 1\ \bar{1}]$ 位错塞积列	(191)
照片 26	NiAl(7)合金中晶界处塞积的两列位错	(192)
照片 27	NiAl(7)合金固溶、形变和 850°C 3h 时效的析出相	(193)
照片 28	$\text{Ti}_3\text{Al}-\text{Nb}$ 合金 α_2 相内的位错网	(194)
照片 29	等倾条纹(弯曲消光条纹)衍衬像	(195)
照片 30	Nimonic 超合金中的 $\gamma'/$ 基体共格应变衬度	(195)
照片 31	18-8Cr-Ni 不锈钢中的孪晶微结构	(196)
照片 32	超高强度钢 30CrMnSiA 中的蠕变位错结构	(196)
照片 33	不锈钢中孪晶界及孪晶内的位错组态	(197)
照片 34	垂直位错露头 End-on 衍衬像	(198)

照片 35	双相不锈钢中 γ 岛的位错组态	(199)
照片 36	Nimonic 耐热合金大 γ' 颗粒中的位错与位错分解	(199)
照片 37	Ni 基高温合金中的典型扩展位错	(200)
照片 38	普通结构钢中的孪晶马氏体	(201)
照片 39	18Ni 马氏体时效钢的微观结构	(202)
照片 40	含 Si 18-8 不锈钢焊丝自动焊后焊缝的显微结构	(203)
照片 41	0.2C-0.05Nb 钢中的界面位错	(204)
照片 42	W 中的晶界位错	(204)
照片 43	P74 轨钢 $\text{Fe}_3\text{C}/\alpha$ 的界面结构	(205)
照片 44	[101]多束图	(206)
照片 45	奥氏体不锈钢中的共格应变含铜沉淀相	(206)
照片 46	合金中反相畴界(APB)的衬度特征	(207)
照片 47	不锈钢晶界结构周期性及其衍射	(208)
照片 48	[111]取向的 Pd/Au 薄膜重叠形成的波纹图	(209)
照片 49	黄铜中共格孪晶界处的位错网络	(209)
照片 50	GH698Ni 基高温合金中的 γ' 及其 γ'/γ 界面处的应变场位错	(210)
照片 51	Cu-Ni-Fe 合金的 Spinodal 分解产物	(211)
照片 52	Ni 基高温合金经高温蠕变后呈现的位错组态	(212)
照片 53	7.0%Al-Ni 合金中扭转晶界和大角晶界	(212)
照片 54	不锈钢中共格孪晶界处的不全位错	(213)
照片 55	GH36 合金中 $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma$ 的界面结构	(213)
照片 56	不锈钢中非共格孪晶界沿共格孪晶界发射位错的动态观察	(214)
照片 57	钢中碳化物对位错的钉扎	(214)
照片 58	不锈钢中的位错组态	(215)
照片 59	不锈钢中典型的曲折状晶界	(215)
照片 60	双相钢中的平面滑动位错	(216)
照片 61	Nimonic 高温合金 γ 基体中的扩展位错	(217)
照片 62	γ' 在高温合金晶界均匀析出	(217)
照片 63	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢的弯曲晶界	(218)
照片 64	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢中弯曲双相界面 γ 一侧的位错组态	(219)
照片 65	1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢中的亚稳相 γ'	(220)
照片 66	α/γ 双相不锈钢中的显微结构(1)	(221)
照片 67	α/γ 双相不锈钢中的显微结构(2)	(222)
照片 68	碳素结构钢中典型显微结构	(223)
照片 69	不锈钢中碳化物钉扎位错	(224)
照片 70	91Ti 不锈钢中的孪晶界特征	(225)
照片 71	91Ti 不锈钢中的典型晶界台阶	(226)
照片 72	晶界的位错结构	(227)

照片 73	NiAl(7)合金中的位错组态	(227)
照片 74	航空用 Cr12Co6Mo1Fe 马氏体不锈钢的位错组态	(228)
照片 75	Ni 基耐热合金的形变结构	(229)
照片 76	高温合金(6.5%Al-Ni)的位错组态	(230)
照片 77	超高强度钢(60SiMnCrMoV)中的孪晶马氏体	(231)
照片 78	18/8CrNi 不锈钢弯曲膜[101]多束图	(232)
照片 79	YG-12(WC-12%Co)中 Co 相的显微结构	(233)
照片 80	高强度结构钢中的位错网络	(234)
照片 81	Al ₂ O ₃ /SiC 纳米复合陶瓷中的小角晶界	(235)
照片 82	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中纳米 SiC 对位错的钉扎	(235)
照片 83	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中纳米 SiC 对基体 Al ₂ O ₃ 的强化作用	(235)
照片 84	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的扭转晶界	(236)
照片 85	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的位错网络	(236)
照片 86	Al ₂ O ₃ 陶瓷中不完全的位错反应	(237)
照片 87	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体接近垂直于膜面的亚晶界	(237)
照片 88	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体中的位错偶极子	(237)
照片 89	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体的显微结构	(238)
照片 90	Al ₂ O ₃ 陶瓷中不完全的位错反应	(238)
照片 91	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中的位错露头	(238)
照片 92	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中 Al ₂ O ₃ 基体中另一类典型位错网的形成	(239)
照片 93	Al ₂ O ₃ /SiC 界面应变诱发位错	(239)
照片 94	Al ₂ O ₃ /SiC 陶瓷中典型的 SiC-位错锁群	(239)
照片 95	Si(上部)在蓝宝石膜上外延生长的界面 HREM 结构相	(240)
照片 96	在蓝宝石(Sapphire)基体中,柏式矢量为 $\frac{1}{3}\langle 1\ 1\ \bar{2}\ 0 \rangle$ 纯刃型位错的 [0001]高分辨电子显微像	(241)
照片 97	TiC 沉淀在 Si ₃ N ₄ 中的高分辨结构像	(241)
照片 98	多晶金刚石膜的高分辨电子显微像	(242)
照片 99	Si ₃ N ₄ 和 SiC 晶界的高分辨 TEM 像	(242)
附录 I	常用晶体学公式	(243)
附录 II	电子波长及质量修正因子 m/m_0 等参数	(253)
附录 III	原子对电子的散射振幅	(254)
附录 IV	立方晶系电子衍射花样特征平行四边形参数表	(258)
附录 V	高阶、零阶劳厄区电子衍射谱重叠图形	(266)
参考文献		(272)

上 篇

原 理 与 方 法

第一章 绪 论

1.1 引言

1932年德国实验物理学家鲁斯卡(E. Ruska)研制成第一台电子显微镜。电镜出现以前,人类观察客观世界的主要工具除了自己的眼睛以外,就是17世纪出现的光学显微镜,它的最佳分辨本领是200nm。鲁斯卡制成的第一台加速电压为50kV的电镜,分辨本领达到50nm。此后大约经过近20年,电镜开始成为商品,进入物理学家、材料科学家和生物学家的实验室。此时电镜分辨本领已达到1nm左右。又经过40年,现代高性能电镜分辨本领已经达到0.1nm左右。至此,人类长期以来希望直接观察固体材料中原子尺度的晶体结构的梦想已经实现了。

在电镜制造技术不断完善、性能不断提高的同时,解释电镜图像的成像理论,电子衍射运动学和动力学理论,经过一大批科学家的努力逐步发展和完善。今天,这一理论已自成体系,完全成熟。成像理论的建立,极大地推动了电镜实验技术和分析技术的发展,并使之在广泛的科学领域和工程技术中得到应用。从物理学到化学,从材料科学到矿物地质学,从生命科学到环境科学,电镜技术都作出了重大贡献。这使得诺贝尔委员会的专家们,在回顾几十年来电镜技术对多学科领域的重大贡献时,于1986年想起了54年前当时还不到30岁、发明第一台电镜的鲁斯卡的历史功勋,授予此时已年逾古稀的这位实验物理学家以崇高的诺贝尔物理奖。

今天,在电镜上拍摄关于晶体微观结构的照片,不论是分辨率为1~2nm的普通衍衬像,或分辨率高达0.1~0.3nm的点阵像,都没有什么困难。但要完满地解释好一张照片,充分揭示它所提供的各种结构信息,则不是一件容易的事。原因是这种图像的获得,是电子和试样物质原子交互作用的结果,即电子衍射过程是成像的理论基础。衍射衬度(衍衬)的概念即源于此。

解释衍衬图像需要了解掌握衍衬成像理论;运用现有衍衬实验技术,发展新的实验技术,同样要以成像理论作指导。本书上篇侧重介绍衍衬实验技术及其分析方法,下篇为图谱,向读者提供丰富的分析实例,它们主要来自本书作者几十年来应用电镜技术研究材料微观结构的工作积累,每幅照片附有扼要的分析与说明,颇具参考价值。通过这些实际工作中的实例,参考上篇对衍衬实验技术和分析方法的介绍,希望能对提高衍衬工作者的实验技术和分析能力有所帮助。

1.2 电子显微镜图像的衬度^[4]

电子显微镜图像主要有3种衬度:质厚衬度、衍射衬度和相位衬度。

1.2.1 质厚衬度

质厚衬度是由于试样各处组成物质的原子种类不同和厚度不同造成的衬度。复型试样的非晶态物质膜和合金中第二相的一部分衬度,即属于这一类衬度。

在元素周期表上处于不同位置(原子序数不同)的元素,对电子的散射能力不同。重元素比轻元素散射能力强,成像时被散射出光栏以外的电子也愈多;试样愈厚,对电子的吸收愈多,相应部位参加成像的电子就愈少。

通常用散射几率(dN/N)的概念来描述电子束通过一定直径的物镜光栏被散射到光栏外的强弱。显然散射几率越大,图像上接受到的强度越弱,相应处的衬度便较暗。反之,图像有较亮的衬度。散射几率可表示为:

$$\frac{dN}{N} = - \frac{\rho N_A}{A} \left(\frac{Z^2 e^2 \pi}{V^2 \alpha^2} \right) \times \left(1 + \frac{1}{Z} \right) dt$$

式中, α —散射角, ρ —物质密度, e —电子电荷, A —原子量, N_A —阿弗加德罗常数, Z —元素原子序数, V —电子枪加速电压, t —试样厚度。

由上式可知,试样愈薄,原子序数愈小,加速电压愈高,被散射到物镜光栏以外的几率愈小,通过光栏参加成像的电子束强度愈大,该处就获得较亮的衬度。

为了综合考虑物质种类和厚度的影响,引入“质量厚度”的概念。它定义为:试样下表面单位面积以上柱体中的质量,单位为 g/cm^2 。这就是说,试样下表面处两个底面积相同且高度亦相同的柱体,若其中之一含有重原子(Z 大)物质,则它较另一不含重原子物质的柱体,使电子散射到光栏以外的要多,前者对应的下表面处的图像有较暗的衬度,后者有较亮的衬度。准确地说,质量厚度数值较大的下表面处,对应着较暗的衬度,质量厚度数值小的下表面处,对应着较亮的衬度。

1.2.2 衍射衬度

晶体试样在进行电镜观察时,由于各处晶体取向不同和(或)晶体结构不同,满足布拉格条件的程度不同,使得对应试样下表面处有不同的衍射效果,从而在下表面形成一个随位置而异的衍射振幅分布,这样形成的衬度,称为衍射衬度。这种衬度对晶体结构和取向十分敏感,当试样中某处含有晶体缺陷时,意味着该处相对于周围完整晶体发生了微小的取向变化,导致了缺陷处和周围完整晶体具有不同的衍射条件,将缺陷显示出来。可见,这种衬度对缺陷也是敏感的。基于这一点,衍衬技术被广泛应用于研究晶体缺陷。

衍衬成像,操作上是利用单一透射束通过物镜光栏成明场像,或利用单一衍射束通过物镜光栏成暗场像。近似考虑,忽略双束成像条件下电子在试样中的吸收,明暗场像衬度是互补的。明场像和暗场像均为振幅衬度,即它们反映的是试样下表面处透射束或衍射束的振幅大小分布,而振幅的平方可以作为强度的量度,由此便获得了一幅通过振幅变化而形成衬度变化的图像。

衍衬像大体可分为两类:当完整晶体存在一定程度不均匀性,例如厚度或取向的微小变化,这时衍衬像上呈现一组明暗相间的条带,称为等厚或等倾消光轮廓;若无厚度或取

向变化,则为均匀的衬度。另一类是含缺陷晶体的衍衬像,其像衬随缺陷的类型和性质不同而异。将在以后各章中详细讨论。

最早的衍衬工作可以追溯到 1949 年海德里希(Heidenreich R D)用金属薄膜对金属内部微观结构的电镜观察。他首次用这种方法看到了金属的亚结构。1956 年,博尔曼(Bollmann W)和赫尔什(Hirsch P B)分别用衍衬技术观察到金属中两类常见的缺陷,位错和层错,以及位错沿滑移面的运动,这是透射电镜用衍衬方法研究金属缺陷的开端。为了解释最早这些鼓舞人心的衍衬照片,推动了赫尔什及其合作者对衍衬成像理论的系统性和卓有成效的研究,他们建立的理论成功地解释了衍衬像上反映的结构信息。他们的工作奠定了 20 世纪 60~70 年代以后直至今日涉及固体物理和材料科学等广泛领域的、以研究固体微观结构为中心的衍衬工作的基础。电镜分辨本领高,射入试样中的高速电子和试样中物质原子发生交互作用,穿过试样后,便携带了晶体结构的信息。因此这种方法特别适合于对范性形变后的金属与合金的微观结构变化进行直接观察。今天,透射电镜衍衬成像技术已经成为研究固态相变和晶体缺陷的最主要的方法,它使得人们对微观结构与材料力学性能关系的认识,比过去任何时候都更加深刻。另一方面,由于衍衬技术对位错研究的深入,澄清了经典位错理论中某些不完善之处,发展和丰富了位错理论。这个技术的缺点是制备试样时,考虑到电子束穿透能力的限制,必须做得很薄,这使得实验结果的代表性存在着相当大的局限性。由于超高压电镜的发展,允许用较厚的试样,在一定程度上弥补了这个缺陷。

1.2.3 相位衬度

当透射束和至少一束衍射束同时通过物镜光栏参与成像时,由于透射束与衍射束的相互干涉,形成一种反映晶体点阵周期性的条纹像和结构像。这种像衬的形成是透射束和衍射束相位相干的结果,故称相位衬度。

综上所述,三种衬度的不同形成机制,反映了电子束与试样物质原子交互作用后离开下表面的电子波,通过物镜以后,经人为地选择不同操作方式所经历的不同成像过程。在研究工作中,它们相辅相成,互为补充,在不同层次上,为人们提供不同尺寸的结构信息,而不是互相排斥。一个优秀的电镜工作者和材料工作者总是善于利用不同技术的特点和功能,为我所用,最终达到研究工作所预期的目的。

1.3 电子显微学在材料科学中的应用

作为电镜主要性能指标的分辨率已由当初的 50nm 左右提高到今天的 0.1~0.2nm 的水平,它的应用几乎已扩展到包括材料科学、地质矿物和其它固体科学以及生命科学在内的所有科学领域,已经成为人类探索客观物质世界微观结构奥秘的强有力的手段。现代自然科学领域的所有重大成就,几乎都包含着电子显微技术的贡献。

电子显微学是在四个方面互相促进和推动下逐步发展和完善的。一是电镜电子光学系统和结构设计的不断改进,以及广泛应用计算机技术,使电镜的性能得以不断提高;二是成像理论、电子衍射动力学理论的不断完善和成熟;三是相继发展了一些新的独特的分析测试技术;四是电镜技术广泛应用于多个科学领域的研究。它和其它技术一样,是在应用实践的推动下发展和完善的。

1.3.1 晶体缺陷研究

电镜对晶体缺陷的研究大多结合材料的形变、断裂、相变等问题进行。这些研究加深了人们对晶体缺陷的了解,发现了许多过去不为人知、也未见诸经典文献的新的复杂的缺陷类型和位错反应,丰富了已有的缺陷理论。例如高分辨电子显微研究中,发现高温合金中一些新相都是由早期某种畴结构转变而来,而后者被视为一种面缺陷形式。又如利用衍衬技术和 CBEM(会聚束电子衍射)相结合,揭示了层状结构石墨的层错结构中某些过去并不清楚的特点,它存在两种层错类型,在一定条件下它们可以互相转化,由此解释了石墨衍衬像上位错网络的特征。又如,经典的位错理论认为,扩展位错必须先收缩成束集才能实现交滑移,新的电镜观察却指出在特定的交滑移界面条件下,可以不经过束集实现交滑移。新的位错增殖方式和新的位错反应也时有报道,这些结果均给人以启示,引发人们进一步研究的兴趣。

1.3.2 界面结构研究

自电镜技术引进界面研究以后,使界面结构的研究向纵深跨进了一大步。界面的电镜研究,取得了如下进展:

1. 肯定了实际材料中界面结构存在周期性的预测,并且已实际观察到这种周期性,获得了来自界面周期结构的衍射证据。长期以来的界面模型研究已转移到实际界面结构及其运动行为的研究,并和材料的物理、力学性能结合起来。

2. 界面结构原子尺度的研究,已获得了许多有价值的结果。例如界面两侧的点阵匹配、晶体取向与界面位错、界面结构与元素偏聚、界面的初次位错与二次位错及其运动规律、晶界位错与晶内位错的交互作用以及界面形成过程的原子弛豫等。

3. 形变过程中晶界的滑动和迁移及其微观机制,形变过程中界面的行为,多晶材料中 Σ 值的统计分布与宏观力学性能的关系等,近年来也进行了卓有成效的工作,并取得了重要进展。材料设计中的界面工程问题,已开始为材料工作者所关注。

1.3.3 相变过程研究

电子衍衬方法是研究相变的有力手段。它涉及以下方面的问题:

1. 晶体缺陷在相变过程中的作用,新相形核与晶体缺陷的关系,相变产物与母相的晶体学关系(惯习面研究)等。在这方面也已进行了大量工作,结果十分丰富。

2. 极大地推动了相变机制的研究,突出反映在贝氏体相变和马氏体相变机制的研究上,这两个问题重新引起了材料科学工作者的兴趣,推动了问题讨论的深入。贝氏体相变长期存在扩散控制长大和切变长大两个学派之争,争论的双方都在寻求电镜技术实验结果的支持。我国的学者也转入了这一争论之中,并用自己的工作明确表示了自己的观点。目前这一争论尚在进行中。马氏体相变是一个古老的问题,问题似乎早已得到解决,但电镜微区成分和结构分析的新的研究结果,在久已沉寂的这一物理冶金研究领域,掀起了一股学术讨论的波澜。对这个问题作出贡献的除了微区成分和结构分析的分析电子显微术外,弱束技术也发挥了重要作用。

3. 在相变研究中,相结构的研究占有很大的比重。由于电镜方法在研究形态、分布的同时,还可以研究相变产物的成分和结构,给出衍射信息,它和传统的 X 射线方法互为补

充,取得了大量有价值的资料,显示了电镜技术的重大作用。

综上所述,电镜技术在近代材料科学中的地位是在长期的科研实践中形成的,也是由它自身的独特优越性决定的。

第二章 电子衍衬成像理论

2.1 电子衍衬成像理论发展概述

20 世纪 30 年代,透射电镜实际上是作为一种高放大倍率的显微镜而产生的,尽管如此,它的出现在当时的科学领域仍产生了巨大反响。直到 20 世纪 50 年代初,透射电镜的作用仍只限于对试样进行间接(复型)和半间接(萃取)的表面分析。1956 年赫尔什和博尔曼开始用透射电镜直接观察薄晶体试样,并第一次直接观察到了 20 世纪 30 年代初固体物理学家曾经推测的、在材料中可能存在的位错(dislocation),并将晶体缺陷电子显微像的直接观察与选区电子衍射相配合,将微观缺陷的形貌观察与晶体结构分析结合起来,并在晶体缺陷、界面、相变、形变和断裂等方面获得了大量有价值的信息,使材料科学许多领域的研究取得了突破性进展。此后,随着高性能电镜及关键附件(如:拉伸台、冷却台、加热台等)的不断更新和完善,电子显微术一直在蓬勃发展,人类从此可以通过电镜直接在原子尺度上研究材料的结构,人类认识客观物质世界的能力得到空前的提高。

现代材料的许多重要性能都是结构敏感的,只有了解晶体结构中微观缺陷的特征、组态及其与性能的关系后,才能为提高材料性能开发新材料找到有效的途径,因此电镜上直接“看到”这些微观缺陷,是材料科学工作者长期以来渴求的目标,也是人类认识客观物质世界的划时代的突破。今天,“衍衬技术”已经成为材料物理工作者直接观察晶体缺陷发展新材料的有力工具。不仅如此,几十年来这一技术不断扩展应用领域,除材料科学以外,几乎覆盖了地质矿物、生物医学、化学化工等广泛领域。

一般讲,“像”,应该和真实的物相像,用可见光照明、玻璃透镜成像时可以认为像面与物面的图像完全相似。电子显微镜中成像过程,不像光学透镜那样经过简单的光的折射和反射直接成像,电子显微图像是电子与物质相互作用后所携带结构信息的纪录。入射到试样中的电子束,受物质原子的散射,在离开下表面时,除了沿入射方向的透射束外,还有受晶体结构调制的各级衍射束。它们的振幅和相位都发生了变化。此后依选取成像信息的不同,使获得的电子图像的衬度出现了不同的形成机制:一是单束(透射束或某一衍射束)成像,得到衍射衬度(简称“衍衬”)。二是多束(含透射束和若干衍射束)相干成像,得到相位衬度。还有一种“质厚衬度”,通常也列入振幅衬度的范围。在衍衬成像中,当样品中无缺陷时,得到的衍射强度是均匀照度。若晶体中某处有缺陷存在,破坏了晶体的正常周期性,就会使和该处相对应的下表面的透射和衍射束振幅,相对于其周围的完整晶体发生变化,从而提供一种附加衬度,这就使电子显微镜“看到了缺陷”。总之,不论哪一种成像机制,都使得电子显微图像包含了许多丰富的晶体内部结构的信息,在许多情况下不能像对待光学显微镜照片那样,简单直观地去解释电子显微图像。由此可见,只有对以衍

衬理论为基础的成像理论有透彻而深刻的了解,才能制定合理的电镜实验方案并对所得结果予以正确解释。

由赫尔什、荷威(Howie A)和惠兰(Whelan M J)等于20世纪50年代中期建立起来的薄晶体衍射成像理论,为运用电子显微术研究晶体结构和缺陷开创了新时代。他们运用电子衍射动力学理论成功地解释了固体薄晶体中观察到的各种微观结构图像,不仅极大地推动了材料科学的发展,而且也丰富了早已形成的晶体缺陷理论。经过一代又一代电镜工作者的不懈努力,今天,它已成为材料物理研究中一种最普遍采用的技术,其应用在20世纪60年代达到高潮,并进一步发展到晶体缺陷衍射像的多束动力学理论模拟计算,用弱束暗场技术观察晶体缺陷的精细结构,用高压电镜(HVEM)进行原位观察,以及用反射电子显微术(REM)研究晶体的表面结构等。

2.2 衍射成像的运动学理论^[1~4]

2.2.1 运动学理论的基本假设和适用界限

1. 基本假设

衍射成像理论(包括运动学理论和动力学理论)的目的是计算试样下表面各处的电子束振幅并进而求出强度分布。为了处理方便,作为一种简化理论,衍射成像运动学理论的基本假设是:不考虑试样中透射束和衍射束之间、衍射束和衍射束之间的相互作用,即不考虑它们之间的能量交换。显然,这种假设对实际情况只是一种近似,因为原子对电子的散射能力比原子对X射线的散射能力要大四个数量级,各级衍射束之间能量交换是不可避免的。因此只有当衍射束强度相对入射束强度很小时,才能近似满足。在实验上我们可以用以下两种方法来尽可能地满足这个基本假设:

(1)采用双束成像,除透射束外,只有一个强衍射束,且让它偏离精确的布拉格条件。

(2)样品非常薄,这时因吸收而引起的能量损失和多重散射以及严格双束情况下的有限的透射和衍射束之间的交互作用均可忽略不计。

实践上,做到这两点都有困难。为了获得好的效果,总是调整试样的取向,尽可能得到近似双束条件。即使这样,困难仍然存在。因为此时,衍射束的强度几乎与透射束的强度是接近的、可比的,并非可忽略不计。因此透射束和成像反射之间的交互作用仍是不可避免的。尽管如此,运动学理论仍然能较准确地或定性地说明许多常见的主要衬度现象。薄试样微观结构研究的结果,某些情况下也难以完全代表大块材料的真实结构。至于由动力学交互作用而产生的衬度现象,就只能借助动力学理论,才能得到满意的解释。

2. 消光距离

入射电子进入晶体样品后,受晶体中原子的散射作用十分强烈。晶体中数量极大的、规则排列的原子作为散射中心所产生的衍射波强度也将是很大的。从这点出发,下面简单讨论双光束条件下的散射过程。设 (hkl) 处于精确的布拉格位置,入射波被激发为透射波和 (hkl) 衍射波,让我们分析这两个波之间的相互作用。当波矢量为 k_0 的入射波到达样品表面时,即开始受到晶体内原子的散射,产生波矢量为 k 的衍射波。但在表面附近,由于参与散射的原子或晶胞数量有限,衍射波强度很小(图2-1(a)中用带箭头的细线表示);随着电子波在晶体内沿深度方向上的传播,透射波(与入射波具有相同方向的波矢

量)但强度不断减弱(对应于由强变弱,图中沿 k_0 方向带箭头的线由粗变细)。若忽略非弹性散射所引起的吸收效应,则相应的能量(强度)转移到衍射波方向,使衍射波的强度不断增大,如图 2-1(a)所示(图中沿 k 方向带箭头的线由细逐渐变粗)。可以想像,当电子波在晶体内传播到一定深度(如 A 位置)时,由于有足够多的原子或晶胞参与了散射,将使透射波的振幅 Φ_0 下降为零,全部能量转移到衍射波方向,使其振幅 Φ_g (图 2-1(b)虚线)上升为最大。强度等于振幅及其共轭的乘积:

$$I_0 = \Phi_0 \cdot \Phi_0^*$$

$$I_g = \Phi_g \cdot \Phi_g^*$$

它们的变化规律如图 2-1(c)。

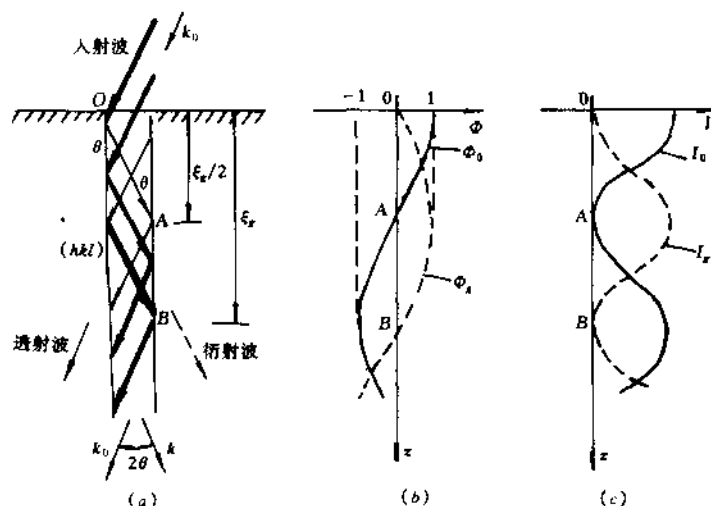


图 2-1 在 (hkl) 晶面处于精确布拉格位置时,电子波在晶体内沿深度方向的传播

(a) 电子波在深度方向传播过程中的变化,用带箭头线的粗细表示振幅绝对值或强度的大小:

最强 $\rightarrow$, 稍强 $\rightarrow$, 最弱 $\rightarrow$, (b) 沿晶体深度方向上振幅的变化, (c) 沿晶体深度方向上强度的变化

与此同时,必须注意到由于入射波与 (hkl) 晶面相交成精确的布拉格角 θ ,那么由入射波产生的衍射波也应与 (hkl) 晶面相交成同样角度,于是在晶体内逐步增强的衍射波也必将作为新的入射波,激发同一晶面的二次衍射,这样激发的二次衍射的方向与透射波的方向相同。随着电子波在深度方向上的进一步传播,OA 段(图 2-1(a))的能量转移过程将以相反的方式在 AB 段重复,即衍射波的能量逐步下降,透射波强度逐渐增大。这种强烈的动力学相互作用的必然结果是 I_0 和 I_g 在晶体的深度方向上发生周期性振荡。如图 2-1(c)所示,振荡在深度方向的周期定义为“消光距离”,以 ξ_g 表示。在这里“消光”指的是尽管满足衍射条件,但由于动力学相互作用的结果,在晶体内一定深度处衍射波(或透射波)的强度,将周期地取零值。

下面计算消光距离 ξ_g , 图 2-2 中虚线表示反射面 (hkl), 电子束相对于它成 θ 角射入, 并符合布拉格条件产生衍射, 即偏离参量 $s = 0$ 。AB 为薄晶体表面, CD 为衍射束的垂直面。首先考虑 AB 面原子的散射, 设单位面积中含有 n 个晶胞, 晶胞的散射振幅为 F_g , 设入射波振幅为 $\Phi_0 = 1$, 则 AB 面单位面积内原子在观察点 P 处的衍射波振幅为 nF_g , 将它折合到 CD 面上的散射则为 $\frac{nF_g}{\cos\theta}$ 。在符合布拉格条件下, CD 面各原子散射波的相位相同。若设最大振幅为 1, 则根据菲涅尔分带法^[5]可求出每层点阵面的散射振幅为

$$q = \frac{\lambda n F_g}{\cos\theta} \quad (2-1)$$

如果把每层点阵面散射振幅叠加起来, 就可求得电子束在晶体深度方向经过多少层原子散射后, 可以使衍射振幅达到最大, 这时正是 $1/2$ 消光距离。由于各层原子面的散射波之间位相并不一致, 因此不能用简单叠加, 而要用矢量合成。由于每层原子面散射振幅 q 值很小, 且相邻两层平行原子面的散射波存在一个固定的位相差, 因此这些矢量合成是由等长弦组成的一个圆 (图 2-3)。连结原点与圆周上任一点的弦矢量都对应于一定的振幅。圆的直径对应于最大振幅 1, 周长为 π 。设经过 m 层回到原点, 重复一个周期, 故有

$$mq = \pi \quad (2-2)$$

通常, 定义 $s = 0$ 条件下, 衍射束振幅变化的周期距离为消光距离 ξ_g 。设深度方向原子平面的间距为 d , 则有

$$md = \xi_g$$

将此式中的 m 代入 (2-2) 式得到

$$q = \frac{\pi d}{\xi_g}$$

将上式改写并代入 q 值 ((2-1) 式), 最后便得到消光距离的表达式为

$$\xi_g = \frac{\pi d}{q} = \frac{\pi V_c \cos\theta}{\lambda F_g} \quad (2-3)$$

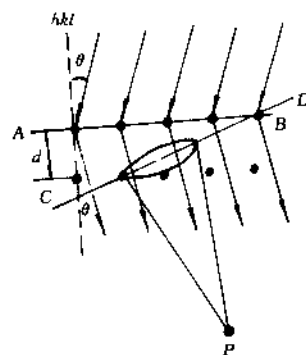


图 2-2 原子在衍射方向的散射

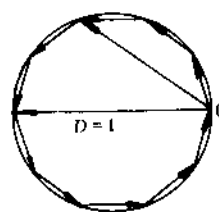


图 2-3 原子面散射振幅的合成

式中 $V_c = \frac{d}{n}$ 为单胞体积。

ξ_g 在衍射动力学理论中非常重要,它是衍射图像计算中经常用到的重要参数之一。计算它的数值时,必须使用“ F_g ”和“ λ ”的相对论修正值,因为 ξ_g 正比于电子质量 m_e ,而

$$\lambda = \frac{h}{m_e v}$$

故

$$\xi_g = \frac{\pi m_e v V_c \cos \theta}{h F_g} \quad (2-4)$$

注意上式中 V_c 为单胞体积, v 为电子运动速度。

只有当样品厚度 $t \ll \xi_g$ 时,运动学理论才适用,这当然十分苛刻,难于满足。由(2-4)式可看出,对于确定的入射电子波长,消光距离是样品晶体的一种物理属性,同时也是不同衍射波矢 g 的函数。同一晶体,不同晶面的衍射波被激发,也就有不同的 ξ_g 值。

3. 柱体近似模型

为进一步简化衍射图像衬度的计算,运动学理论采用柱体近似模型来计算透射和衍射振幅。由 $2d \sin \theta = \lambda$, $\sin \theta = \lambda / 2d$, 例如在 100kV 下,波长 $\lambda = 0.0037\text{nm}$, 为 10^{-2}nm 数量级,晶面间距 d 为 0.1nm 数量级。因此电子衍射时衍射角很小,一般只有 10^{-2}rad 的数量级。可见透射束和衍射束在离开试样下表面时,二者仅相差 $t \times \theta = 100 \times 2 \times 10^{-2} \approx 2\text{nm}$ 左右。在 200kV 加速电压下,电子束可穿透的试样厚度约为 200nm,在这样薄的晶体内,无论透射振幅或衍射振幅,都可看成是包括透射波矢和衍射波矢在内的截面甚小的晶柱内的原子或晶胞散射振幅的叠加。因此,可以将试样看作由许许多多这样的晶柱平行排列组成的散射体,并认为柱与柱之间不发生交互作用,这就是柱体近似模型,这个模型的建立是运动学基本假设很自然的结果。

2.2.2 完整晶体的运动学理论

完整晶体,在这里指不存在位错、层错、晶界、第二相等导致原子正常位置发生位移、引起畸变的晶体。参看图 2-4(a)所示的完整晶体,设反射平面近似垂直于表面,单位振幅的电子波 $\exp(2\pi i \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r})$ 入射到表面上 O 点,衍射束沿以 OP (用矢量 $\mathbf{r}$ 表示) 为轴线的柱体产生衍射,衍射波矢为 $\mathbf{k}$,入射波矢 $\mathbf{k}_0$,衍射波矢 $\mathbf{k}$ 和 $\mathbf{s}$ 的关系示于图 2-4(b),引入 $\mathbf{K} = \mathbf{g} + \mathbf{s}$,则沿柱体轴线方向 $\mathbf{r}_n$ 处一点 A 对下表面出射点 P 的贡献,按照费涅尔(Fresnel)半周期带的处理和(2-1)式可以写成:

$$d\Phi_g = \frac{in\lambda F_g}{\cos \theta} \exp(-2\pi i \mathbf{K} \cdot \mathbf{r}_n) \cdot \exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) \quad (2-5)$$

式中 $\mathbf{K} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0$,右边第二个指数项 $\exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})$ 为传播因子,它对不同的柱片 A 为常数,以下可以提出不计。而右边第一个指数因子

$$\begin{aligned} \exp(-2\pi i \mathbf{K} \cdot \mathbf{r}_n) &= \exp[-2\pi i (\mathbf{k} + \mathbf{s}) \cdot \mathbf{r}_n] \\ &= \exp(-2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}_n) \cdot \exp(-2\pi i \mathbf{s} \cdot \mathbf{r}_n) \end{aligned}$$

由于 $k \cdot r_n = \text{整数}$, 故 $\exp(-2\pi i k \cdot r_n) = 1$, 且 s 近似平行于 z , 故上式可写成

$$\exp(-2\pi i \mathbf{K} \cdot \mathbf{r}_n) = \exp(-2\pi i s z)$$

设平行于表面的平面间距为 d , 则 A 处厚度元 dz 内有 dz/d 层原子, 上式代入(2-5)式, 则有

$$\begin{aligned} d\Phi_g &= \frac{i\lambda F_g}{\cos\theta} \exp(-2\pi i s z) \frac{dz}{d} \cdot \frac{i\lambda F_g}{V_c \cos\theta} \exp(-2\pi i s z) dz \\ &= \frac{i\pi}{\xi_g} \exp(-2\pi i s z) dz \end{aligned} \quad (2-6)$$

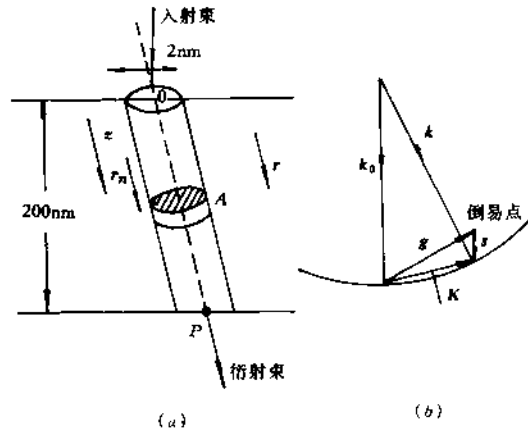


图 2-4 柱近似下透射波和衍射波在柱体中的传播

(a) 用柱近似求下表面一点 P 处衍射振幅时各参数的几何关系

(b) 衍射晶面偏离布拉格条件的情况, 这时 $\mathbf{K} = \mathbf{g} + \mathbf{s}$

这里 $\xi_g = \frac{\pi V_c \cos\theta}{\lambda F_g}$ 即为消光距离。晶柱下表面 P 点的衍射总振幅, 就是将柱体内所有厚度元的衍射振幅按相互之间的位相关系进行叠加, 于是得到:

$$\Phi_g = \sum_{\text{柱体}} \frac{i\pi}{\xi_g} \exp(-2\pi i s z) dz = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz \quad (2-7)$$

式中积分

$$\begin{aligned} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz &= -\frac{1}{2\pi i s} (e^{-2\pi i s t} - 1) = \frac{1}{\pi s} \cdot \frac{e^{\pi i s t} - e^{-\pi i s t}}{2i} \cdot e^{-\pi i s t} \\ &= \frac{1}{\pi s} \sin(\pi s t) e^{-\pi i s t} \end{aligned}$$

代入(2-7)式后可得:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \frac{\sin(\pi st)}{\pi s} e^{-\pi i st} \quad (2-8)$$

由此得到 P 点的衍射束强度为:

$$I_g = \Phi_g \cdot \Phi_g^* = \frac{\pi^2}{\xi_g^2} \frac{\sin^2(\pi st)}{(\pi s)^2} \quad (2-9)$$

这就是完整晶体衍射强度的运动学方程。 I_g 即暗场像的强度。(2-9)式中 $\frac{\sin^2(\pi st)}{(\pi s)^2}$ 称为干涉函数。该式表明了理想晶体的衍射强度 I_g 随样品的厚度 t 和偏离参量 s 而变化的规律。下面分两种情况对(2-9)式进行讨论。

1. 衍射强度随样品厚度的变化(等厚消光条纹)

当晶体保持在确定的方位,即衍射条件固定,参量 s 不变的情况下,式(2-9)可改写为

$$I_g = \frac{1}{(s\xi_g)^2} \sin^2(\pi st) \quad (2-10)$$

据此式可将衍射强度 I_g 随样品厚度 t 的变化表示为如图(2-5)的曲线。显然 $s = \text{常数}$ 时,随着样品厚度 t 的增加,衍射强度将发生周期性振荡,振荡的深度周期为:

$$t_g = \frac{1}{s} \quad (2-11)$$

即当 $t = \frac{n}{s}$ 时(n 为整数),衍射强度 $I_g = 0$ 。这就是说,当电子束进入晶体时,开始时透射束强度极大(=入射束强度),随着进入晶体深度的增加,透射束强度渐减,衍射束强度渐增并达到极大值,而透射束强度达到相应的极小值(图2-6)。由图

2-5和(2-10)式可知,当 $t = \frac{(n + \frac{1}{2})}{s}$ 时,衍射强度为极大,即

$$I_{g \max} = \frac{1}{(s\xi_g)^2} \quad (2-12)$$

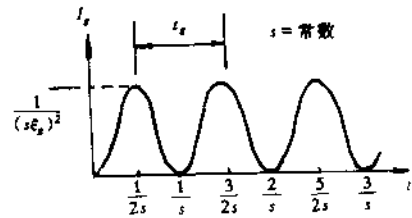


图 2-5 I_g 随 t 的变化

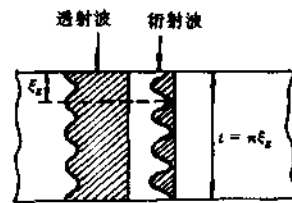


图 2-6 透射波和衍射波强度在晶体中周期性变化

透射束和衍射束在晶体内的相位差 $\pi/2$, 电子波这种在晶体内由强变弱, 再由弱变强

周期振荡的规律,正是前面讲到的消光距离所反映的物理实质。这说明在 s 不变情况下,

$$\xi_g = \frac{1}{s}$$

衍射束强度 I_g 随厚度 t 的周期性振荡,可定性地、满意地解释晶体样品楔形边缘处出现的厚度消光条纹。如图 2-7 所示,由于楔形边缘处(例如薄膜穿孔处附近)厚度是连续变化的,因而其下表面的衍射强度将随不同位置的晶体厚度 t 而周期改变,图像中出现大体上平行于薄膜边缘的亮暗相间的条纹,同一亮线或暗线所对应的样品位置具有相同的厚度,故又称为等厚消光条纹。

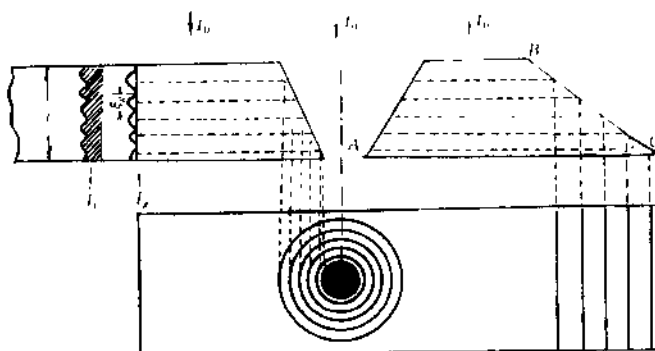


图 2-7 电子显微图像中厚度条纹形成示意图

根据衍衬成像理论,在双光束近似和忽略吸收条件下,明场像的强度,即透射波的强度等于 $(1 - I_g)$,与暗场像衬度互补,因此厚度条纹的明暗场像衬度反转。

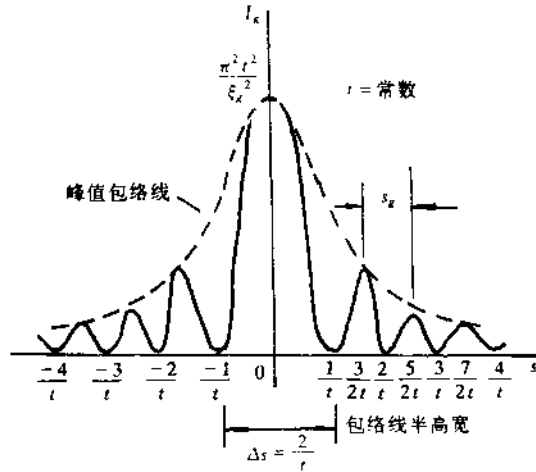
2. 衍射强度随晶体位向的变化(等倾消光条纹)

由 2-9 式可知,当晶柱长度 t 不变时,衍射强度将随偏离参量 s 的变化而变化,这种情况相当于膜厚度不变,但膜受到弯曲因而使局部晶面取向发生变化,即 s 参量发生渐变。这时(2-9)式可改写为:

$$I_g = \frac{\pi^2 t^2 \sin^2(\pi t s)}{\xi_g^2 (\pi t s)^2} \quad (2-13)$$

可见 $s=0$ 时,衍射强度有极大值;当 s 增大到 $1/t$ 时,出现第一个极小值, $2/t$ 处有第二个极小值等等。次极大值较 $s=0$ 的主极大值小很多,如图 2-8 所示。概括而言, $s = n/t$ (n 为不包括零在内的正整数)时衍射强度 $I_g=0$,发生消光;而当 $s = 0, \pm \frac{3}{2t}, \pm \frac{5}{2t} \dots$ 时, I_g 有极大值。不过随 s 的增加,极大的峰值强度迅速衰减。由此可见,当 t 一定时,随 s 值的增大, I_g 也发生强度的周期性振荡,其振荡周期为:

$$s_g = \frac{1}{t} \quad (2-14)$$

图 2-8 I_k 随 s 的变化

从形变晶体中观察到的弯曲消光条纹,正是衍射强度随晶体位向变化的实例。如图 2-9 所示,若样品上 O 点处衍射晶面的位向精确符合布拉格条件($s=0$),其两侧的晶面因薄膜弯曲而向相反方向转动。 s 符号相反,且离 O 点愈远, s 愈大。所以衍衬图像中对应于 $s=0$ 的亮线(暗场)或暗线(明场)两侧,还有亮暗相间的条纹出现(因峰值强度迅速衰减,条纹数目不会很多),同一亮线或暗线所对应的样品位置处的晶面具有相同的位向(即 s 相同),所以这种特征衬度也称为等倾消光条纹。实验时倾动样品台,样品上相应于 $s=0$ 的位置将发生变化,消光条纹的位置也跟着改变,可观察到它们在荧光屏上大幅度地扫动。

根据上述讨论,完整晶体的衍衬像中存在两种衬度轮廓:等厚消光条纹和等倾消光条纹,前者受消光距离“ ξ_g ”的制约,后者受偏离参数“ s ”的制约。薄晶体试样在电子束较长时间照射下,受热变形,使 s 值发生连续变化,这时在试样中极易观察到等倾条纹,甚至在试样不动的情况下,因试样受热而缓慢翘曲,此时也可看到等倾消光轮廓缓慢掠过视场。而等厚干涉条纹在试样不动时,一般不会移动。等倾条纹移动时,因 s 变化,最易显示晶体中存在的位错。这一点常被用来揭示晶体中的位错。

综上所述,完整晶体的衬度效应有:

- ① s 恒定, t 改变,产生等厚消光条纹。

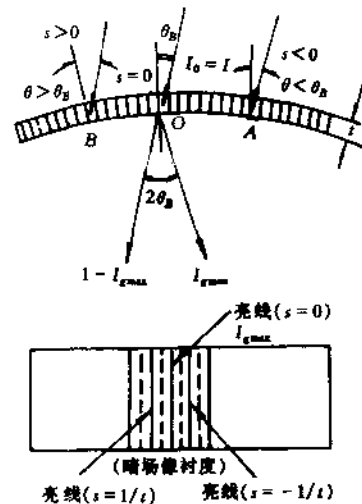


图 2-9 弯曲消光条纹的运动学解释

② t 恒定, s 改变, 局部区域的取向改变, 产生等倾消光条纹。等倾条纹的示例如图谱照片[29]。

③ 膜厚度均匀, 亦无弯曲, 表现均匀衬度。

④ 由于是选择衍射成像, 故当改变用来成像的操作反射 g 时, 图像的衬度包括消光条纹也会发生相应的变化。

衍射衬度对晶体取向的变化非常敏感, 在近代电镜中, 配有大角度旋转加单倾或双倾试样台, 它是研究晶体试样微观组织结构不可缺少的条件, 电镜工作者应当掌握并能熟练调整这一装置, 以获得所需要的试样取向, 以利于显示不同结构特征的衬度。

2.2.3 不完整晶体的运动学理论

在电镜中观察的晶体薄膜试样, 一般总是含有缺陷的, 或多或少地存在着不完整性。由于晶体局部取向改变而引起的不完整性, 除晶界、孪晶界、析出物与基体的相界面以外, 还有由于晶体缺陷所引起的弹性位移, 如点缺陷、面缺陷、线缺陷、体缺陷等。这些不完整性的衬度对局部衍射条件的微小改变非常敏感, 使衍射技术成为研究晶体不完整性的有力手段。

晶体中存在缺陷, 相当于其附近晶面偏离了理想位置, 如果我们仍用柱体模型来计算缺陷对衍射强度的影响, 则相应的柱体也应视为发生了某种畸变, 如图 2-10 所示, 柱体内深度为 z 处的厚度元 dz 因畸变而引起位移 R , 于是原来位置矢量 r 变为 $r' = r + R$ 。显然, 在柱体位置 (x, y) 确定情况下, 位移矢量 R 可以视为仅是深度 z 的函数, 但在一般情况下, R 当然也与柱体离开缺陷的位置有关。所以 R 也是位置变量 (x, y, z) 的函数。至于 $R(x, y, z)$ 的具体形式则因缺陷的类型而异。

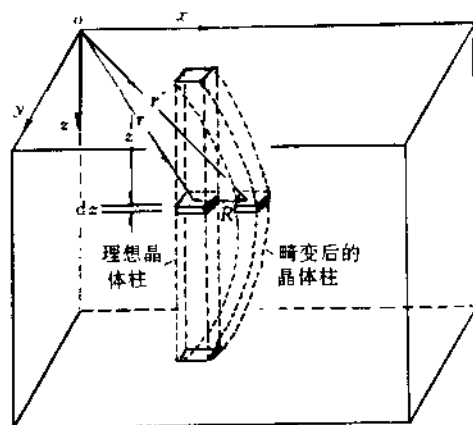


图 2-10 缺陷存在时, 缺陷附近晶体柱的畸变

根据(2-6)式,晶体发生畸变后,位于 r' 处的厚度元 dz 的散射振幅应为:

$$\begin{aligned} d\Phi_g &= \frac{i\pi}{\xi_g} \exp(-2\pi i \mathbf{K} \cdot \mathbf{r}') dz \\ &= \frac{i\pi}{\xi_g} \exp[-2\pi i(\mathbf{g} + \mathbf{s}) \cdot (\mathbf{r} + \mathbf{R})] dz \\ &= \frac{i\pi}{\xi_g} \exp[-2\pi i(\mathbf{g} \cdot \mathbf{r} + \mathbf{s} \cdot \mathbf{r} + \mathbf{g} \cdot \mathbf{R} + \mathbf{s} \cdot \mathbf{R})] dz \end{aligned} \quad (2-15)$$

因 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{r}$ = 整数, $\mathbf{s} \cdot \mathbf{R}$ 很小(二者均为原子尺度大小)可以忽略;又 $\mathbf{s} \parallel \mathbf{r} \parallel \mathbf{z}$, 故有 $\mathbf{s} \cdot \mathbf{r} = sr = sz$ 。于是得到

$$d\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \exp(-2\pi isz) \exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) dz \quad (2-16)$$

对于厚度为 t 的样品,在畸变后晶柱下表面处衍射波振幅应为:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t e^{-2\pi isz} e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}} dz \quad (2-17)$$

和完整晶体的衍射振幅(2-7)式比较,多了一个因子 $\exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ 。它正是畸变位移场 $\mathbf{R}(x, y, z)$ 对衍射振幅的贡献。

令 $\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, $\exp(-i\alpha)$ 称为畸变相位因子,这样(2-17)式可写成:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-i\alpha) \exp(-2\pi isz) dz \quad (2-18)$$

将不同缺陷引起的畸变位移场 $\mathbf{R}(x, y, z)$ 代入上式,即可求得不完整晶体下表面处的衍射振幅 Φ_g 。(2-18)式称为不完整晶体的运动学方程。

晶体中不完整性引入的附加相位因子 $\exp(-i\alpha)$,提供了缺陷的附加衬度,它是研究缺陷衬度的一个重要参量。不同晶体缺陷有不同的畸变位移场函数 $\mathbf{R}(x, y, z)$ 。它不仅与畸变位移场 $\mathbf{R}$ 有关,而且与 $\mathbf{g}$ 有关,这里 $\mathbf{g}$ 是用以获得衍射图像的某一强衍射晶面的倒易矢量,称为操作反射。对于给定的缺陷, $\mathbf{R}(x, y, z)$ 是确定的,但操作反射 $\mathbf{g}$ 可以通过倾斜试样人为选择。容易理解,附加项对衬度贡献的大小和有无,与 $\mathbf{g}$ 的选择以及它和 $\mathbf{R}$ 的相对位向密切相关。因此,选用不同的操作反射 $\mathbf{g}$ 成像,同一缺陷将会出现不同的衬度特征。特定情况下,当 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$,表明 $\mathbf{R} \perp \mathbf{g}$,表示畸变引起的原子位移只发生在反射平面内,此时(2-18)式中的 $\exp(-i\alpha) = 1$,这时畸变将不导致附加衬度,图像中“看不到”缺陷衬度。其它情况下, $\mathbf{g}$ 与 $\mathbf{R}$ 不垂直, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ 等于分数时, $e^{-i\alpha} \neq 1$,缺陷才显示衬度。这是缺陷成像的基础。

2.3 衍射成像的动力学理论^[6,7]

2.3.1 引言

运动学理论可以定性地解释薄晶体的一些衍射效应。但由于运动学理论假设的局限性,使得动力学相干引起的许多衬度细节难以用运动学理论予以解释。事实上我们在讨论“消光距离”的概念时,已清楚地看到这种动力学交互作用是不可忽略的。衍射束振幅不仅并非很小,有时甚至大到可作为其前进路程中遇到的某取向合适的平面的人射波引起二次衍射。从运动学方程(2-9)式看到,对完整晶体,设入射波振幅 $\Phi_0 = 1$, 可得到

$$I_g = |\Phi_g|^2 = \frac{\sin^2(\pi t s)}{(\xi_g s)^2} \quad (2-19)$$

在 $s \rightarrow 0$ 即接近准确布拉格条件时,上式将变为

$$I_g = |\Phi_g|^2 = \left(\frac{\pi t}{\xi_g}\right)^2 \quad (2-20)$$

这就是说,在厚度大于 $t = \frac{\xi_g}{\pi}$ 的晶体中,将会有 $\Phi_g > 1$, 出现了衍射波强度超过入射波强度的错误结果。电子显微术中通常所用的样品厚度可达 $10\xi_g$, 因此运动学理论在这里已经失效。此外,这时根据(2-11)式, $s \rightarrow 0$ 时,等厚条纹衬度变化的深度周期将变为无穷大,当然是不合理的。再者,实际衍射工作中,物理吸收效应不可避免,而在运动学处理中一般都不予考虑。为此,需要发展更加完善的动力学理论。动力学理论的基本出发点是承认透射束与衍射束之间的交互作用。这使得动力学理论的结果更接近实际情况,使得运动学理论在图像解释中遇到的困难,用动力学理论可以得到较完满的解决。

2.3.2 完整晶体的动力学理论

1. 完整晶体衍射动力学的基本方程

在衍射动力学理论中保留了运动学理论中的“双束近似”和“柱体近似”的假设,考虑了吸收,并认为存在一个极限,更重要的是考虑了各级衍射束之间的交互作用,即它们之间的能量交换,因此透射波振幅 Φ_0 和衍射波振幅 Φ_g 都随进入晶柱的深度 z 而变化,都是深度 z 的函数。在双束近似的情况下,动力学考虑的出发点认为在试样柱体内传播的是一个波函数。透射束和衍射束是组成这个波函数中的两支波,写为:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \Phi_0(\mathbf{r}) \exp(2\pi i \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}) + \Phi_g(\mathbf{r}) \exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) \quad (2-21)$$

式中 $\mathbf{k}_0$ 、 $\mathbf{k}$ 分别为透射方向和衍射方向的波矢量, $\Phi_0(\mathbf{r})$ 和 $\Phi_g(\mathbf{r})$ 是透射束和衍射束的振幅,它们是矢量 $\mathbf{r}$ 的函数。如图 2-11,柱体轴向取为 z 方向。这种孤立和微小柱体的假设与实际比较吻合。因为只考虑电子束在 z 方向的传播,故下述各式将用 z 代替 $\mathbf{r}$ 。设

Φ_0 和 Φ_g 在 z 处通过 dz 薄层发生的变化为 $d\Phi_0$ 和 $d\Phi_g$ 。下面考虑 $d\Phi_0$ 和 $d\Phi_g$ 的大小。 dz 薄层内的原子使进入其中的波 Φ_0 和 Φ_g 在所有方向发生散射,但大多数方向均因相干而相消,只有两个方向的散射波相互加强,这就是沿波前进方向的一支,即 $k_0 \rightarrow k_0$ 或 $k \rightarrow k$ 方向。它们的相位彼此完全相同,我们可称它为直进传播波;另一支是通过布拉格反射后的散射方向即 $k_0 \rightarrow k$ 或 $k \rightarrow k_0$,彼此相位稍有差异,且依赖于 s 值,称为间接传播波。所以,通过薄层 dz 的衍射波振幅 Φ_g 的增量 $d\Phi_g$ 可写成:

$$d\Phi_g = \left\{ \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_g(z) + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0(z) \exp[2\pi i(k_0 - k) \cdot r] \right\} dz \quad (2-22)$$

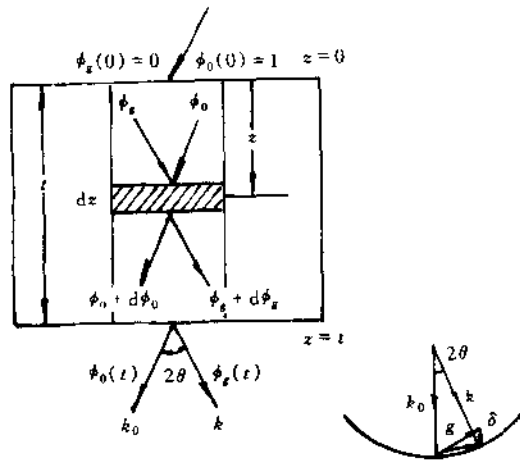


图 2-11 推导完整晶体双束动力学方程的柱近似模型

第一项(正比于 Φ_g)代表直进传播波的贡献,而第二项(正比于 Φ_0)代表布拉格散射后间接传播波的贡献,包含运动学理论中常用的相位因子。同样可以写出 $d\Phi_0$ 的方程,与上式不同的是第二项中相位因子与之相反,即

$$d\Phi_0 = \left\{ \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_0(z) + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g(z) \exp[2\pi i(k - k_0) \cdot r] \right\} dz \quad (2-23)$$

利用 $k - k_0 = g + s$, 并有 $s \parallel z$, 则方程(2-22)和(2-23)变为:

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Phi_0}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_0 + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g \exp(2\pi i s z) \\ \frac{d\Phi_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0 \exp(-2\pi i s z) \end{aligned} \right\} \quad (2-24)$$

这一对联立微分方程组就是动力学理论的基本方程.由此方程我们可看出以下几点:

(1)两支波的变化都包括了直进传播波 Φ_0 和间接传播波 Φ_g 的交互作用和影响.量值上前者乘以系数 $\frac{\pi}{\xi_0}$,后者乘以系数 $\frac{\pi}{\xi_g}$.从某种意义上可以理解“直进”波为“透射”波, ξ_0 即 $\theta=0$ 时的消光距离;对衍射波, ξ_g 是 $\theta \approx \frac{\lambda}{2}g$ 时的消光距离.这两部分射线是互为透射和衍射的,或者说在传播过程中能量上是互相转换的,在(2-24)式的表达形式上即已体现了这一点.

(2)动力学基本方程中每一个方程的右边两项都与层厚 dz 成正比,并且两项都含有因子 i ,这是因为我们计算出来的从某层下表面出射的散射波振幅,其相位相对于在此以前的人射波相差 90° ,因而等号右侧各项均乘以 i .

(3)从(2-24)式的表达结构,也体现出动力学假设的基本出发点,这反映在 $\frac{d\Phi_0}{dz}$ 和 $\frac{d\Phi_g}{dz}$ 表达式中对透射波、衍射波(注意它们是互为“透射”和“衍射”的)的相位考虑上.以第二个式子为例:

① 以 Φ_g 的 k 方向为基准,则衍射束振幅的相位差为零,即 $\exp[2\pi i(k - k_0) \cdot z] = 1$, 故此式右边第一项为 $\frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_g$.

② 考虑到 $K = k - k_0 = g + s$,则有

$$\exp[2\pi i(k_0 - k) \cdot z] = \exp[2\pi i(-g - s) \cdot z] = \exp[-2\pi i s z]$$

故(2-24)式第二式右边第二项为 $\frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0 \exp[-2\pi i s z]$.

对(2-24)式第一个式子也可作类似讨论。

2. 完整晶体动力学理论基本方程的求解

为简化求解,可作出适当变换,令

$$\left. \begin{aligned} \Phi_0' &= \Phi_0 \exp\left(-\frac{i\pi z}{\xi_0}\right) \\ \Phi_g' &= \Phi_g \exp\left(\frac{2\pi i s z - i\pi z}{\xi_0}\right) \end{aligned} \right\} \quad (2-25)$$

代入(2-24)式后,略去角标“'”,可得:

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Phi_0}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g \\ \frac{d\Phi_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0 + 2\pi i s \Phi_g \end{aligned} \right\} \quad (2-26)$$

上式中消去 Φ_g 和 $\frac{d\Phi_g}{dz}$, 导出 Φ_0 的二阶微分方程:

$$\frac{d^2\Phi_0}{dz^2} - 2\pi i s \frac{d\Phi_0}{dz} + \frac{\pi^2}{\xi_g^2} \Phi_0 = 0 \quad (2-27)$$

其解的形式为 $\exp(2\pi i \gamma z)$, 代入可得

$$\gamma^2 - \gamma s - \frac{1}{4} \xi_g^{-2} = 0 \quad (2-28)$$

即 γ 有两个根:

$$\left. \begin{aligned} \gamma^{(1)} &= \frac{s - \sqrt{s^2 + \frac{1}{\xi_g^2}}}{2} \\ \gamma^{(2)} &= \frac{s + \sqrt{s^2 + \frac{1}{\xi_g^2}}}{2} \end{aligned} \right\} \quad (2-29)$$

列出组合解的形式如下:

$$\Psi(z) = \begin{cases} \Phi_0(z) = C_0^{(1)} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z) + C_0^{(2)} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z) \\ \Phi_g(z) = C_g^{(1)} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z) + C_g^{(2)} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z) \end{cases} \quad (2-30)$$

这里 $C_0^{(1)}, C_0^{(2)}, C_g^{(1)}, C_g^{(2)}$ 为任意待定常数。

在这里我们引入无量纲量参数 $\omega = s\xi_g = \cot\beta$, 它们都是表示相对于精确布拉格位置的动力学偏离。在精确布拉格反射位置时 $\omega = 0, \beta = \frac{\pi}{2}$; 在偏离布拉格反射位置时, 当 θ 角小于精确布拉格角 θ_0 时, $\omega < 0, \beta > \frac{\pi}{2}$; 当 $\theta > \theta_0$ 时, 则有 $\omega > 0, \beta < \frac{\pi}{2}$ 。

将(2-30)式代入(2-26)式, 求得

$$\left. \begin{aligned} \frac{C_g^{(1)}}{C_0^{(1)}} &= 2\gamma^{(1)}\xi_g = \omega - \sqrt{1 + \omega^2} \\ \frac{C_g^{(2)}}{C_0^{(2)}} &= 2\gamma^{(2)}\xi_g = \omega + \sqrt{1 + \omega^2} \end{aligned} \right\} \quad (2-31)$$

考虑边界条件, 在试样上表面处 $z=0$, 且由(2-30)式有

$$\left. \begin{aligned} \Phi_0(0) &= 1 = C_0^{(1)} + C_0^{(2)} \\ \Phi_g(0) &= 0 = C_g^{(1)} + C_g^{(2)} \end{aligned} \right\} \quad (2-32)$$

由(2-31)和(2-32)式可求得四个待定系数:

$$\left. \begin{aligned} C_0^{(1)} &= \sin^2 \frac{\beta}{2} & C_0^{(2)} &= \cos^2 \frac{\beta}{2} \\ C_g^{(1)} &= \sin \frac{\beta}{2} \cos \frac{\beta}{2} & C_g^{(2)} &= -\sin \frac{\beta}{2} \cos \frac{\beta}{2} \end{aligned} \right\} \quad (2-33)$$

将系数代入组合解(2-30)式,则得

$$\Psi(z) = \begin{cases} \Phi_0(z) = \sin^2 \frac{\beta}{2} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z) + \cos^2 \frac{\beta}{2} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z) \\ \Phi_g(z) = \sin \frac{\beta}{2} \cos \frac{\beta}{2} \exp(2\pi i \gamma^{(1)} z) - \sin \frac{\beta}{2} \cos \frac{\beta}{2} \exp(2\pi i \gamma^{(2)} z) \end{cases} \quad (2-34)$$

将 $\gamma^{(1)}$ 和 $\gamma^{(2)}$ 代入后,由上式就可求得衍射束的强度:

$$I_g(t) = \Phi_g(t) \cdot \Phi_g^*(t) = \sin^2 \beta \sin^2(\pi t s_{\text{eff}}) = \left(\frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \frac{\sin^2(\pi t s_{\text{eff}})}{(\pi s_{\text{eff}})^2} \quad (2-35)$$

式中

$$s_{\text{eff}} = \sqrt{s^2 + \xi_g^{-2}} \quad (2-36)$$

这是一个新引入的偏离参数,称为有效偏离参数。

3. 对完整晶体动力学方程求解的几点讨论

(1) 在这里我们引入一个有效偏离参数 s_{eff} , 它与运动学理论中常用的偏离参数 s 之间有 $s_{\text{eff}} = \sqrt{s^2 + \xi_g^{-2}}$ 关系。只有当偏离矢量 s 很大时, 也就是说偏离布拉格条件较远, 即 $s \gg \frac{1}{\xi_g}$ 时, s_{eff} 才趋近于偏离矢量 s , 这时可略去 $\frac{1}{\xi_g}$, 公式(2-35)式变为

$$I_g(t) = \left(\frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \frac{\sin^2(\pi t s)}{(\pi s)^2}$$

这正是运动学理论给出的结果。由此可见, 大 s 条件下运动学理论只是动力学的一个特殊情况。

(2) 运动学理论虽能形象地解释了等厚条纹的产生, 但实验中定量处理条纹衬度时发现, 条纹衬度并不是准确地随深度 $\frac{z}{s}$ 作周期变化, 实际的衬度变化周期与深度振荡周期 $\xi_g = \frac{1}{s}$ 有较大偏离。在动力学理论中由(2-35)式可以看出, 衍射束强度随厚度变化的实

实际周期 ξ_{eff} 并不是 $\frac{1}{s}$, 而是 $\frac{1}{s_{\text{eff}}}$ 。即有:

$$\xi_{\text{eff}} = \frac{1}{s_{\text{eff}}} = (s^2 + \xi_g^{-2})^{-1/2} \quad (2-37)$$

注意到 $\omega = s\xi_g$ 后, (2-37) 式可改写为:

$$\xi_{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1 + \omega^2}} \quad (2-38)$$

这就是晶体处于偏离位置 ($s \neq 0$) 时的有效消光距离, 它和运动学消光距离相差一个因子 $(1 + \omega^2)^{-1/2}$ 。

(3) 根据运动学理论, 在严格符合布拉格条件, 即 $s = 0$ 时, 等厚条纹衬度变化的深度周期为无穷大, 这是不合理的, 运动学理论解决不了这一个问题。根据动力学理论, 由 (2-37) 式, 当 $s = 0$ 时, 衍射强度随厚度变化的周期距离为:

$$\xi_{\text{eff}} = \frac{1}{\sqrt{s^2 + \xi_g^{-2}}} = \xi_g$$

也就是说 ξ_g 只是 $s = 0$ 的消光距离实测值。当 $s \neq 0$ 时随着 s 增大, ξ_{eff} 减小, 厚度条纹数目增加。图 2-12 为透射束和衍射束强度随深度变化作周期振荡的情况, 在布拉格反射位置即 $s = 0$ 时, 振荡情况如图 2-12(b) 所示, 深度变化周期为 ξ_g 。离开布拉格位置时, 振荡情况如图 2-12(a) 所示, 深度变化周期为 s_{eff} , 随 s 增大, $\xi_{\text{eff}} = \frac{1}{s_{\text{eff}}}$ 变小。在远离布拉格位置时, s 很大, $s_{\text{eff}}^{-1} \rightarrow s^{-1}$ 回到运动学的特例情况。

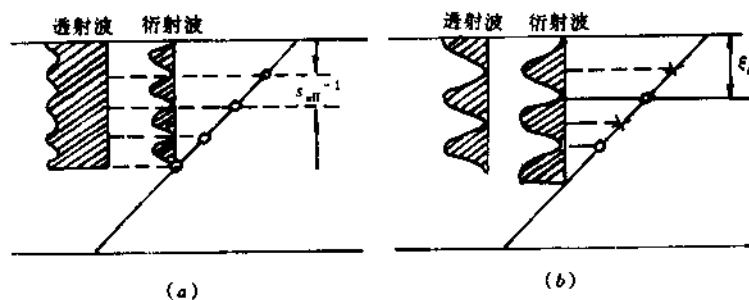


图 2-12 透射束、衍射束强度随深度变化作周期振荡

(a) 运动学理论 (b) 动力学理论

(4)由动力学理论给出的衍射束强度(2-35)式,当 $s=0$ 时, $I_g = \sin^2\left(\frac{\pi t}{\xi_g}\right)$, 可见动力学理论给出的结果是,无论厚度如何变化, I_g 恒小于 1, 不会得到衍射束强度大于入射束强度的反常结果。

2.3.3 不完整晶体的动力学理论

有了完整晶体动力学方程,类似于运动学理论,只需在柱体中引入位移矢量 $\mathbf{R}$ 和附加相位角 $\alpha = 2\pi\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, 并在相位因子中考虑进去,便可得到不完整晶体的动力学方程,可以由(2-24)式得到不完整晶体双束动力学表达式如下:

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Phi_0}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_0 + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g \exp(2\pi i s z + 2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) \\ \frac{d\Phi_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \Phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0 \exp(-2\pi i s z - 2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) \end{aligned} \right\} \quad (2-39)$$

解(2-24)式,我们得到完整晶体试样下表面处透射波振幅 $\Phi_0(t)$ 和衍射波振幅 $\Phi_g(t)$, t 为试样厚度。若缺陷畸变场位移矢函数 $\mathbf{R}(z)$ 已知,解(2-39)式,求数值解,可以计算出双束动力学条件下晶体缺陷的衍射像强度。

在(2-39)式的第一个式子中 $\exp(+2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ 表示衍射波对透射波的散射引起的相位变化,第二个式子中相位因子 $\exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ 表示透射波对衍射波的散射引起的相位变化。

通过下述变换,消去(2-39)式中的 ξ_0 ,则这组方程的物理意义会更加明显。令

$$\left. \begin{aligned} \Phi_0' &= \Phi_0(z) \exp\left(\frac{-\pi i z}{\xi_0}\right) \\ \Phi_g' &= \Phi_g(z) \exp\left(\frac{2\pi i s z - \pi i z}{\xi_0}\right) \end{aligned} \right\} \quad (2-40)$$

利用(2-40),则(2-39)式变为

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Phi_0'}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g' \\ \frac{d\Phi_g'}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0' + 2\pi i \left(s + \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz} \right) \Phi_g' \end{aligned} \right\} \quad (2-41)$$

由(2-41)式可知,缺陷在晶体中引起的畸变对衍射振幅变化 $\frac{d\Phi_g'}{dz}$ 的影响是以 $\mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz}$ 的形式反映出来的,这表明缺陷引起的畸变场使布拉格反射平面发生了局部旋转,而这种旋转带来的影响又是随深度 z 而变化,并非像运动学那样,将 $\mathbf{R}$ 视为常量。这种旋转使偏离矢量由 s 变成了 $\left(s + \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz} \right)$ 。(2-41)式与完整晶体的(2-26)式相当,只要在(2-26)

式中作下述代换即可:

$$s \rightarrow s + \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz}$$

畸变场使布拉格反射平面发生局部旋转的结果,是使本来偏离布拉格条件的部位变得反而接近布拉格条件了,这就使得存在缺陷的试样局部区域的布拉格衍射强度反而较周围完整晶体为高,由此使缺陷显示出来。

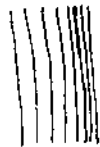
第三章 衍衬成像实验分析技术总论

3.1 衍衬实验条件

材料的性能特别是力学性能是结构敏感的,材料中晶体缺陷的种类、形态、数量与分布和材料的各种性能密切相关。根据第二章介绍的运动学和动力学理论可建立对电子显微图像衬度进行分析的方法,也可以建立测定某些参数的判据。因此,为了正确设计实验程序,正确操作电镜和正确进行分析,电镜工作者除了必须掌握基本的衍衬理论以外,还要善于识别电镜所处的实验条件是运动学状态还是动力学状态,并了解哪些属于动力学效应,哪些可以用运动学理论进行解释。这对于正确分析图像,从图像中提取有价值的信息是十分重要的。这里遇到的首要问题是确定衍衬实验条件。

表 3-1 列出了借助衍射谱和厚度条纹判别试样处于动力学条件还是运动学条件的参考依据。

表 3-1 借助于衍射谱和厚度条纹判别动力学条件和运动学条件的参考依据

选区电子衍射花样特征		明场像衬度特征	
动力学条件	运动学条件	动力学条件	运动学条件
亮菊池线非常靠近衍射斑点使得: $\omega = -1.0 \sim 1.0$	亮菊池线离开强衍射斑点一定距离,即: $\omega \gtrless \pm 1.0$	厚度条纹较多且紧靠试样边缘轮廓,条纹衬度较清晰,背底可见到较多清晰细节	厚度条纹甚少,分布区域窄,而且不清晰,整个背底较模糊
			

由上表可知满足运动学条件,一是要样品薄,原则上应 $t < \xi_g/2$, 实际很难做到,经验表明 $t \approx (2 \sim 3)\xi_g$, 效果仍然不错;此外,应最大限度地忽略电子束交互作用。二是尽可能满足双束衍射条件,且离准确布拉格反射位置较远,这可利用操作反射对应的亮菊池线相对于 g 斑点的距离来判断,一般应使得 $|\omega| = |s\xi_g| > 1$ 。

我们建议在具体操作中,应注意以下几点,正确掌握实验条件,以有利于获得清晰而且信息丰富的衍衬图像:

(1)为便于应用双束动力学理论对衍衬像进行解释,可借助倾动台改变试样取向,尽可能获得双束或接近双束衍射条件,操作者应能迅速正确判断较低指数带轴的倒易面指数和衍射谱上的低指数斑点的指数。在保证双束衍射条件下,使亮菊池线非常接近相应的衍射斑点,即 $\omega = -1.0 \sim 1.0$, 实现双束动力学条件。实际上,从动力学状态到运动学状态是逐渐过渡的,没有一个明显的界限。随着亮菊池线与强衍射斑点距离增加,偏离量 s 增加,当 $\omega = s\xi_g$ 增大到一定值时,就接近或达到了运动学状态。如果选取的操作反射是高指数的第二或第三级高阶反射,则亮菊池线只需少许偏离相应衍射斑点,就可使 ω 大到进入运动学状态。调整的关键是,必须小心倾动样品,使所选操作反射既保证双束条件,又满足 $\omega = -1.0 \sim 1.0$ 。此外应反复在衍射和成像模式下检查,以防调整取向时视场漂离。

(2)为了获得缺陷的良好衬度,应在明场下使 s 略正向偏离布拉格位置,即通过倾动,使亮菊池线稍稍位于相应斑点外侧,此时 $s > 0$, 又不过分偏离,基体图像可得到较好衬度,缺陷成像也较明锐清晰。如果选取 $s = 0$ 或 $s < 0$, 整个像的背景强度较低,细节对比度也不理想。经验表明,明场像取 $\omega = \xi_g s \approx 0.2 \sim 1.0$ 可得到较好结果;暗场像取 $\omega \approx \pm 1$ 即可。有时为了将暗场像与明场像进行比较,应使明暗场取相同的 ω 值。

(3)为获得理想的成像亮度和满意的图像质量,应根据所研究的缺陷类型,选择合适的操作反射 g 。不同操作反射消光距离 ξ_g 不同,低指数的 g 一般具有较小的 ξ_g 值,因而选择低指数 g 观察与拍照是恰当的,一方面低指数反射较之高指数反射在透射束和衍射束的能量分布上,更有利于保留较强的透射强度,有利于获得较佳的照明条件;另一方面由于 $t = n\xi_g$, 可考虑从视场上见到的厚度条纹的多少,选择具有较大的 n 值的区域,它一般对应于动力学条件。因此事先准备好不同材料消光距离的表作为选择操作反射的参考是有益的。

(4)进行晶体缺陷观察,特别是测定位错或空位密度时,不要在过薄的区域(例如小于 $3\xi_g$)进行观察,因为在很薄区域,试样上下表面对晶体缺陷的约束松弛,可能引起它们的固有组态改变,甚至有部分缺陷逸出表面。在位错观察时,常常看到样品表面或空洞附近总存在一个低位错密度区,就是例证。一般在 100kV 下,如取低指数反射,观察区域的合适厚度可定为 $5 \sim 8\xi_g$; 如果加速电压增高,例如 200kV 下,甚至可以提高到 $10\xi_g$ 。我们的经验表明:在 100kV 加速电压下对镍基高温合金选择操作反射为 $\{111\}$ 时,观察区域厚度不得小于 100nm; 一般合金钢选 $\{110\}$ 型反射时,不得小于 120nm; 200kV 下,不得小于 200nm。

(5)此外还应避免在厚度急剧变化的部位(例如十分靠近孔洞边缘区域)进行观察,因为这里的厚度干涉条纹会干扰缺陷衬度,使缺陷衬度像轮廓变得模糊不清。

3.2 衍衬分析所需参数及测定方法

为了正确进行衍衬图像分析,在衍衬实验时除拍摄观察区的显微图像和配套的衍射谱外(往往不只一张衍射谱),还必须获得一些必要的基本参数,即操作反射 g 、偏离矢量 s 、消光距离 ξ_g 等。另一些参数如试样的晶体学取向、试样厚度等则可通过衍衬分析和计算予以测定。

3.2.1 操作反射 g [4,6]

操作反射是衍衬分析的基础。为了便于运用双束动力学理论,对图像衬度进行分析,如前所述,试验中应尽可能获得近似的双束成像条件。若对图像衬度起主要作用的衍射束强度较之其它衍射束的强度要强得多时,仍可近似为双束条件。

一般宜选用低指数反射作为操作反射。这是因为,从它们出发,可比较方便地向某设定方向倾斜;同时强的低指数反射往往能提供较好的衬度效果。具体选用哪一个低指数反射,需视分析对象和目的而定。例如为了显示 FCC 晶体 $(1\bar{1}1)$ 或 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面上的 $\frac{1}{2}[110]$ 全位错,操作反射宜取 $(1\bar{1}\bar{1})$,而显示 $(1\bar{1}\bar{1})$ 或 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面上的 $\frac{1}{2}[101]$ 全位错,应该选用 $(1\bar{1}1)$ 作为操作反射。对于体心立方材料中的 $\frac{1}{2}(111)$ 全位错,操作反射应选用 $|110|$ 型反射。例如为了显示 $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}1]$ 全位错,选用 $(0\bar{1}1)$ 或 (110) 反射,有较好的效果。

观察不全位错时又当别论,如欲使面心立方金属中的 $\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ 、 $\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$ 、 $\frac{1}{6}[2\bar{1}1]$ 不全位错得到足够强的衬度,可考虑选用 $(2\bar{2}0)$ 反射,也可选用 $(4\bar{2}2)$ 这样较高指数的反射。

六方晶系金属显示位错衬度的有效操作反射是有限的。使 $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$ 位错产生较佳衬度的反射是 $(\bar{2}3\bar{1}1)$ 或 $(\bar{3}211)$,而获得 $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}23]$ 、 $\frac{1}{3}[11\bar{2}3]$ 位错衬度的反射,分别选取 $(\bar{3}211)$ 和 $(\bar{2}3\bar{1}1)$ 为操作反射。

3.2.2 试样取向相对于布拉格位置的偏离参量 s

选择偏离参量 s ,包括 s 的符号(为正、为负或 0)是衍衬分析中经常遇到的一个重要问题。利用亮菊池线偏离同指数斑点的距离 x 可计算偏离参量 s 的大小。图 3-1(a)的状态严格满足布拉格衍射条件,偏离距离 $x=0$ 。若在这个基础上偏转试样,反射面略偏离布拉格位置,相当于 (hkl) 晶面与倒易面同步转动 $\Delta\theta$,与晶面 (hkl) 垂直的相应倒易矢量 g 也转过 $\Delta\theta$ 角。这时 (hkl) 斑点仍基本上在原处,而亮菊池线则向外离开 (hkl) 斑点一个距离 x (图 3-1(b))。这时定义 $s>0$;反之亮菊池线在 (hkl) 斑点内侧时(图 3-1(c)),定义 $s<0$ 。

由图易知

$$x = L \cdot \Delta\theta$$

$$s = g\Delta\theta = \frac{\Delta\theta}{d}$$

因此有

$$s = \frac{x}{d \cdot L} \quad (3-1)$$

式中 L 为电镜镜筒有效长度, d 为反射面的面间距。

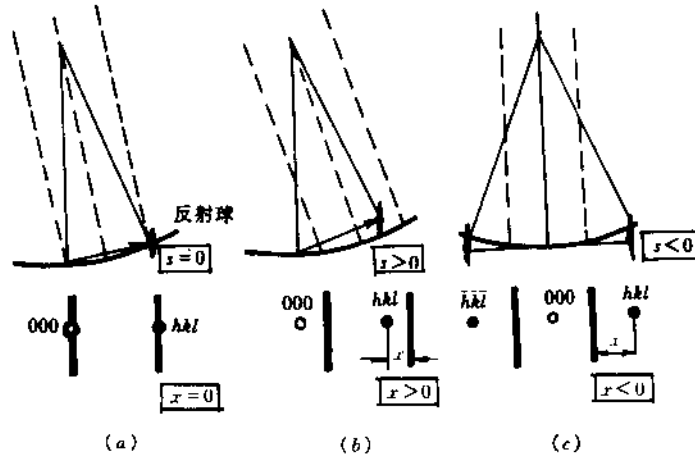


图 3-1 菊池线与衍射斑的相对位置

例:已知 FCC 结构薄片碳化物 Cr_{23}C_6 ($a = 1.0638\text{nm}$) 的 (311) 衍射斑点与中心斑间距 $r = 10\text{mm}$ 。在加速电压 100kV 条件下,测出亮菊池线与衍射斑点之间偏离距离 $x = -2\text{mm}$,求偏离参量。

先求出面间距 $d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = 0.321\text{nm}$,查得 100kV 加速电压下 $\lambda = 0.0037\text{nm}$ 。

根据衍射斑点与透射斑点间距 r 可由衍射公式求得: $L = \frac{rd}{\lambda}$,代入(3-1)式,可得

$$s = \frac{x}{d \cdot L} = \frac{x\lambda}{\pi d^2} = 7.186 \times 10^{-3} \text{nm}^{-1}$$

在弱束成像时就常常需要知道 s 的值。

3.2.3 消光距离 ξ_g

根据(2-4)式,消光距离 ξ_g 的表达式为

$$\xi_g = \frac{\pi V_c \cos \theta}{\lambda F_g} \quad (3-2)$$

当 $\omega = s\xi_g \neq 0$ 时,有效消光距离由下式表示

$$\xi_{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1 + \omega^2}}$$

例:已知加速电压为 100kV,求面心立方纯银操作反射(200)的消光距离。

单胞体积 $V_c = a^3 = (0.4089\text{nm})^3 = 0.06836\text{nm}^3$

单胞散射因子 $F_g = f \sum \exp[2\pi i(hu_i + kv_i + lw_i)]$

对 FCC: u_i, v_i, w_i 为 $000, \frac{1}{2}0\frac{1}{2}, 0\frac{1}{2}\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ 。

以 $hkl = 200$ 及 u_i, v_i, w_i 的上述数值代入上式,得

$$F_g = 4f$$

f 为原子散射因子。为了从有关表中查出 f ,先计算

$$\frac{\sin\theta}{\lambda} = \frac{1}{2d_{200}} = 2.45\text{nm}^{-1} \quad [\text{对 Ag}, d_{200} = 0.2041\text{nm}]$$

从附录Ⅲ中查得 $\frac{\sin\theta}{\lambda} = 2.45\text{nm}^{-1}$ 时银的原子散射因子为 $f = 0.541\text{nm}$ 。于是

$$F_g = 4f = 2.164\text{nm}$$

最后将 $V_c, F_g, \lambda = 0.0037\text{nm}$ 和 $\cos\theta \approx 1$ 代入(3-2)式得:

$$\xi_{200} = \frac{\pi \cos\theta V_c}{\lambda F_g} = 26.8\text{nm}$$

表 3-2 至表 3-4 给出了常见晶体的消光距离值。

表 3-2 面心立方材料的动力消光距离 ξ_g (0.1nm)

加速电压	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]
	Al(fcc). $z = 13.0$			γ -Fe(fcc). $z = 26.0$			因康镍合金(fcc) $z = 27.2$		
75	489	591	939	229	264	398	219	253	382
100	548	662	1052	256	296	446	245	284	428
125	595	719	1142	278	321	484	267	308	465
150	634	766	1217	296	342	516	284	328	495
200	695	839	1334	325	375	565	311	360	543
300	776	937	1489	363	418	631	347	402	606
400	827	999	1587	387	446	673	370	428	646
500	862	1041	1654	403	465	701	386	446	673
600	887	1071	1702	415	478	722	397	459	693
700	905	1094	1738	423	488	737	406	469	707

续表

加速电压	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]
Al(fcc), $z=13.0$			γ -Fe(fcc), $z=26.0$			因康镍合金(fcc), $z=27.2$			
800	920	1111	1765	430	496	748	412	476	718
900	951	1124	1787	435	502	757	417	482	727
1000	940	1135	1804	439	507	765	421	487	734
不锈钢(fcc), $z=25.8$			β -Co(fcc), $z=27.0$			Ni(fcc), $z=28.0$			
75	228	264	397	218	266	383	211	244	369
100	256	295	444	244	285	429	236	273	413
125	278	321	483	265	309	466	256	297	448
150	296	342	514	283	330	496	273	316	478
200	324	374	564	310	361	544	299	346	523
300	362	418	629	346	403	607	334	387	584
400	386	446	671	369	430	647	356	412	623
500	402	464	699	384	448	675	371	430	649
600	414	478	719	396	461	694	382	442	668
700	422	488	735	404	471	709	390	452	682
800	429	496	746	410	478	720	396	459	693
900	434	502	755	415	484	729	401	464	701
1000	438	506	762	419	489	736	405	469	708
Cu(fcc), $z=29.0$			Rh(fcc), $z=45.0$			Ag(fcc), $z=47.0$			
75	216	249	372	176	202	291	199	227	324
100	241	279	417	197	226	326	223	254	363
125	262	303	453	214	245	354	242	276	394
150	279	323	482	228	261	377	258	294	420
200	306	354	528	250	286	414	283	322	461
300	342	395	590	279	320	462	316	360	514
400	364	421	629	297	341	492	337	384	548
500	380	439	656	310	355	513	351	400	571
600	391	452	675	319	365	528	361	411	588
700	399	461	689	326	373	539	369	420	600
800	405	469	700	331	379	548	375	427	610
900	410	474	708	335	384	554	379	432	617
1000	414	479	715	338	387	559	383	436	623
α -黄铜(fcc), $z=29.2$			Pd(fcc), $z=46.0$			Ir(fcc), $z=77.0$			
75	223	257	381	182	209	300	125	142	200
100	250	288	426	204	234	336	141	160	224
125	271	313	463	221	254	364	153	173	244
150	289	333	493	236	271	388	163	185	260

续表

加速电压	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]	[111]	[200]	[220]
α 黄铜(fcc) $z=29.2$			Pd(fcc) $z=46.0$			Ir(fcc) $z=77.0$			
200	317	365	541	259	297	426	178	202	285
300	354	408	604	289	331	475	199	226	318
400	377	434	643	308	353	507	212	241	339
500	393	453	671	321	368	528	221	251	353
600	404	466	690	330	379	543	227	258	363
700	413	476	704	337	387	555	232	264	371
800	419	483	715	342	393	563	236	268	377
900	424	489	724	346	398	570	239	271	381
1000	428	494	731	350	401	576	241	274	385
Pt(fcc) $z=78.0$			Pb(fcc) $z=82.0$			Si(fcc) $z=14.0^*$			
75		130	148	207	214	238	319	778	1348
100		146	165	232	240	267	357	871	1510
125		158	180	252	261	290	388	946	1640
150		169	191	269	278	309	413	1007	1747
200		185	210	294	305	339	453	1104	1915
300		207	234	329	340	378	505	1233	2138
400		220	250	351	363	403	539	1314	2279
500		229	260	365	378	420	561	1370	2375
600		236	268	376	389	432	578	1409	2444
700		241	273	384	397	441	590	1439	2495
800		245	278	390	403	448	599	1462	2534
900		248	281	395	408	454	606	1479	2565
1000		250	284	398	412	458	612	1493	2590
Au(fcc) $z=79.0$			Th(fcc) $z=90.0$			Ge(fcc) $z=32.0^*$			
75		141	160	222	216	238	316	545	809
100		158	179	249	242	267	354	610	906
125		172	194	270	263	290	385	662	964
150		183	207	288	280	208	410	706	1048
200		201	227	315	307	338	449	773	1149
300		224	254	352	343	378	501	864	1283
400		239	270	375	366	402	535	921	1368
500		249	282	391	381	419	557	959	1426
600		256	290	402	392	432	573	987	1467
700		262	296	411	400	441	585	1008	1498
800		266	301	417	407	448	594	1024	1521
900		269	304	422	411	453	602	1036	1540
1000		272	307	426	415	457	607	1046	1554

* Si 和 Ge 为金刚石结构

表 3-3 体心立方材料的动力消光距离 ξ_g (0.1nm)

加速电压	[110]	[200]	[211]	[110]	[200]	[211]	[110]	[200]	[211]
$\beta\text{-Ti}(\text{bcc}), z=22.0$			$\alpha\text{-Fe}(\text{bcc}), z=26.0$			$\beta\text{-Zr}(\text{bcc}), z=40.0$			
75	360	520	658	240	352	446	289	395	493
100	403	582	736	268	394	500	324	442	552
125	438	633	800	292	428	543	352	480	599
150	466	674	852	311	456	578	375	512	639
200	511	739	934	340	499	634	410	561	700
300	571	825	1043	380	558	708	458	626	782
400	608	879	1112	405	594	755	489	667	833
500	634	916	1158	422	619	786	509	696	868
600	652	943	1192	435	637	809	524	716	894
700	666	963	1217	444	651	826	535	731	912
800	676	978	1236	451	661	839	543	742	927
900	685	990	1251	456	669	849	550	751	938
1000	691	999	1263	460	675	857	555	758	947
$\text{Vn}(\text{bcc}), z=23.0$			$\text{Rb}(\text{bcc}), z=37.0$			$\text{Nb}(\text{bcc}), z=41.0$			
75	292	427	549	915	1100	1286	231	325	406
100	327	478	615	1025	1232	1448	259	364	454
125	355	519	668	1113	1338	1564	281	396	493
150	378	553	712	1185	1426	1666	300	421	526
200	415	606	780	1299	1563	1826	329	462	476
300	463	677	871	1451	1745	2039	367	516	643
400	494	721	929	1547	1860	2174	391	550	686
500	515	752	968	1612	1938	2266	408	573	715
600	529	774	996	1658	1995	2331	420	590	735
700	541	790	1017	1693	2036	2380	428	602	751
800	549	802	1033	1720	2068	2418	435	611	763
900	556	812	1045	1741	2093	2447	440	619	772
1000	561	820	1055	1757	2113	2470	445	625	779
$\text{Mo}(\text{bcc}), z=42.0$			$\text{W}(\text{bcc}), z=74.0$			$\text{Ta}(\text{bcc}), z=73.0$			
75	206	292	368	143	197	244	159	218	267
100	231	327	412	160	220	273	178	244	299
125	351	355	448	174	239	296	193	265	325
150	268	378	477	186	255	316	206	282	346
200	293	415	523	203	280	346	226	310	380
300	327	463	584	227	312	386	252	346	424
400	349	494	623	242	333	412	269	368	452

续表

加速电压	[110]	[200]	[211]	[110]	[200]	[211]	[110]	[200]	[211]
	Mo(bcc) $z=42.0$			W(bcc) $z=74.0$			Ta(bcc) $z=73.0$		
500	364	514	649	252	347	429	280	384	471
600	374	529	668	260	357	442	288	395	485
700	382	540	682	265	364	451	294	403	495
800	388	549	692	269	370	458	299	410	503
900	393	556	701	272	375	464	302	415	509
1000	397	561	707	275	378	468	305	419	514

表 3-4 六方密排材料的动力消光距离 $\xi_g(0.1\text{nm})$

加速电压	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]
	Be(hcp) $z=4.0$			α -Co(hcp) $z=27.0$			α -Zr(hcp) $z=40.0$		
75	2504	733	1037	821	219	311	1059	285	392
100	2805	821	1161	919	245	348	1185	319	439
125	3045	892	1261	998	267	378	1287	347	477
150	3244	950	1343	1063	284	402	1372	369	508
200	3556	1041	1472	1166	311	441	1503	405	557
300	3970	1163	1644	1301	348	493	1679	452	622
400	4332	1239	1752	1387	371	525	1789	482	663
500	4411	1291	1826	1446	386	547	1865	502	691
600	4538	1329	1879	1488	397	563	1919	517	711
700	4634	1357	1919	1519	406	575	1959	528	726
800	4706	1378	1949	1543	412	584	1990	536	737
900	4763	1395	1972	1561	417	591	2014	542	746
1000	4809	1408	1991	1576	421	597	2033	548	753
	α -Ti(hcp) $z=22.0$			Zn(hcp) $z=30.0$			Cd(hcp) $z=48.0$		
75	1304	353	489	991	241	362	932	218	335
100	1461	395	547	1110	270	405	1043	245	375
125	1586	429	585	1205	293	440	1133	266	407
150	1690	457	633	1284	312	469	1207	283	434
200	1852	501	694	1407	342	514	1323	310	476
300	2068	559	775	1571	382	574	1477	346	531
400	2205	596	826	1675	407	613	1575	369	566
500	2298	622	861	1746	424	637	1641	385	590
600	2365	640	886	1796	437	656	1689	396	607
700	2414	653	905	1834	446	670	1724	404	620
800	2452	662	919	1863	453	680	1751	410	630
900	2482	671	930	1885	458	688	1773	415	637

续表

加速电压	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]	[10 $\bar{1}$ 0]	[0002]	[10 $\bar{1}$ 1]
1000	2506	678	939	1903	463	695	1790	419	644
Nd(hcp), $z = 60.0$				Er(hcp), $z = 68.0$					
75	2168	444	755	935	249	339			
100	2428	497	845	1047	278	380			
125	2637	540	918	1137	302	413			
150	2809	575	978	1211	322	440			
200	3079	631	1072	1328	353	482			
300	3438	704	1197	1482	394	538			
400	3665	751	1276	1580	420	574			
500	3819	782	1329	1647	438	598			
600	3930	805	1368	1695	451	615			
700	4012	822	1397	1730	460	628			
800	4076	835	1419	1757	467	638			
900	4125	845	1436	1779	473	646			
1000	4164	853	1449	1796	478	652			
Gd(hcp), $z = 64.0$				Re(hcp), $z = 75.0$					
75	1035	272	374	502	132	185			
100	1119	305	419	562	148	208			
125	1258	331	455	610	161	225			
150	1341	353	485	650	171	240			
200	1469	386	531	713	188	263			
300	1641	431	593	796	210	294			
400	1749	460	632	848	223	313			
500	1823	479	659	884	233	326			
600	1870	493	678	910	240	336			
700	1915	504	692	929	245	343			
800	1945	511	703	943	248	348			
900	1969	518	712	955	252	352			
1000	1987	523	718	964	254	356			

3.2.4 精确测定试样的晶体学取向^[4,7]

晶体学取向的测定一般包括三种情况:

一是试样在未进行倾斜,即处于零倾斜位置时,试样表面垂直于电子束方向,只要精确测定试样膜面法线的取向 F_N 即可。应该指出,从单晶斑点衍射谱测得的晶带指数 $[uvw]$ 只能有条件地视为试样表面的法线,即只有当倒易面 $(uvw)^*$ 严格垂直于电子束入射方向时,方可将 $[uvw]$ 看作试样表面法线。判断倒易面 $(uvw)^*$ 是否严格垂直入射

电子束方向,可以(000)为中心,观察四周处于对称位置的各对斑点是否等强。若呈等强分布,说明试样处于零倾斜状态, $(uvw)^*$ 是平行试样表面的,此时 $[uvw]$ 可视为膜面法线。否则不可以。精确校正试样取向的有效方法是菊池线。利用暗菊池线相对于(000)透射斑的偏离距离 x ,可计算 $[uvw]$ 偏离电子束方向的角度。零偏离下($s=0$),暗线通过(000),亮线准确通过线对相应的 (hkl) 斑点^[9]。当单晶衍射谱不出现菊池线,而呈现不对称分布的多个劳厄带时,也可利用高阶劳厄带的偏离距离,计算上述偏离角度^[4]。但精度不及利用菊池线的校正法。

二是排除 180° 任意性。这是不可忽视的一项校正,而且往往要求在试验现场及时进行。文献[4]的5.3中介绍了借助双晶带电子衍射谱和倾斜技术,解决 180° 不唯一性问题,可供参考。为实现这种校正,要求试验人员有熟练的操作技巧和具备一定的晶体学知识。

三是正确区分薄膜的顶部和底部,以及试样中某一结构特征是向上还是向下。可以利用特殊的衬度效应解决这一问题,贝尔(Bell)和托马斯(Thomas)^[33]指出,当 s 不准确为零时,暗场像的衬度相应于试样顶部和底部的两侧是不对称的。当 $s>0$ 时,底部一侧比顶部一侧有较强的衬度,而 $s<0$ 时,顶部一侧较底部一侧有较强的衬度。此外,根据层错明、暗场像外侧条纹的衬度特征也可确定膜的上、下表面。

正确的试样取向数据对衍衬分析中的许多问题都是必不可少和十分重要的。只有精确测定试样取向后,结构特征(如位错、层错面等)在膜中的倾斜方位以及沉淀相在基体中造成的应力场的方向才能确定,其它各种定量分析也才能进行。如果取向数据不准,将导致分析错误,这在已发表的论文中时有所见,应当引起注意。

3.2.5 试样厚度测定

膜厚是测量点缺陷和位错密度时,必不可少的数据。测量膜厚的方法很多^[9],这里主要介绍几种常用的方法:

1. 根据等厚消光条纹数进行计算

利用等厚消光条纹数目 n 和消光距离 ξ_g ,借助下述公式可以近似计算出条纹所在处的试样厚度 t :

$$t = n\xi_{\text{eff}} = \frac{n}{\left(s^2 + \frac{1}{\xi_g^2}\right)^{\frac{1}{2}}} \quad (3-3)$$

式中 ξ_{eff} 为有效消光距离。在严格的双束条件下,亦即厄瓦球准确通过操作反射的倒易点($s=0$)时, $\xi_{\text{eff}} = \xi_g$,则(3-3)式简化为

$$t = n\xi_g \quad (3-4)$$

2. 借助沉淀相在基体中的惯习取向,利用迹线分析测量厚度

Al-4%Cu合金在一定条件下析出亚稳相 θ' ,面 θ' 总是沉淀析出于立方晶系Al基体

的三个立方 $\{100\}$ 面上,即三个立方 $\{100\}$ 面是 θ' 的惯习面。如果在电镜试验中设法使一个立方面平行于入射方向,其余二个立方面与电子束方向成任意角度,这时得到的衍射谱的带轴方向为 $[hk0]$,由图3-2(a),可知试样厚度 t 为

$$t = \frac{1}{M}(ab)^{\frac{1}{2}} \quad (3-5)$$

式中 M 为图像放大倍数, a 、 b 分别为后两个立方面上的 θ' 相在图像上的投影宽度。一般情况下 $a \neq b$,对应于带轴指数中的 $h \neq k$ 的情况。

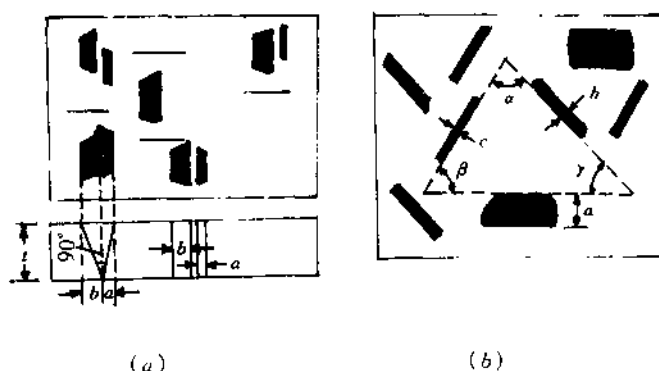


图3-2 通过测量沉淀片的投影宽度测量膜厚,带轴方向
(a) $[hk0]$, (b) $[hkl]$

若带轴方向为任意 $[hkl]$,且 $h \neq k \neq l$,这时将得到图3-2(b)的图像,沉淀片在照片上有三种不同的投影宽度 a 、 b 、 c ,这时膜厚可由下面三个式子之一求得

$$\left. \begin{aligned} t &= \frac{1}{M} \left(\frac{ab}{\cos \gamma} \right)^{\frac{1}{2}} \\ t &= \frac{1}{M} \left(\frac{ac}{\cos \beta} \right)^{\frac{1}{2}} \\ t &= \frac{1}{M} \left(\frac{bc}{\cos \alpha} \right)^{\frac{1}{2}} \end{aligned} \right\} \quad (3-6)$$

由上述公式可知,为了测量膜厚 t ,只需测得两种惯习沉淀片的投影宽度和它们的夹角。如果三个投影宽度和三个夹角都已知,可使膜厚测量结果更精确些。

海门德(M. Von Heimendahl)曾提出过利用针状或杆状沉淀物衍衬像测量厚度的公式^[10]。一般说,只要已知惯习面,即可通过测量沉淀相在衍衬像上的投影宽度和夹角,计算出试样厚度。

上述方法可精确测定膜厚,但必须有合适的第二相沉淀物,因而应用上受到限制。在

不存在合适的第二相沉淀物情况下,可利用平面结构特征的迹线分析方法测定膜厚。

3. 利用平面结构特征的迹线分析法

高温合金中的奥氏体基体在电子束辐照下,局部发生轻微氧化,在上下表面覆盖一层氧化膜,试样中的位错在热应力作用下,沿滑移面 $\{111\}$ 运动。运动中位错的两端可使上下表面的氧化膜破裂,从而沿着运动的路径形成分别位于上下表面的两条平行线。通过电子衍射可求出试样表面的法线指数 $[uvw]$,转角校正后,可确定滑移面的平行线轨迹的方向,相当于 (111) 或 $(1\bar{1}\bar{1})$ 与上下表面的交线。查表可以知道 (111) 或 $(1\bar{1}\bar{1})$ 与 $[uvw]$ 的夹角应为 $\alpha = 35.3^\circ$,由此便可计算出试样厚度:

$$t = \tan \alpha \cdot d \quad (3-7)$$

式中, d 为平行线宽度。

上述过程示意于图 3-3。

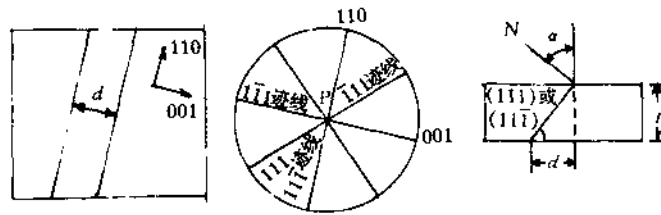


图 3-3 利用位错滑移迹线计算膜厚

第四章 晶体中的位错与层错

4.1 引言

位错(Dislocation)的概念是1934年泰勒(G. I. Taylor)等^[1]最早为解释材料的实验强度和理论强度之间的巨大差异而提出来的。直到22年后的1956年前后,才由博尔曼(W. Bollman)、赫尔什(P. B. Hirsch)和门特(J. W. Menter)等的著名实验直接观察到这种缺陷。20世纪30年代初位错概念提出以后,科学界对实际材料中是否存在这种缺陷,相当一部分学者持怀疑态度。上述著名实验工作的结果,结束了这一争论。并且从这时起极大地推动了在电子显微镜上直接观察位错的工作和位错理论本身的发展,并由此带来了材料强度理论的空前深化。今天,可以说不借助位错理论就不可能完满地解释材料在工程应用中发生的各种力学和物理行为。

位错只是材料内诸多缺陷中的一种,也是最重要的一种。电子显微技术已经成为研究晶体缺陷的最有力的手段之一。它对广泛的科学领域(包括材料科学以外的其它科学领域,如地质、化学、生命科学等)均作出了举世公认的杰出贡献,使得它的发明者德国实验物理学家鲁斯卡(E. Ruska),在他于1932年发明并制成第一台电镜后将近55年后的1986年,仍然获得了崇高的诺贝尔物理奖。此后还相继有多位科学家均因直接或间接从事与电子显微技术有关的工作并作出重大贡献而获得诺贝尔奖。

近代材料科学是建立在电子理论、晶体缺陷理论和电子显微分析技术这三大支柱之上的。晶体缺陷特别是位错理论和电子显微分析技术在现代材料科学中有着举足轻重的作用。这已经是今天广大材料科学工作者的共识。了解和掌握上述三方面的基本知识及与此相关的实验技术,是材料科学工作者必须具备的基本素养。从20世纪50年代至今,在国际知名学术刊物上发表的数以十万计的与材料有关的论文中,凡涉及材料的强化、断裂及其它力学行为的微观机理时,几乎都借助于电镜技术作为直接观察微观结构的主要研究手段。利用电镜技术研究材料中的各种缺陷,特别是位错,已经成为人们最关注的热点问题之一。

为下几章做准备,本章着重介绍位错的基本概念及其相关问题,特别是电镜观察中经常遇到的位错问题。至于位错理论本身的细节不是本书讨论的范围。

4.2 位错的基本概念

4.2.1 位错概念的提出和位错形成几何学

理论计算表明完整晶体的理论切变强度应为 $\frac{G}{2\pi}$,而一般晶体切变模量 $G = 10^4 \sim 10^5$

N/mm^2 , 故 $\frac{G}{2\pi}$ 是一个非常大的值, 它比实际测得的临界切应力要大好几个数量级。由此推测, 实际晶体远不是完整的, 必定存在某种缺陷, 原子并非都位于其理想阵点位置, 某些原子可能偏离其正常平衡位置。这些偏离正常原子位置的畸变中心若连成一条“线”, 便是位错线。单个原子离开平衡位置, 称为空位。在外力或热力学条件下, 许多空位聚集成团或片, 称为空位团或空位片。空位片上下邻接的原子面崩塌, 就形成位错环。

严格说位错线并非一条几何意义上的“线”, 而是一列原子偏离平衡位置形成的“线状应变场”。定量描述这个线状应变场给正常晶体带来畸变大小的量是柏氏矢量 (Burgers Vector), 简记作 b 。根据 b 相对于位错线本身方向 (u) 的关系, 可将位错分为刃型、螺型和混合型三类, 即

刃位错: $b \perp u$

螺位错: $b \parallel u$

混合位错: b 与 u 成任意角度

下面就几类位错的几何学作一简单说明。

1. 刃位错

刃位错的形成过程示意如图 4-1。参看图 4-1(a), $ABDC$ 是滑移面, 晶体在这个面以上的部分受力 f 向左滑动一个原子间距, $EABF$ 为已滑移区, $EFDC$ 为未滑移区, 其边界 EF 周围的原子排列示意如图 4-1(b)。 EF 就是多余半原子面的“刃部”, 称为刃型位错。显然, 晶体中 EF 线附近是一个管状的畸变严重区, 亦即位错应变场区。由图可见:

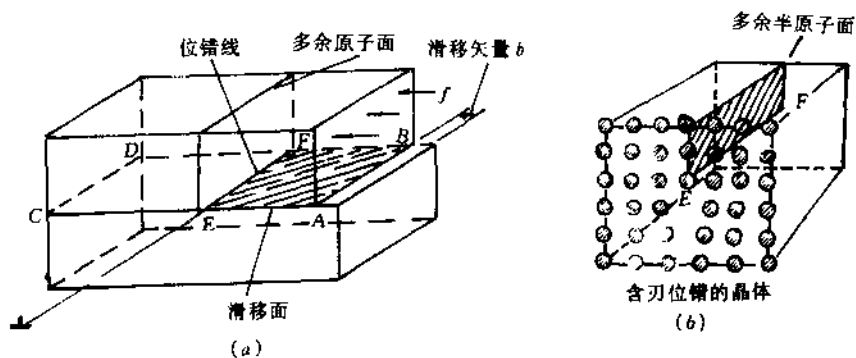


图 4-1 晶体中的刃型位错

(1) 位错线垂直于滑移矢量 b (即上面定义的柏氏矢量), 滑移面就是位错线和 b 组成的平面。位错在晶体中连续运动, 露出晶体表面, 产生宏观可见的滑移线, 滑移线聚集而成滑移带。

(2) 位错线实际是半原子面刃部一条直线, 或者说位错线是由于插入半个原子面, 在晶体中引起的“管状畸变区”的中心线 EF , 这个狭长畸变区, 只有几个原子间距宽。

(3) 图 4-1 画的只是形成刃型位错的一种方式, 其它途径如间隙原子或空位的扩散

也能聚集形成多余半原子面,因此也可以形成刃型位错。

2. 螺位错

螺型位错的形成过程,如图 4-2 所示。在切应力 τ 作用下,晶体的右侧上下两部分相互前后滑动,滑移方向就是 τ 的方向。滑移面是打阴影的 $ABFE$ 面。 EF 是已滑移区 $ABEF$ 和未滑移区 $EFDC$ 的边界,称 EF 为螺位错线,“螺”指这根线周围的原子排列,从 E 向 F 看出是螺旋状连续推进的,如图 4-2(b) 所示。由图 4-2 可见:

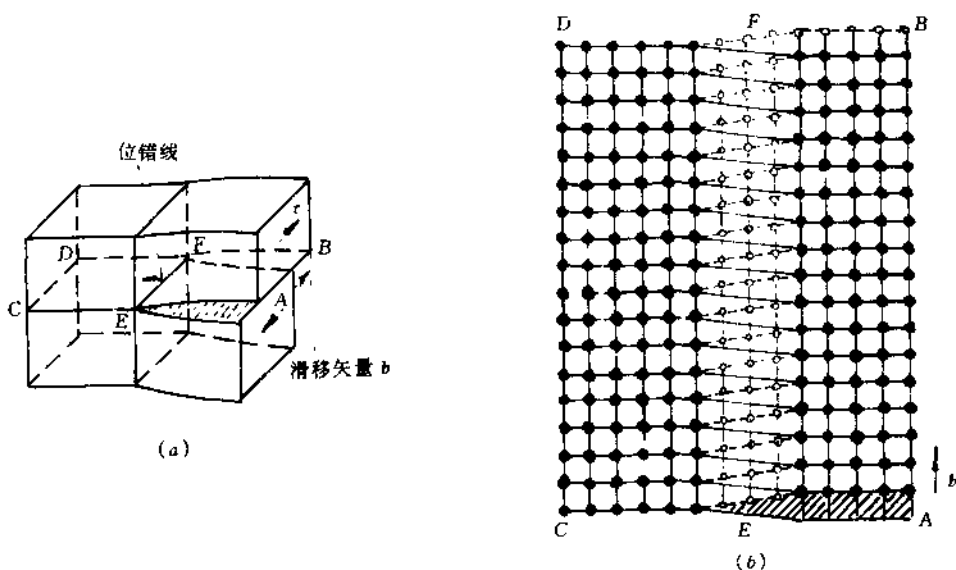


图 4-2 螺位错的形成过程

(1) 螺位错线 EF 平行其柏氏矢量 b , 滑移面是位错线和 b 组成的平面,但它和刃型位错不同,其滑移面不是唯一确定的。

(2) 螺型位错的运动方向垂直于位错线。螺型位错虽不引起体积膨胀和收缩,但也产生畸变,位错线附近也存在畸变应力场。

3. 混合位错

混合位错的形成过程示意如图 4-3。混合位错的特点是位错线既不与 b 平行,也不与 b 垂直。参看图 4-3(a),在切应力 τ 作用下形成滑移区和未滑移区的边界 EF ,是一根弯曲位错线,称为混合位错线。端点 E 处,位错线与 b 平行,为纯螺位错;端点 F 处,位错线与 b 垂直,为纯刃位错, E 、 F 之间的位错线段与 b 成任意角度。注意混合位错线上任一点的 b 均相同。可以证明:无论何种位错都具有连续性。它的存在状态,或形成闭合位错环,或终止于晶界或其它界面,或在晶体表面露头,却不能中止于晶体内部。衍射分析中应该注意位错的这个重要性质。

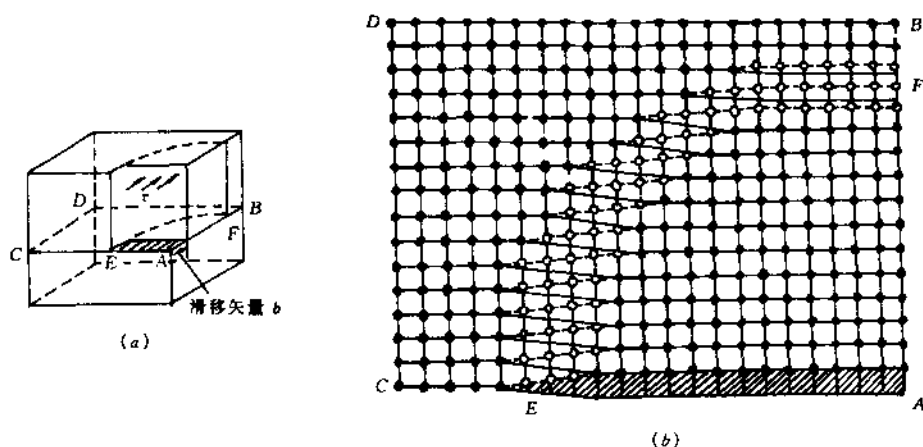


图 4-3 混合位错的形成过程

4.2.2 柏氏矢量 b 的基本性质

1. 柏氏矢量 b 的确定

上述介绍中我们虽然已经引用柏氏矢量这个参量,但未给出严格定义,对这个重要参量的性质也未讨论。为了给读者在今后电镜分析中应用这一参数时有一形象而具体的概念,下面有必要对此作若干补充。

含缺陷晶体是相对完整晶体而言的。因此为了描述含缺陷晶体点阵错排的程度所引入的任何参数,只能通过缺陷晶体与完整晶体点阵排列的比较才能得到,柏氏矢量 b 也正是这样建立起来的。参看图 4-4,其做法是:

(1) 规定位错线的正向 u , 并规定从里向外, 离开图面向外为正向。

(2) 在含缺陷晶体中(图 4-4a、c), 作包围位错的回路, 小箭头所示, 记住步数; 然后以同样步数和回转方向在相应的完整晶体(图 4-4b、d)上作回路, 这时此回路必不封闭, 于是由不闭合回路的终点 F 连向始点 S , 取 $FS = b$ 。

由上述过程可见, 这样定义的柏氏矢量 b 反映了位错周围点阵畸变的总积累(同时包括方向和大小), 而且巧妙地描述了位错的性质。即:

刃位错:	$b \cdot u = 0, b \perp u$		$b \parallel u$
右螺位错:	$b \cdot u = b$		
左螺位错:	$b \cdot u = -b$		

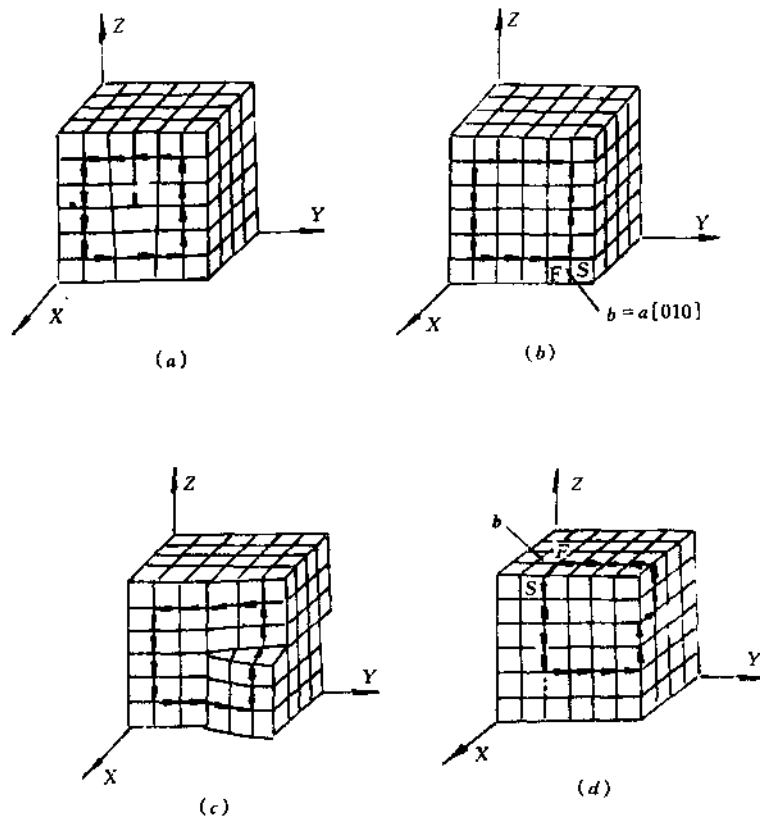


图 4-4 位错回路的建立
(a)(b)刃位错 (c)(d)螺位错

至于混合位错,如图 4-5 所示,

$$\begin{aligned} \text{螺型分量} \quad b_s &= (b \cdot u)u \\ b_s &= b \cos \varphi \\ \text{刃型分量} \quad b_e &= [(b \times u) \cdot e](u \times e) \\ b_e &= b \sin \varphi \\ \text{其中} \quad e &= \frac{b \times u}{|b \times u|} \end{aligned}$$

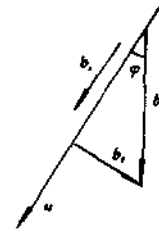


图 4-5 混合位错的柏氏矢量

2. 柏氏矢量守恒性

从作柏氏回路过程可以看出只要求回路沿环绕位错的好区运行,对怎样运行并无规定,可见:

(1) 一根位错不论形状如何, b 是唯一的,即位错线各处 b 均相同,运动到任何地方,即使改变方向, b 也不变。

(2) 若干位错汇集于一结点,则指向结点的位错柏氏矢量之和等于离开结点的柏氏矢量之和。

(3)所有指向或离开同一结点的各柏氏矢量之和等于零。

柏氏矢量的守恒性,说明它是最本质地反映位错性质的基本参量。

3. 关于柏氏矢量的其它问题

实际晶体中的位错类型决定于晶体结构和能量条件。由于单位长度位错线的应变能正比于 b^2 , 因此能量稳定的 b 应是最近邻的两个原子间距, 亦即最短的平移矢量。这种能量上稳定的位错称为全位错, 其 b 总是从原子的一个平衡位置指向另一个平衡位置, 大小往往是密排方向的点阵周期或周期的整数倍。

常见 FCC(面心立方)晶体的全位错, $b = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$; BCC(体心立方)晶体的全位错, $b = \frac{a}{2} \langle 111 \rangle$ 。 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ 都是密排方向。区别于全位错, 另一类能量较高, 不太稳定的位错是不全位错, 或称“部分位错”或“偏位错”。不全位错的柏氏矢量 b 不是晶体点阵周期的整数倍。例如 FCC 晶体中的不全位错 $b = \frac{a}{6} \langle 112 \rangle$ 或 $\frac{a}{3} \langle 111 \rangle$, BCC 晶体中的不全位错 $b = \frac{a}{6} \langle 111 \rangle$ 或 $\frac{a}{3} \langle 111 \rangle$ 。

4.3 典型金属中的位错

4.3.1 面心立方金属中的位错—汤普森(Tompson)作图法^[12]

用此作图法可以将面心立方晶体中的全位错和不全位错以及可能的位错反应全部表示出来。方法是:

以 $[100]$ 、 $[010]$ 和 $[001]$ 为坐标轴, 以面心立方三个相互垂直、交于原点的三个面的面心和原点为顶点作四面体 ABCD, 如图 4-6(a)。D 是坐标原点。四面体的四个面表示面心立方晶体的四个滑移面:

$$BCD \text{ 面}(a \text{ 面}) = (1\ 1\ \bar{1})$$

$$ADC \text{ 面}(b \text{ 面}) = (1\ \bar{1}\ 1)$$

$$ADB \text{ 面}(c \text{ 面}) = (\bar{1}\ 1\ 1)$$

$$ABC \text{ 面}(d \text{ 面}) = (1\ 1\ 1)$$

四面体的六根棱表示 FCC 晶体的 6 根全位错。将上述四面体展开, 如图 4-6(b), 可看出展开图中四个小三角形的边即 6 根全位错:

$$DB = \frac{1}{2} [1\ 0\ 1]$$

$$DC = \frac{1}{2} [0\ 1\ 1]$$

$$DA = \frac{1}{2} [1\ 1\ 0]$$

$$AB = \frac{1}{2} [0\ \bar{1}\ 1]$$

$$BC = \frac{1}{2} [\bar{1}\ 1\ 0]$$

$$AC = \frac{1}{2} [\bar{1}\ 0\ 1]$$

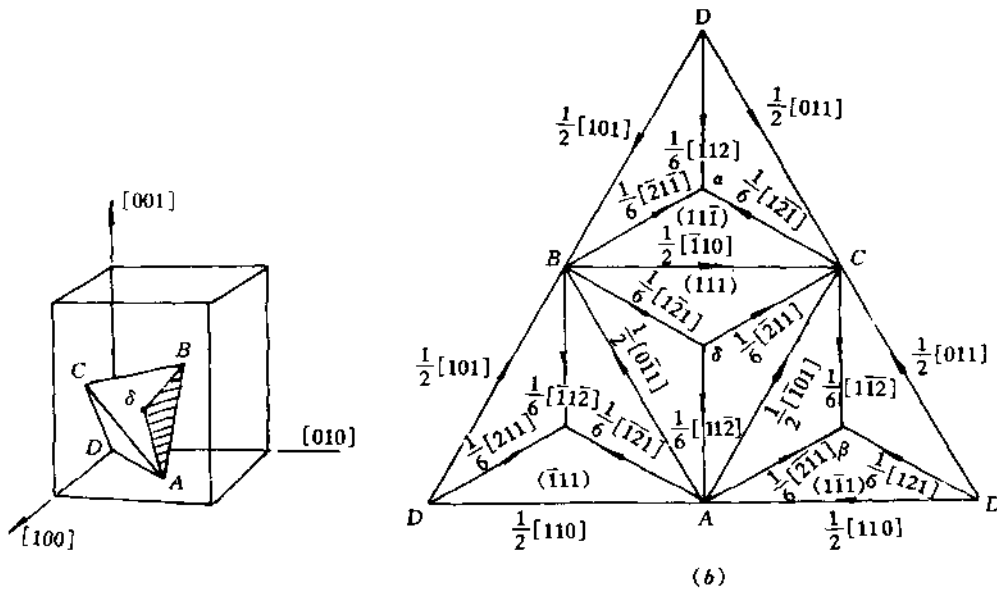


图 4-6 表示 FCC 晶体中全位错和不全位错的 Thompson 作图法

加上它们的反方向,共 12 根全位错。令每个三角形的心为 α 、 γ 、 β 、 δ ,连结小三角形的顶点至 α 、 γ 、 β 和 δ 的矢量,便是 FCC 中的全部不全位错:

$$\begin{aligned}
 D\alpha &= \frac{1}{6}[1\ 1\ 2] & C\beta &= \frac{1}{6}[1\ \bar{1}\ \bar{2}] \\
 B\alpha &= \frac{1}{6}[\bar{2}\ 1\ \bar{1}] & A\beta &= \frac{1}{6}[\bar{2}\ \bar{1}\ 1] \\
 C\alpha &= \frac{1}{6}[1\ \bar{2}\ \bar{1}] & D\beta &= \frac{1}{6}[1\ 2\ 1] \\
 B\gamma &= \frac{1}{6}[\bar{1}\ 1\ \bar{2}] & A\delta &= \frac{1}{6}[\bar{1}\ \bar{1}\ 2] \\
 D\gamma &= \frac{1}{6}[2\ 1\ 1] & B\delta &= \frac{1}{6}[\bar{1}\ 2\ \bar{1}] \\
 A\gamma &= \frac{1}{6}[\bar{1}\ \bar{2}\ 1] & C\delta &= \frac{1}{6}[2\ \bar{1}\ \bar{1}]
 \end{aligned}$$

考虑到它们的反方向,一共 24 根不全位错。

从 Thompson 图形,很容易找到可能的全位错分解反应式。例如在 $\triangle ADC$ 和 $\triangle CAB$ 中可找到下述反应:

$$\begin{aligned}
 CA &\rightarrow C\beta + \beta A & \text{即} & \quad \frac{a}{2}[1\ 0\ \bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[1\ \bar{1}\ \bar{2}] + \frac{a}{6}[2\ 1\ \bar{1}] \\
 CA &\rightarrow C\delta + \delta A & \text{即} & \quad \frac{a}{2}[1\ 0\ \bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[2\ \bar{1}\ \bar{1}] + \frac{a}{6}[1\ 1\ \bar{2}]
 \end{aligned}$$

4.3.2 密排六方金属中的位错—玻赞(Berghzan)作图法^[13]

如图4-7所示, OCA 是六方密排单胞底面上的一个三角形。 O 为单胞底面的中心。 σ 是所选取 OCA 三角形的中心。取 $O\sigma$ 为 p , $OA = a$, $AB = c$ 。另取 S 、 T 为 $\triangle OCA$ 中心 σ 所对应的上下两个原子层上的原子, S 、 σ 、 T 连结的直线垂直于 $\triangle OCA$, 即 $S\sigma = \frac{c}{2} = \frac{1}{2}AB$ 。

六面体 $OCAST$ 加 AB 、 OB 两条直线可以全部包括密排六方结构晶体的全位错和不全位错(a 、 c 为密排六方的点阵常数)。

1. 全位错

(1) OC 型, 长度为 a ; 六条: 即 OC , CO , OA , AO , AC , CA ; 其 b 、三指数表示为 $\langle 100 \rangle$ 或 $\langle 110 \rangle$, 四指数表示为 $\frac{1}{3}\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$;

(2) ST 型(即 AB 型), 长度为 c ; 两条: ST , TS ; 其 b 、三指数表示为 $\langle 001 \rangle$, 四指数表示为 $\langle 0001 \rangle$;

(3) OB 型, 长度为 $|a+c|$; 十二条: 即 OB , BO , OD , DO , EO , OE , OF , FO , OG , GO , OH , HO ; 其 b 、三指数表示为 $\langle 101 \rangle$ 或 $\langle 111 \rangle$, 四指数表示为 $\frac{1}{3}\langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$ 。

以上共全位错三种类型, 20 条。

2. 不全位错

全部限于打阴影线的竖三角形 $\triangle O\sigma S$ 中:

(1) $O\sigma$ 型, 长度为 p ; 六条: 即 $O\sigma$, σO , $C\sigma$, σC , $A\sigma$, σA ; 其 $b = \frac{1}{3}\langle 1\bar{1}00 \rangle$, 位于基面上, 可以由 $OC \rightarrow O\sigma + \sigma C$ 产生。

(2) σS 型, 长度为 $\frac{1}{2}c$; 四条: σS , $S\sigma$, σT , $T\sigma$; 其 $b = \frac{1}{2}\langle 0001 \rangle$, 它们是另两个不全位错复合的结果, 如 $\sigma S \rightarrow \sigma O + OS$ 。

(3) OS 型, 长度为 $\left| p + \frac{c}{2} \right|$; 十二条: AS , CS , OS 及其反方向, AT , OT , CT 及其反方向; 其 $b = \frac{1}{6}\langle 20\bar{2}3 \rangle$, 倾斜于基面。它们是另外两个不全位错复合的结果, 如 $OS \rightarrow O\sigma + \sigma S$ 。

以上共不全位错三种类型, 22 条。

在层错能低的六方金属, 如钴、锌、镉中, 我们曾观察到(1)型全位错(OS 型)分解为一个(1)型不全位错($O\sigma$ 型)和一个(2)型不全位错(σS 型)的反应^[104]: $OS \rightarrow O\sigma + \sigma S$ 。

4.3.3 全位错分解、层错、扩展位错

许多金属材料在生长过程或外力作用下, 可以发生不同于正常排列顺序的一种错排, 形成面缺陷, 称为层错。和位错一样, 它们也是材料中经常出现的一种缺陷。这种面缺陷

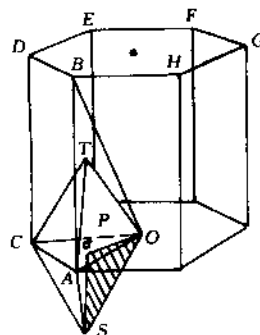


图4-7 表示密排六方晶体中全位错和不全位错的 Berghzan 作图法

和材料的力学性能有非常密切的关系,受到材料工作者的关注,也成为电镀工作者经常观察研究的对象。

层错的形成总是和位错的分解反应直接相关,全位错分解为不全位错,后者正是层错和完整晶体的边界。通常把不全位错和它们之间的层错统称为扩展位错。

1. 面心立方晶体中层错与扩展位错

(1) 面心立方晶体中层错基本类型。

面心立方金属密排面 $\{111\}$ 的正常堆垛顺序是 $ABCABCABC\cdots$,如图4-8(a)的左上图,正常的排列是先排A $\odot$,次排B ∇ ,再排C $\blacktriangle$,如果排完A、B里两层后,不排C,却

接排ABC,则形成顺序为 $ABCABABCA\cdots$,则中间出现了薄层BA,这就是层错。或在B后插进一个“A”层,排成新的顺序如 $ABCABACABC$,则出现了错排BAC三层,这也是

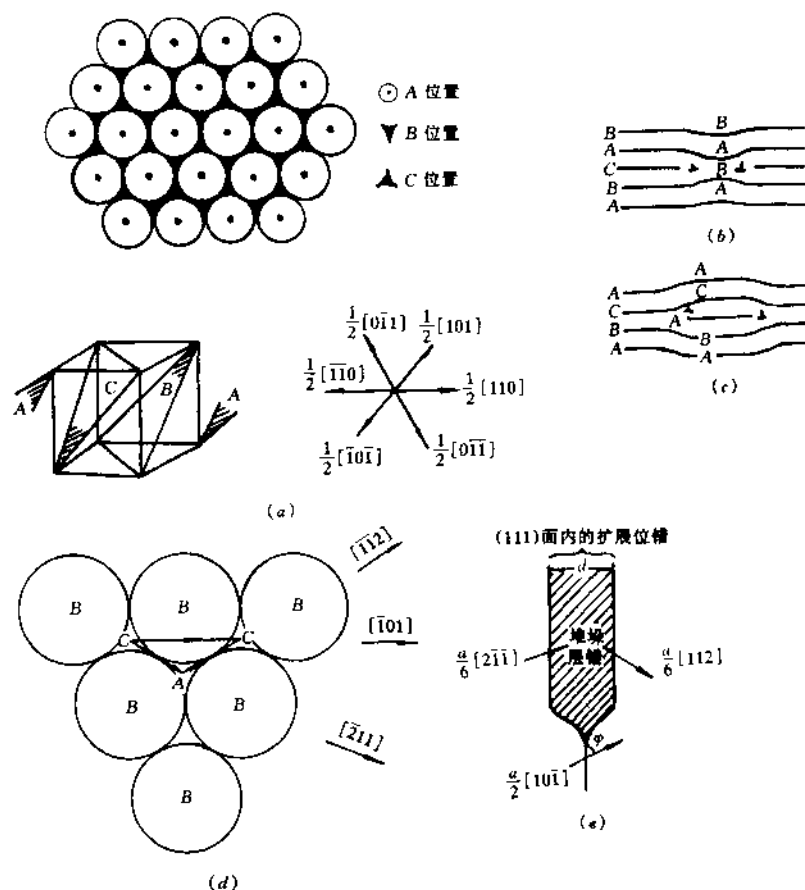


图4-8 面心立方晶体中层错的形成

(a) FCC 结构 $\{\bar{1}11\}$ 密排面原子配置 (b) 抽出型层错 (c) 插入型层错 (d) C 层原子沿 $[\bar{2}11]$ 方向滑移

$\frac{1}{6}[\bar{2}11]$ 形成层错 (e) 全位错 $\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$ 分解为 $\frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ 和 $\frac{a}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$ 两个不全位错

层错。前者相当于正常顺序中在 BA 之间抽出了 C 层；后者相当于在正常顺序 ABC 中的 BC 之间插入了 A 层。前者称为抽出型层错，后者称为插入型层错。前者也相当于合金中由于某种原因形成一个空位片层，随后它上面的 A 层和下面的 B 层崩塌，向中心挤压，

C
↑

于是就形成了 ABCA BABCABC 的排列，如图 4-8(b)。后者相当于正常的 ABCABC… 排列中，从别处扩散来许多溶质原子，并形成多余的 A 原子片层，并塞进了正常的 ABCABCABC… 顺序中的 BC 之间，使得中央部分出现了 BAC 这样的三层错排。

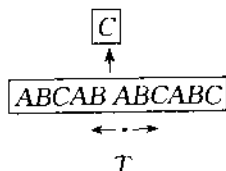
我们注意到形成层错之后，在图 4-8(b)(c)两图标有“⊥”处，相对于其左右的正常排列 ABCABC 来说，显然发生了原子位移，而这种位移不是点阵周期的整数倍，即此处出现了不全位错，称为 Frank 不全位错，其 $b = \pm \frac{1}{3} \langle 111 \rangle$ ，为纯刃型位错。还有另一种形成层错的方式：通过密排面原子的定向切变滑移，也能改变密排面的正常排列顺序。切变滑移量为 $b = \frac{1}{6} \langle 112 \rangle$ ，是为 Schockly 不全位错。如图 4-8(d)所示。把 $(\bar{1}11)$ 面上任一层原子中的各 C 位置的原子均沿 $[\bar{2}11]$ 方向滑移 $\frac{1}{6}[\bar{2}11]$ 距离达到相应的 A 位置，

C
↑

此 C 层以上各层原子作顺序滑移： $A \rightarrow B \rightarrow C \rightarrow A$ ，这样便得到了 ABCA BABCABCA… 顺序。这和上述抽出 C 层的结果是相同的。

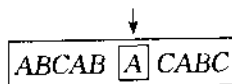
除上述最常见的层错外，还有一种情况是按正常的 ABCABC 排列后，C 后不排 A 位置，而按 BACBACBA… 的顺序排成下述顺序：ABCAB C BACBA…，可以看出，以 C 为中心，左右侧的排列是镜向对称的。这实际是一种孪晶的堆垛顺序。综上所述，可将面心立方中的层错归纳为：

①抽出型(又称内禀型)：



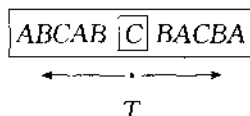
抽出 C 层，T 为一以 A 为镜面的孪晶薄层，顺序错排者为 BA 两层。

②插入型(又称外禀型)：



插入 A 层，错排顺序者为 BAC 三层。

③反映型(即通常的孪晶)：



中间的 $\boxed{C}$ 层以后各层以 $\boxed{C}$ 为镜面呈镜向反映排列,即通常的孪晶排列。

如何从位错的角度来理解层错的形成呢?参看图 4-8(d),考虑沿 $\{111\}$ 面滑移的情况,若晶体以全位错的 $b = \frac{a}{2}[\bar{1}01]$ 沿图面(即 $\{111\}$)向右滑移,则 C 层原子应从左 C 滑至右 C。这需要越过一个 B 原子“脊”,能量上支付太大。若采取另一途径:先从左 C 滑至右下方的 A,再滑向右上方的右 C,分两步走,仍可达到原来的目的:从左 C 达到右 C。这就是 $\frac{a}{2}[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{2}11] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$,此即图 4-6(b)中 $AC \rightarrow \delta C + A\delta$ 的。这从能量上考虑是可行的,因为 $\left\{\frac{a}{2}[\bar{1}01]\right\}^2 > \left\{\frac{a}{6}[\bar{2}11]\right\}^2 + \left\{\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2]\right\}^2$,即 $\frac{a^2}{2} > \frac{a^2}{6} + \frac{a^2}{6}$ 。

从图 4-8(d)可知, $\frac{a}{6}[\bar{2}11]$ 和 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$ 两不全位错之间的夹角为 $60^\circ (< \frac{\pi}{2})$,它们之间有一斥力,因相斥而分开,中间夹着一片层错,两不全位错加它们中间的层错便是扩展位错,如图 4-8(e)。

两不全位错之间的宽度,称为扩展位错的宽度 d 。这是一个与材料晶体结构有关的参数,它与层错能的大小有关。因为 FCC 中层错区的排列 ABAB 正好是六方密排晶体的排列顺序,它区别于面心立方的排列顺序 ABCABC...,可见形成层错所需之能量正好是形成这两种晶体结构的能量之差。层错能的意义和定义下面将要谈到。

层错有尽可能降低其表面能的趋势,这就需要把不全位错之间的间距 d 尽可能缩小。即层错给予两不全位错一个吸力,不全位错的弹性斥力反过来力图使扩展位错的宽度 d 增大,当吸力与斥力达到平衡时,就决定了扩展位错宽度。两平行不全位错间的相互作用力可表示为:

$$F = \frac{Gb_1b_2}{8\pi kd} \quad (4-1)$$

G 为材料切变模量。形成单位面积层错所需的能量 γ ,即层错能。即当 $F = \gamma$ 时,可获得平衡的扩展位错宽度 d :

$$d = \frac{Gb_1b_2}{8\pi k\gamma} \quad (4-2)$$

式中 k 是一个决定于分解反应前全位错类型的常数,它与 γ 有如下关系:

$$\frac{1}{k} = \frac{2-\gamma}{1-\gamma} \left(1 - \frac{2\gamma}{2-\gamma} \cos\varphi \right) \quad (4-3)$$

φ 是全位错 b 与位错线的夹角(见图 4-8(e))。由(4-2)式可见,扩展位错宽度 d 与层错能 γ 成反比,层错能愈高, d 愈小。同是面心立方金属,由于层错能不同,电镜上观

察到的扩展位错宽度是不同的。如奥氏体不锈钢的层错能很低, $\gamma = 1.31 \times 10^{-5} \text{ J/cm}^2$, 经常可以观察到扩展得很宽的层错, d 可以达到几十甚至上百个原子间距的宽度。而铝因为层错能很高, 扩展宽度仅有 1~2 个原子间距, 实际上观察不到层错的存在。

(2) 扩展位错与束集。

当扩展位错的局部区域遇到障碍, 包括细小的第二相粒子或杂质原子、位错林等, 这些区域能量升高, 扩展位错在此处宽度缩小, 甚至成为节点称为束集, 如图 4-9 的 C 点。此处原来分解了的两个不全位错重新合并成为全位错。

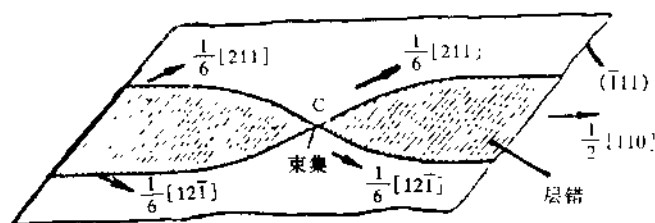


图 4-9 扩展位错在障碍处收缩成为束集

形成束集所需之能量由三方面提供: 一是不全位错间距缩小, 二是束集附近位错形成弧线所增加的应变能, 三是因位错线增长而增加的能量。

由于不同金属的扩展位错的平衡宽度不同, 故束集能也各异, 夏克 (G. Schock) 和西格 (A. Seeger)^[15] 测得铝和铜的束集能是:

$$\text{Al: } \gamma_d = 0.21 \text{ eV}, \quad \gamma_{\text{束}} = 0.11 \text{ eV}$$

$$\text{Cu: } \gamma_d = 3.9 \text{ eV}, \quad \gamma_{\text{束}} = 0.84 \text{ eV}$$

束集能愈大, 束集形成愈困难。

(3) 扩展位错与交滑移。

Shockly 不全位错只能在确定的某一 $\{111\}$ 面上滑移, 如果要滑移到别的 $\{111\}$ 面上 (交滑移), 首先扩展位错要先形成束集, 再发展成一段长度为 $2L_0$ 的全位错 (图 4-10(a)), 此全位错才可向另一个 $\{111\}$ 面上滑移和扩展, 图 4-10(a)、(b)、(c) 说明了这一过程。

在交滑移全过程中, 相应于图 4-10(a) 状态所需的激活能为:

$$E = E_c + 2L_0 E_0 \quad (4-4)$$

式中 E_c 为束集能, E_0 为单位长度扩展位错合并成全位错所需之能量。全位错长度达不到 $2L_0$ 不能在新滑移面上运动。这正好说明了宏观实验时达不到临界切应力就不能开始滑移的现象。由此也可以理解扩展位错的交滑移要比一般全位错的交滑移要困难得多。

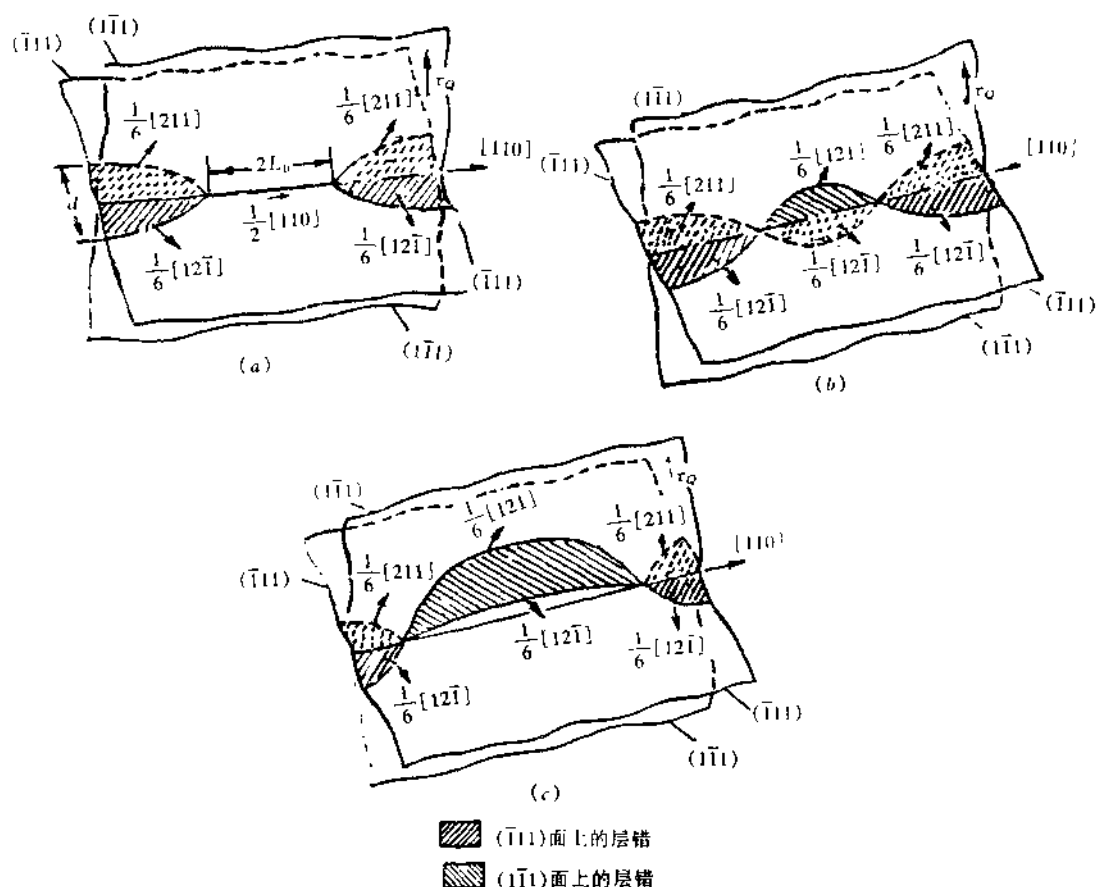


图 4-10 FCC 晶体中扩展位错的交滑移过程

金属的层错能愈低,扩展位错宽度愈大,束集愈困难,交滑移愈难。反之,层错能愈高,易于交滑移。由此可以解释面心立方金属形变过程的许多现象。例如奥氏体不锈钢,层错能很低,交滑移困难,使得即使在大变形量下,位错也只局限在滑移面上。面像铝这样的高层错能金属,位错则易于通过交滑移,使大部分螺位错滑移到相交的滑移面上,排列成小角晶界。由此可见,层错能是决定材料形变过程位错组态的重要参数。

2. 体心立方晶体中的层错与扩展位错

如上所述,孪生是面心立方晶体中最简单的层错,体心立方晶体中也是如此。

(1) 体心立方晶体中的孪晶。

体心立方晶体孪生面是 $\{112\}$,孪生方向(原子切变方向)是 $\langle 111 \rangle$ 。当然和面心立方晶体一样,其切变矢量也非恒点阵矢量,随距孪生面的不同层面而异。但这种切变也应该是引向低能位置且具有晶体学意义的矢量。

首先让我们考察体心立方 $\{112\}$ 面的原子堆垛顺序,如图 4-11。图 4-11(a)是两个 BCC 单胞重叠在一起,用以表示 $(\bar{1}1\bar{2})$ 各原子层的堆垛顺序示意图。图 4-11(b)则

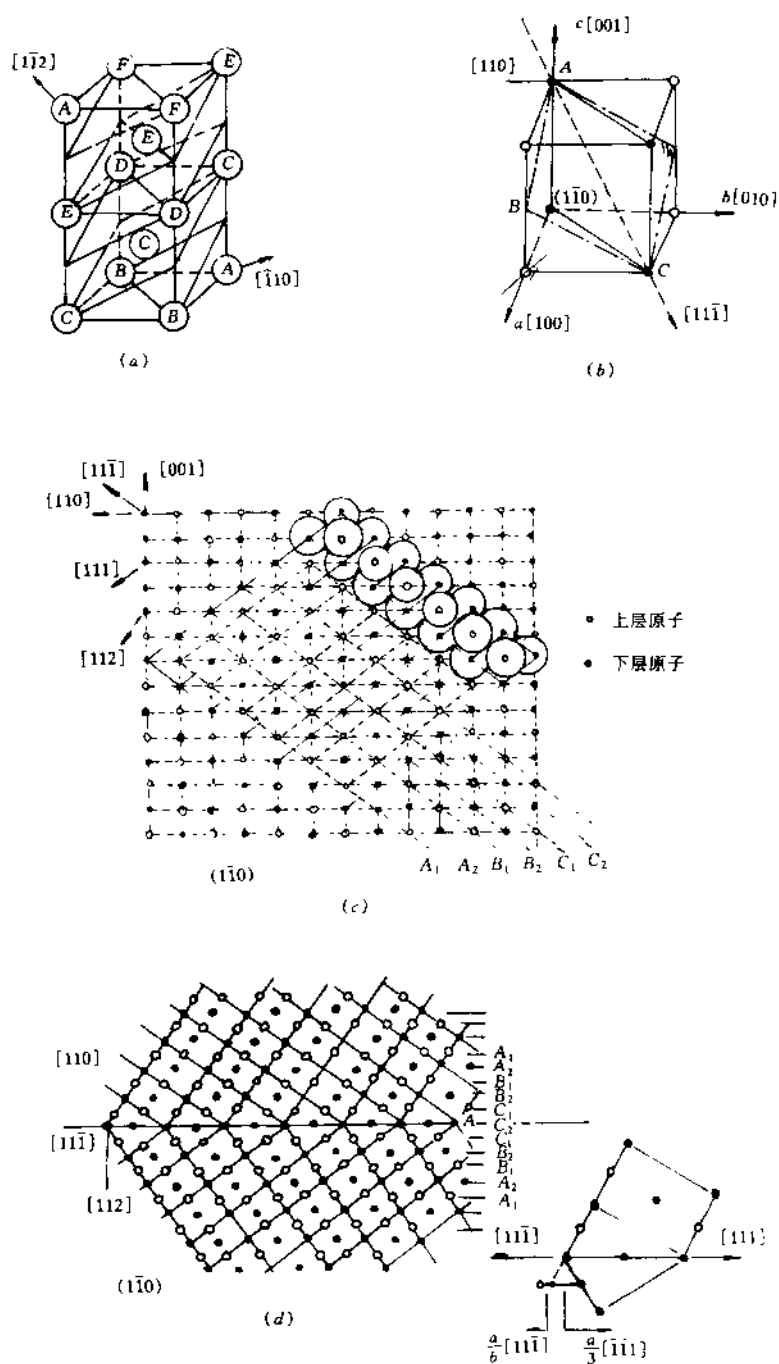


图 4-11 体心立方晶体的原子面堆垛顺序及其孪晶的形成

(a) BCC $(\bar{1}1\bar{2})$ 中各层堆垛顺序 (b) BCC 晶体中的一个单胞 (c) 体心立方晶体原子排列在 $(1\bar{1}0)$ 面上的投影 (d) 体心立方晶体在 $(1\bar{1}0)$ 面上沿 $[11\bar{1}]$ 方向位移或 $\frac{a}{6}[11\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}1]$ 形成孪晶

是 BCC 晶体一个单胞内的原子分布图,此图显示孪生面 $\{112\}$ 和孪生方向。图中绘出了包含密排方向 $[11\bar{1}]$ 并垂直于 (112) 面的晶面 $(1\bar{1}0)$ 。将 $(1\bar{1}0)$ 面躺平,原子在 $(1\bar{1}0)$ 面上的投影如图 4-11(c),“ $\circ$ ”和“ $\cdot$ ”分别代表上下两层的原子。图中由左上指向右下方的实线是 (112) 面在 $(1\bar{1}0)$ 面上的投影迹线。体心立方晶体 (112) 面各原子层的堆放顺序是: $A_1A_2B_1B_2C_1C_2A_1A_2B_1B_2C_1C_2\cdots$, 在图 4-11(a)中表示为 $ABCDEFAB\cdots$ 。每两个相邻的 (112) 面的间距为 $\frac{a}{6}[112]$, 但彼此相对位移一个矢量,此矢量在 $[11\bar{1}]$ 和 $[1\bar{1}0]$ 方向的分量分别为 $\frac{a}{6}[11\bar{1}]$ 和 $\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$ 。图 4-11(d)绘出了体心立方晶体的一个 $\frac{a}{6}[11\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}]$ 孪晶在 $(1\bar{1}0)$ 面的原子排列投影图。图中的 AC' 线即图 4-11(b)的 AC 线。此孪晶是以 C_2 表示的 (112) 为镜面, $(1\bar{1}0)$ 面的原子沿 $[11\bar{1}]$ 方向滑移 $\frac{1}{6}[11\bar{1}]$ 或沿反方向滑移 $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}]$ 而形成的(见图 4-11(d)右下插图),可见孪晶的切变为

$$\frac{\frac{a}{6}[11\bar{1}]}{\frac{a}{6}[112]} = \frac{1}{\sqrt{2}} \quad \text{或} \quad \frac{\frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}]}{\frac{a}{3}[112]} = \sqrt{2}$$

这和莫特(N. F. Mott)1951 年在 $\alpha\text{-Fe}$ 中的观察结果一致^[16]。

(2)体心立方晶体中全位错的分解与层错。

①体心立方晶体中全位错的分解。

体心立方金属的滑移方向是 $\langle 111 \rangle$, 全位错柏氏矢量是它在这个方向的最短点阵矢量 $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ 。但体心立方的滑移面不像面心立方金属那样是固定的, 而有三种类型滑移面, 即: $\{110\}$ 、 $\{112\}$ 和 $\{123\}$, 它们都包含有 $\langle 111 \rangle$ 方向。 $\{110\}$ 和 $\{112\}$ 面各有三个同族面, $\{123\}$ 面则有六个同族面相交于一个 $\langle 111 \rangle$ 方向。这就使得体心立方金属经常出现交滑移的情况。因而电镜观察中经常看到波纹状的滑移线。容易交滑移, 说明层错能很高, 很难看到扩展位错, 即使有, 也可能非常窄, 一般电镜衍衬观察分辨率下不易察觉。迄今未见这方面的报道。

体心立方金属中还有一种次短全位错 $a\langle 100 \rangle$, 若按下式分解:

$$a[100] \rightarrow \frac{a}{2}[111] + \frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{1}] \quad (4-5)$$

容易计算反应前后的能量分别为 a^2 和 $\frac{3}{2}a^2$, 反应使得能量升高, 故不可能进行。但是下述反应却可以自动进行:

$$\frac{a}{2}[111] + \frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{1}] \rightarrow a[100] \quad (4-6)$$

$$a[100] + a[010] \rightarrow a[110] \quad (4-7)$$

值得指出, 有一个实验事实表明体心立方晶体中的全位错仍然存在着分解的可能性。

即它的滑移不对称性,晶体单向压缩和同一晶向拉伸时可观察到不同的滑移面。这说明在某一滑移面上沿某一方向运动所需之切应力与在此滑移面上沿相反方向运动所需之切应力是不同的。由此推测体心立方金属中全位错芯区的原子弛豫状况是不对称的。这种位错芯区弛豫不对称,说明在一定外力条件下,全位错仍然可能分解。在 $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ 全位错的诸多可能分解方式中,从能量上考虑,最可能的分解应是形成 $\frac{a}{6}\langle 111 \rangle$ 不全位错的那些分解。因为从能量上考虑,下述反应是可以自动进行的:

$$\frac{a}{2}[11\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{3}[11\bar{1}] + \frac{a}{6}[11\bar{1}] \quad (4-8)$$

$$\frac{3}{4}a^2 > \frac{a^2}{3} + \frac{a^2}{12} = \frac{5}{12}a^2$$

能量从左边的 $\frac{3}{4}a^2$ 降低到右边的 $\frac{5}{12}a^2$ 。

体心立方晶体中 $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ 型全位错的分解,文献[17]曾有过较为详尽的分析,主要结论如下:

按(4-8)式,若 $\frac{a}{6}[11\bar{1}]$ 沿 $\{112\}$ 扩展,将形成如图4-14(a)所示的孪晶薄层。但此时的领先位错为 $\frac{a}{3}[11\bar{1}]$,此方向正好是孪生的逆方向,原子错排严重,层错能很高,分解将是不稳定的。

若全位错平行于 $[111]$,则为纯螺位错,分解可按下式进行:

$$\frac{a}{2}[111] \rightarrow \frac{a}{6}[111] + \frac{a}{6}[111] + \frac{a}{6}[111] \quad (4-9)$$

三个 $\frac{a}{6}[111]$ 位错分别扩展到三个相交的 $\{112\}$ 面上,如图4-12(a、b),此时分解后的位错组态极不稳定,以致常转变成非对称分布,如图4-12(c)。

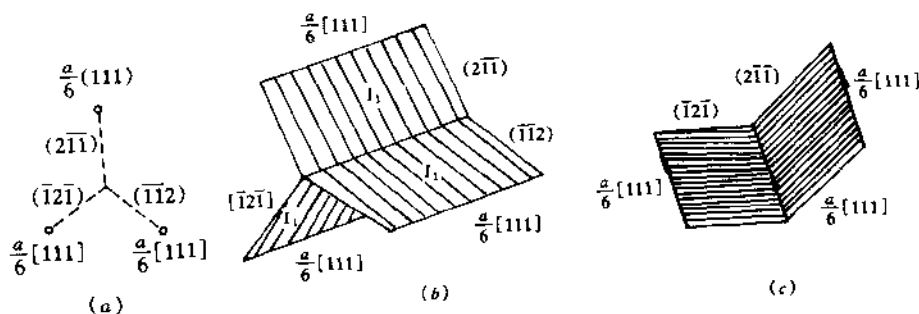


图4-12 体心立方晶体中全位错 $\frac{a}{2}[111]$ 的三分解方式

全位错 $\frac{a}{2}[111]$ 在 $[110]$ 上运动, 可以通过下述反应完成:

$$\frac{a}{2}[111] \rightarrow \frac{a}{8}[110] + \frac{a}{4}[112] + \frac{a}{8}[110] \quad (4-10)$$

$$b \rightarrow b_1 + b_2 + b_3$$

如图 4-13 所示。

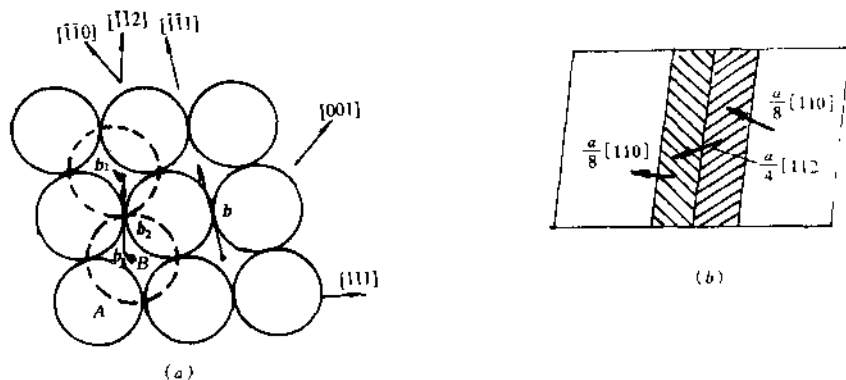


图 4-13 体心立方晶体中 $\frac{a}{2}[111]$ 全位错的分解方式之一

$$\frac{a}{2}[111] \rightarrow \frac{a}{8}[110] + \frac{a}{4}[112] + \frac{a}{8}[110]$$

②体心立方晶体中的层错。

体心立方晶体完整晶体的 $\{112\}$ 面堆垛顺序为 $A_1A_2B_1B_2C_1C_2A_1\cdots$ (图 4-11(c))。 (有时也记作 $ABCDEF A\cdots$, 图 4-11(a))。当 $\{112\}$ 面堆垛顺序发生错排时便形成层错, 有三种情况:

第一种情况:

参看图 4-11(c), 正常排列顺序中, 若 C_1 层上面的晶体相对下面晶体作 $\frac{a}{6}[11\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}1]$ 位移, 便产生内禀层错, 如图 4-14(a), 其顺序是:

$$\cdots A_1A_2B_1B_2C_1C_2 \begin{array}{|c|c|} \hline C_1 & C_2 \\ \hline \end{array} A_1A_2B_1B_2C_1C_2\cdots$$

$$\xleftarrow{\quad T \quad} \xrightarrow{\quad}$$

这相当于正常顺序中插进 C_1 、 C_2 两层。面 $T: C_2C_1C_2$ 正好是一个三原子层的薄层孪晶。这相当于面心立方晶体中的插入型层错。

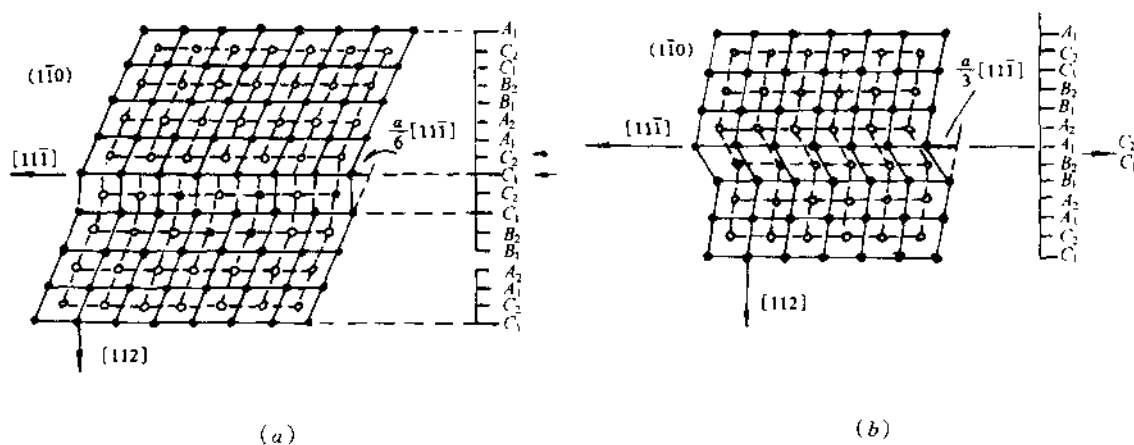


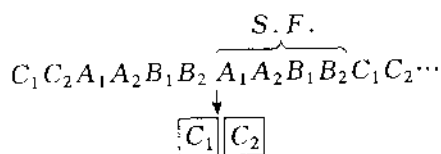
图 4-14 体心立方晶体中层错的形成

(a)通过滑移形成的插入型内禀层错 (b)通过滑移形成的抽出型

外禀层错(另一类为典型孪晶层错,见 4-11(d))。

第二种情况:

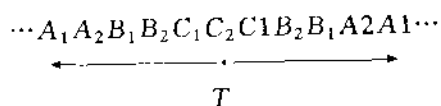
参看图 4-14(b),若正常排列中某 C_1 的原子层作 $\frac{a}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}1]$ 滑移,此时 C_1 层变成了 A_1 层,以后各层顺序位移 $\frac{a}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}1]$,就得到如图 4-14(b)的新排列:



这相当于正常顺序中抽出了 $\boxed{C_1} \boxed{C_2}$,其结果是形成了四层层错 $A_1 A_2 B_1 B_2$ 。这和 FCC 的抽出型层错相当。

第三种情况:

参看图 4-11(d),这是体心立方层错的特例,也是典型的体心立方孪晶排列。形成过程是含中间 $\boxed{C_2}$ 的上半部各层顺序不动,中间 C_2 以下各层 $\{112\}$ 滑移 $\frac{a}{6}[1\bar{1}\bar{1}]$ 或 $\frac{a}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$,于是 $A_1 \rightarrow C_1, A_2 \rightarrow B_2, B_1$ 不动, $B_2 \rightarrow A_2, C_1 \rightarrow A_1 \cdots$ 最终形成下述顺序

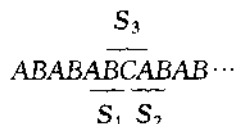


这就是典型的 BCC 孪晶。

3. 密排六方晶体中的层错与扩展位错

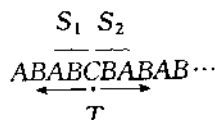
密排六方晶体中的密排面是 (0001) ,整个晶体以它为基面一层一层按 $ABABAB \cdots$ 顺

序堆垛,如果这种顺序在某一层面处遭到破坏,例如在 $ABABAB\cdots$ 系列中出现 ABC 这样的堆垛:



对六方晶体来说 S_1 、 S_2 、 S_3 都是错排,即密排六方晶体中的层错, S_1 、 S_2 、 S_3 实际是面心立方晶体的堆垛方式。也就是说只要如图 4-15 上的 C 位置排上了原子,就出现了层错,不管是正的顺序 ABC (包括 BCA 、 CAB)或逆顺序 CBA (包括 BAC 、 ACB)。

另一种情况是正常的从 $ABABABAB$ 中加入两个面心立方排列如 $ABCBA$,就形成了中间的



$ABCBA$,实际是一个五层孪晶。我们在 WC 硬质合金研究工作^[104]中,在粘结相 Co 中曾经观察到在密排六方的 βCo 中,出现了 ABC 排列的面心立方的胚胎,最终形成稳定的面心立方的 αCo 。即发生了 $\beta\text{Co} \rightarrow \alpha\text{Co}$ 相变。

密排六方晶体在电镜观察时,引起层错衬度的(0001)层数的多少,可从出现 ABC 型(含其逆顺序)的层数减 2 而得。上述两例中提供层错衬度的层数为 $5 - 2 = 3$ 。这个数值在计算层错衬度和计算由于层错引起的系统能量升高时有用。

层错可以以各种方式形成,例如在正常的 $ABABAB\cdots$ 排列中抽出一层或插入一层后,上部分晶体相对于下部分晶体滑移一个距离,只要使某一个 C 位置出现原子即可。也可以由上下两部分晶体相对滑移一个距离再平移,直至 C 位置出现原子。只要在 C 位置插入一层原子,就可实现层错。如果层错部分停留在晶体中心,则层错区和四周完整晶体($ABAB$ 排列)部分的边界,便是不全位错。由此可以得到 4.3.2 中归纳的六方晶体中可能出现的不全位错。

密排六方晶体和面心立方晶体全位错分解有相似之处,两者在滑移面上的全位错都可以各分解为一对 Shockley 不全位错。如在面心立方晶体中有

$$\frac{1}{2}[110] \rightarrow \frac{1}{6}[211] + \frac{1}{6}[1\bar{2}\bar{1}] \quad (4-11)$$

$$DA \rightarrow D\gamma + \gamma A$$

见图 4-6(b)左下方三角形。相应地,在六方晶体中有

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{3}[10\bar{1}0] + \frac{1}{3}[01\bar{1}0] \quad (4-12)$$

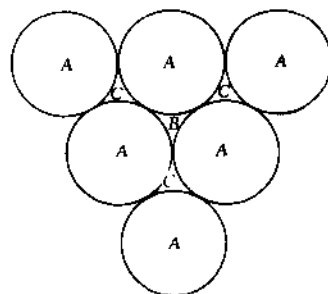


图 4-15 密排六方晶体基面的原子排列有三个原子放置位置 A 、 B 、 C ,但正常情况下 C 处不排原子

它是一个 OC 型全位错分解为两个 $O\sigma$ 型不全位错的反应(图 4-7)。(4-12)式右方两不全位错间夹着一片层错。

它们的不同点是面心立方晶体全位错的 Shockley 分解可以在不同滑移面上进行,而六方晶系的这种分解只能在一个(也只有一个)滑移面即基面上进行。

只要包含有抽出或插入原子面的过程,形成于晶体内部的层错的边界,便是 Frank 不全位错。但是如果抽出(或插入)带平移,则较之纯抽出(或纯插入)不带平移形成的层错,其边界 Frank 不全位错的核心结构是不同的,这就决定了两种不全位错可动性的不同特点。纯抽出(或纯插入)型不全位错只能借助别处来的原子的填充,实现攀移而不能滑移。

对于图 4-7 所示出的密排六方晶体各种不全位错的分析,各类全位错的分解过程,需要针对不同情况具体考虑。这和面心立方中位错的分析过程相同,即先精确测定 b ,再测定 u ,再参照图 4-7 提供的几何关系,确定可能的分解方式。

4.4 金属形变、强化和断裂的位错理论

电子显微技术研究金属与合金的形变过程和强化机理,都涉及到位错理论的应用。本节仅就电镜工作中经常遇到的这方面的若干问题,作一简单介绍。目的在于帮助电镜工作者在分析有关位错衍衬照片时得到一些有益而简明的启示。由于篇幅有限,不可能对应用位错理论解释材料的宏观形变和强化机理作细致的阐述。

4.4.1 金属的范性形变与位错

金属的范性形变有三种基本形式:滑移、孪生和扭折。

1. 滑移过程的位错机制

金属一般都具有一个以上的滑移系统。滑移面和滑移方向组成滑移系统。当晶体取向正好使得沿某一滑移系统上的分切应力达到某临界值时,将发生单滑移形变;若沿多个滑移系统的分切应力都达到某临界值时,则诸滑移系统同时开动,发生多滑移。

常见金属滑移系统如表 4-1~3^[18]。

表 4-1 面心立方与体心立方晶体中的滑移系统

晶体结构	金属举例	滑移面	滑移方向
面心立方	Cu, Ag, Au, Ni, Al	{111}	$\langle 110 \rangle$
	Al(高温下)	{100}	$\langle 110 \rangle$
体心立方	α -Fe	{110}	$\langle 111 \rangle$
		{112}	
		{123}	
	W, Mo, Na (于 $0.08 \sim 0.24 T_g$)	{112}	$\langle 111 \rangle$
	Mo, Na (于 $0.26 \sim 0.50 T_g$)	{110}	$\langle 111 \rangle$
	Na, K (于 $0.8 T_g$)	{123}	$\langle 111 \rangle$
	Nb	{110}	$\langle 111 \rangle$

表 4-2 密排六方晶体中预期和实测的主要滑移面

金 属	c/a 比值	预期滑移面	实测滑移面
Be	1.568	$\{10\bar{1}0\}$	$\{0001\}$
Ti	1.587	$\{10\bar{1}0\}$	$\{10\bar{1}0\}$
Zr	1.593	$\{10\bar{1}0\}$	$\{10\bar{1}0\}$
Mg	1.623	$\{10\bar{1}0\}$	$\{0001\}$
Co	1.623	$\{10\bar{1}0\}$	$\{0001\}$
Co	1.732	$\{0001\}$ 或 $\{10\bar{1}0\}$	
Zn	1.856	$\{0001\}$	$\{0001\}$
Cd	1.886	$\{0001\}$	$\{0001\}$

表 4-3 陶瓷中测出的滑移系统

材 料	结 构 类 型	滑 移 系
C, Ge, Si	金刚石型立方结构	$\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$
NaCl, LiF, MgO	岩盐结构	$\{110\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$
CsCl	氯化铯结构	$\{110\} \langle 001 \rangle$
CaF ₂ , UO ₂ , ThO ₂	萤石结构	$\{001\} \langle \bar{1}10 \rangle$
TiO ₂	金红石结构	$\{101\} \langle 10\bar{1} \rangle$
MgAl ₂ O ₄	尖晶石结构	$\{111\} \langle \bar{1}10 \rangle$
Al ₂ O ₃	六角结构	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$

由最密排面及其上的密排方向组成滑移系统。滑移过程实质是位错沿滑移面运动的过程。位错在晶体中运动需要克服点阵阻力。而位错在密排面上沿密排方向滑动,其柏氏矢量 b 最小,应变能最低。此外,滑移面(密排面)的间距也最大,因面派一纳力小。因此最有利的滑移系统总是在密排面上的密排方向。

密排六方晶体的滑移系统因受 c/a 比值的影响,使得实测结果往往与预期的不一致。例如当 $c/a < 1.633$ 时,密排面并非底面,而是柱面。大量实验数据分析指出,当 $c/a > 1.633$ (1.633 是作理想圆球堆垛的密排六方结构的轴比)时,实测滑移面与预期滑移面基本相符。大多数金属都有许多滑移系,如面心立方有 12 个,体心立方有 12 到 24 个,六方晶系有 3~6 个。究竟哪一个系统先开动,取决于温度和此温度下外力在该系统的分切应力的,只要此值达到一定的临界值,此系统即被开动。温度的作用是不可忽视的,如高温时体心立方金属各滑移系均可开动,低温时却只有最密排面 $\{110\}$ 所构成的滑移系参与滑移。

宏观看到的晶体表面上的滑移带,正是位错在滑移面上定向运动所造成的晶体滑移形变不断积累的结果。实际上,这些滑移带又是由许多滑移线组成的,如图 4-16 所示。实验和理论分析均指出,晶体滑移不可能是一次发生、同步完成的,而是逐步进行的过程,即滑移面上的位错运动开始于晶体结构不完整处,并且是逐步推进的。每向前推进一个柏氏矢量的距离(如平面运动的刃位错),晶体在滑移面上下两部分就要错动一个原子间距(假定 b = 原子间距)。所以只要这根位错没有离开表面,晶体表面上就察觉不到滑动痕迹。但是在外力作用下位错源不断发射新的位错,并沿相同滑移方向运动。大量位错

运动的积累结果必然要在表面上显露出来,这是一个大约包含近 100 个原子间距的台阶(图 4-16(a))。而通常看到的滑移带宽度的尺度是微米数量级,因此它应是许多滑移线重叠的结果。因此,粗略地说,一根滑移线是上百根位错线运动所提供的滑移量,而滑移带则是若干个平行滑移面上的上万根位错运动的贡献。

在 4.3.3 节中我们曾讨论过扩展位错交滑移的问题。这是一个关系材料塑性形变微观过程的重要问题。交滑移是指位错在两个或多个滑移面沿同一滑移方向的滑移,例如面心立方的初次滑移系统是 $(111)[\bar{1}01]$,另外还有一个 $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$ 滑移系,在初次滑移系上运动的位错,在适当的外力条件或在晶体中遇到某种微观障碍时,它们可以交滑移到新的 $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$ 上。密排六方晶体由于基面 $\{0001\}$ 及柱面 $\{10\bar{1}0\}$ 同有一个滑移方向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$,因此也可能发生交滑移。至于体心立方,4.3.3 节也已述及,由于有许多滑移面共一个滑移方向,位错的交滑移更是经常发生,宏观上表现为波浪状滑移线,如 α -Fe。交滑移的实质是螺位错在不改变滑移方向的前提下,从一个滑移面转移到与之相交的另一滑移面的过程。

交滑移现象还与材料的层错能及位错组态直接有关。层错能低的金属,位错容易扩展。且层错能愈低,扩展得愈宽,束集愈困难,而不易交滑移,这时位错组态表现出明显的平面分布特征,如不锈钢中的位错组态(图谱照片[4][11])。层错能高的金属如铁素体(图谱照片[39]),则由于位错难于扩展,加上它的同滑移方向的滑移系较多,极易发生交滑移,呈现胞状结构和缠结的位错组态。

2. 孪生的位错机制

图 4-17 给出了晶体中孪晶和周围母体界面处的点阵匹配情况。它和母体的界面有两种,一是 CV 段,界面处两侧点阵完全匹配,称为共格孪晶界;另一种为 VI 段,两侧晶格不匹配,称为非共格孪晶界。非共格孪晶界可以视为由一系列孪生位错组成的界面,其界面能要高于共格孪晶界。典型的孪晶衍衬像如图谱照片[1]和[11]。

孪生形变时,孪晶区要发生均匀切变,面各个层面的相对位移是孪生方向原子间距的分数。因此孪晶相对于母体位向发生了改变。以前讨论全位错分解为不全位错,不全位错扩展扫过晶区形成层错。从这一思路得到启示,既然由平行于孪生面的定向位移形成孪晶,而位移量

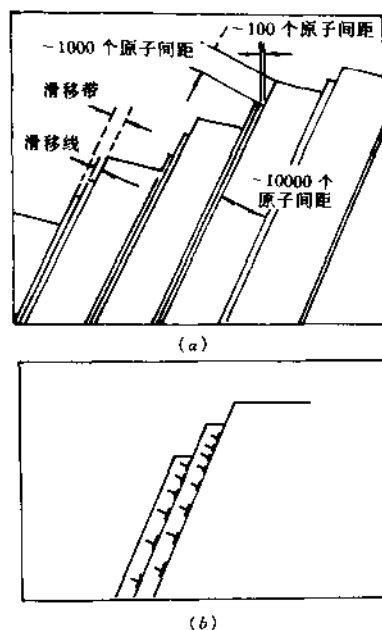


图 4-16 位错的运动
(a) 滑移线、滑移带 (b) 滑移面

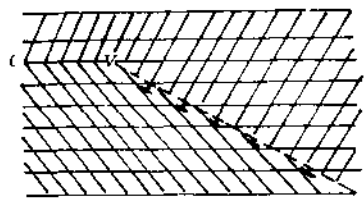


图 4-17 共格孪晶界 CV,
和非共格孪晶界 VI

又是孪生方向原子间距的分数倍,那么也应该可以用不全位错(其 b 也是这个方向点阵间距的分数值)沿平行于孪生面的相继的若干个平面的扫动来解释孪晶的形成。建立这个机制的最困难之处,一是怎样解决这种扫动如何能够连续下去,使得可以扫过有一定厚度的晶区,否则只能形成仅有一层原子厚度的孪晶薄片。另一点是要求不全位错每完成一次“扫动”,正好能提供形成孪晶所需要的孪生切变量。建立满足上述要求的孪生位错机制显然是困难的,但最终还是由科重耳(Cottrell)和比耳拜(Bilby)^[19]在1951年建立的单结点极轴机制成功地解决了。

参看图4-18(a),AOBC是位于(112)面上的全位错, $b = \frac{a}{2}[1\ 1\ 1]$ 。适当应力条件下,其中一段OB发生如下分解:

$$\frac{a}{2}[1\ 1\ 1] \rightarrow \frac{a}{3}[1\ 1\ 2] + \frac{a}{6}[1\ 1\ \bar{1}]$$

OB OB' OE'DB

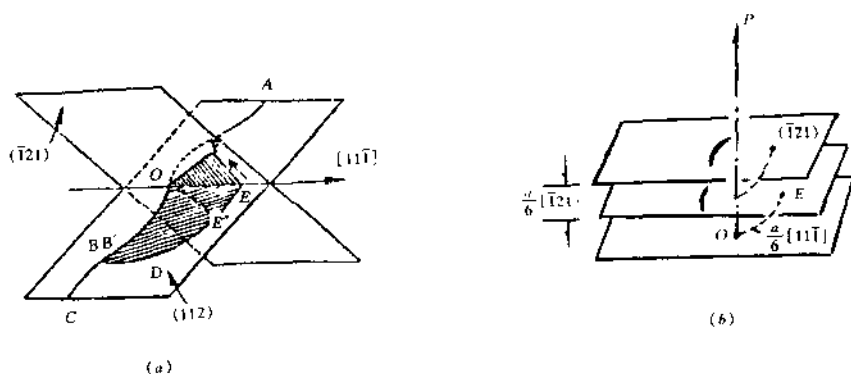


图4-18 体心立方结构中孪生的单结点极轴机制

显然位于(112)上的OB'是一纯刃型位错,且不可滑动,故可作为极轴位错。O可作为本机制所需之极点。OB'可作如下分解:

$$\frac{a}{3}[1\ 1\ 2] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\ 2\ 1] + \frac{a}{2}[1\ 0\ 1]$$

OB' OP

右边第一项OP是一个垂直于 $(\bar{1}\ 2\ 1)$ 面的分量,它的长度正好是 $(\bar{1}\ 2\ 1)$ 的面间距。因此此分量可以作为下一步完成孪生切变的极轴。

$OE'DB\left(\frac{a}{6}[1\ 1\ \bar{1}]\right)$ 位错在(112)面上可以在外力作用下向右方扫动,直至 $OE' \rightarrow OE$, $OE'DB \rightarrow OEDB$, OE段正好是 $(\bar{1}\ 2\ 1)$ 和(112)的交线方向。故OE位错

$\left(\frac{a}{6}[\bar{1}1\bar{1}]\right)$ 为螺位错,可向 $(\bar{1}21)$ 面滑移,但它是沿以 OP 为极轴的旋转面滑动,不是沿固定 $(\bar{1}21)$ 面滑动。如图4-18(b)所示。每旋转一周,就上升 $\frac{a}{6}[\bar{1}21]$ 的量,正好是 $(\bar{1}21)$ 面的面间距。这就是说, OE 每绕 OP 旋转一周就上升一层 $(\bar{1}21)$ 面,如此重复下去,就相当于每一层 $(\bar{1}21)$ 面都有一个 OE 位错 $\left(\frac{a}{6}[\bar{1}1\bar{1}]\right)$ 开动。结果便获得均匀切变,形成了所要求的孪晶。

3. 扭折的位错机制

特定取向下,晶体受力,既不能滑移,也不能发生孪生形变。为了适应外力,晶体内部可能发生如图4-19所示的扭折。这种特定的取向,最常见的情况是滑移面平行于试样纵轴,即平行于加力的方向。试样沿纵轴压缩时,晶体内部将发生如图所示的晶面转动,称为扭折。这个过渡区可以视为如图中所示的一系列的同号刃位错的有规律排列。位错线的方向垂直于应力的方向(即垂直于图面)。

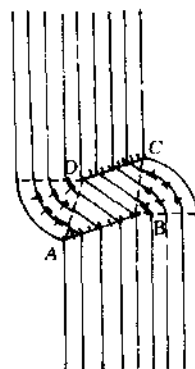


图4-19 金属晶体的扭折带形成的位错模型

晶体拉伸时也能出现扭折。金相照片上扭折区的滑移线呈平行的“S”状。面心立方金属扭折带结构可以看作以 $\langle 211 \rangle$ 方向为轴相对于基体的局部晶格旋转。形变不大时,扭折带一般宽约为0.05mm,带间距约为1mm。提高形变温度,降低形变速度或提高试样纯度,都能导致带间距增大,但带宽改变不明显。

目前,在面心立方金属Al,Cu,Ag,Au,Ni及 α 黄铜中均发现过扭折带,其晶体学关系有如下规律:试样轴向位于单位三角形中间或接近 $\langle 100 \rangle \sim \langle 110 \rangle$ 大圆时,扭折带明显,且带间距也大。而当其接近对称线 $\langle 100 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ 时,扭折带变得不明显。达到对称线或处于 $\langle 100 \rangle$ 和 $\langle 111 \rangle$ 方向时,扭折带消失。表4-4给出了三种典型金属的扭折带要素,并和相应的滑移系参数进行比较。

表4-4 三种典型金属的滑移系参数和扭折带要素

晶体结构	滑移系统		扭折带要素		
	平面	方向	平面	方向	轴向
HCP	(0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$11\bar{2}0$	$\langle 0001 \rangle$	$\langle 1\bar{1}00 \rangle$
FCC	$\{111\}$	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	$11\bar{1}0$	$\langle 11\bar{1} \rangle$	$\langle 112 \rangle$
BCC	$\{110\}$	$\langle 111 \rangle$	1111	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	$\langle 11\bar{2} \rangle$

4.4.2 金属与合金强化的位错机制

金属与合金的强化是一个牵涉问题很广的问题,即使是十分简略地给出它的一个概貌,也远远超出了本书的范围。但是作为材料工作者利用电镜研究材料微观结构的变化,

又回避不了对位错的分析,因为近代材料强化理论是建立在位错理论基础之上的。下面的介绍只是为了给从事材料研究的电镀工作者提供若干关于合金强化的位错理论的极其简要的基础知识。理论本身的细节应参考有关这方面的专著。

使合金强韧化的基本思路从根本上来讲是通过各种冷、热加工处理和化学处理以及合金化等途径,改变合金的组织结构,为位错的运动设置障碍,降低位错的活动性,达到强化的目的。因为材料宏观可见的形变,从微观看是位错运动及其与作为障碍的某些组织结构单元(如晶界、第二相粒子等)相互作用各种效果叠加的结果。降低位错活动性的途径,可以按强化机理来分类。而强化机理又取决于障碍的种类及其与位错相互作用的机制。

1. 固溶强化

最有代表性的理论是富勒谢(R. L. Fleischer)理论^[20]。要点如下:

参看图 4-20, 设滑移面上溶质原子^{*}呈任意分布, 位错运动将遇到途中溶质原子的阻碍而弯曲。这种阻力因外力增大而增加, 位错也愈弯曲。对呈任意统计分布的溶质原子(图中黑点所示), 位错所受阻力有一确定最大值 $f_{\max}$ 。当外力增大到超过此最大值时, 它将冲破溶质原子的阻碍而向前运动, 此时所对应的切应力称为临界分切应力 τ_c , 它和 $f_{\max}$ 的关系是

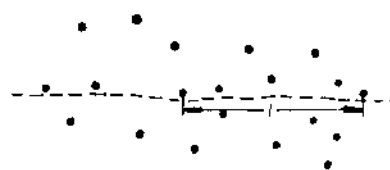


图 4-20 位错运动中受溶质原子阻碍而弯曲(Fleischer 模型)

$$\tau_c b l = f_{\max} \quad (4-13)$$

b 为位错柏氏矢量的大小, l 是位错在运动过程中遇到的障碍的平均间距。据位错基本理论, 引入位错线张力 T , 溶质原子的平均线尺寸 a 和溶质原子的浓度(原子百分比) c 。经过简单计算可以得到:

$$l = (2Ta^2/\tau_c cb)^{1/3} \quad (4-14)$$

由(4-13)、(4-14)式可得临界分切应力:

$$\tau_c = \frac{f_{\max}^{3/2} \cdot c^{1/2}}{ba(2T)^{1/2}} \quad (4-15)$$

可见临界分切应力 τ_c 正比 $c^{1/2}$ 。

不同学者对上述过程的后期处理略有差异, 从而也曾得到过 $\tau_c \propto c^{2/3}$ 的关系。实验结果看来与 $\tau_c \propto c^{2/3}$ 的关系符合得更好一些。

讨论:

- 这里实际考虑的是某种更具一般性的“障碍”。

(1) 溶质原子与位错的交互作用力 $f_{\max}$ 来源于:

- ① 由于基体原子和溶质原子大小不同而引起的错配度。
- ② 不同溶质原子浓度引起弹性模量变化。

对影响 $f_{\max}$ 因素的上述细致考虑是 Fleischer 模型区别于在他以前提出的各种模型的重要特点。因此这个模型得到较多实验结果的支持。

(2) 在 Fleischer 模型基础上进一步的研究表明, 要获得最佳固溶强化效果应考虑:

- ① 选择高弹性模量的材料作为基体材料。
- ② 溶质浓度尽可能大一些, 使具有或接近过饱和浓度, 淬火是一种可行的途径。
- ③ 还要考虑由溶质原子溶入而引起的畸变类型, 引起正方畸变(如 C 在 BCC 的 α -Fe 中)较对称畸变效果更好。

2. 弥散强化(沉淀强化)

工程实用材料大多为复相合金。除基体外, 还通过各种途径引入第二相, 以强化基体。第二相可以是热处理过程的脱溶产物, 也可以是有意加入的第二相粒子。目的都是通过第二相粒子的合理分布, 造成对位错运动的阻力, 同时也借助于第二相与基体的共格应变强化基体。

复相合金中容易产生位错, 合金的屈服行为在很大程度上决定于位错在合金中的组态及其与第二相的交互作用, 包括第二相与基体界面应变场对于位错运动的阻碍。

位错和第二相粒子相遇时, 有两种情况: 一是当第二相粒子在力学性能上是“硬”相, 且与基体界面非共格时, 位错难以切过粒子, 将以 Orowan 机制绕过粒子, 即位错只能在粒子周围弯曲以环绕的方式越过粒子, 如图 4-21 所示。位错绕过粒子后在粒子周围留下位错圈, 如图谱中照片[2]。

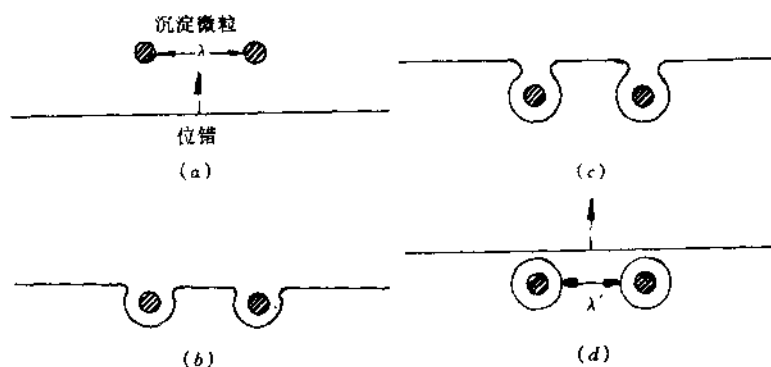


图 4-21 位错在“硬”粒子前面以绕过的方式进行的 Orowan 机制

第二种情况是第二相是较“软”的粒子, 且第二相从基体中共格析出, 这时位错可能切过粒子, 并沿一定的晶体学平面将粒子剪切开, 如图 4-22。

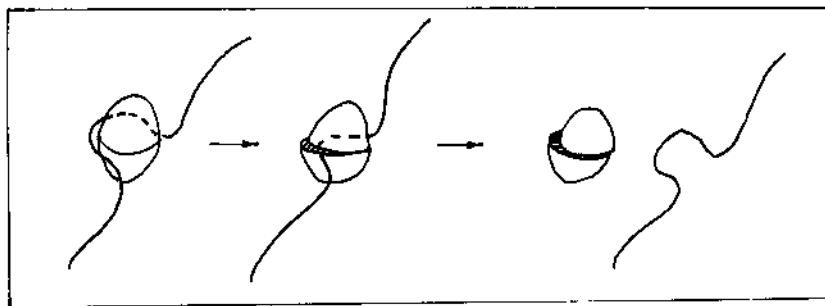


图 4-22 位错通过“软”粒子时的切割机制

讨论:

(1) 两种越过机制的选择:

参看图 4-23, 当单根位错和一系列平均间距为 D 的粒子列相遇时, 和粒子接触处位错的受力情况如图所示。 T 是位错线张力, f 是粒子对位错的钉扎力, 其反号值是位错对粒子的作用力, θ 是位错线的弯曲角。设没有第二相时位错在基体中运动所需这切应力为 τ_m , τ 为有第二相粒子阻碍时位错运动所需的切应力, 则 $\Delta\tau = \tau - \tau_m$ 为第二相阻力使位错运动需要增加的切应力, 应有

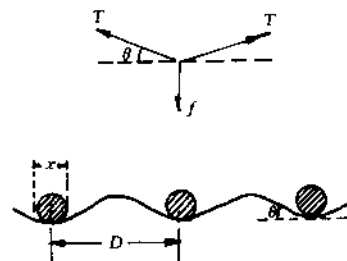


图 4-23 单根位错与第二相粒子列的交互作用

$$f = 2T \sin \theta = \Delta\tau bD \quad (4-16)$$

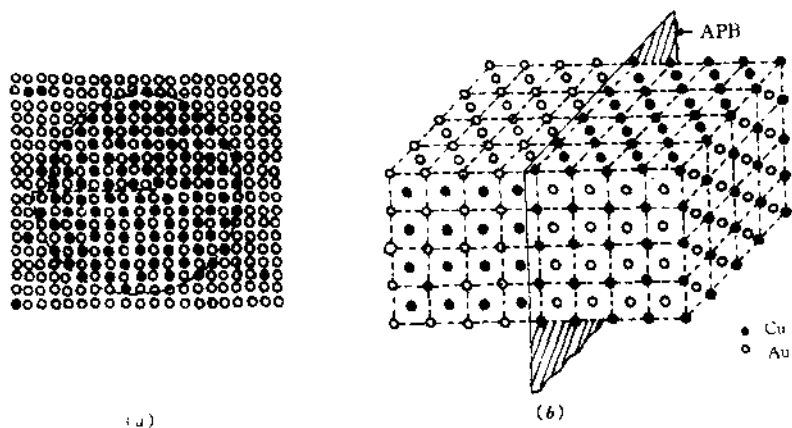
每个粒子能够承受的最大力, 也就是 f 力的最大值 f_m , 它对一定的粒子是确定值, 可见若在位错弯曲到 90° 以前先到达 f_m , 则粒子将被切过, 取切割机制; 反之, 若在到达 f_m 之前, 位错线已先弯曲到 90° , 则位错将绕过粒子, 取 Orowan 绕过机制。

(2) 位错切割粒子引起的附加强化效应。

位错遇到第二相粒子采取切割机制越过粒子时, 有时会遇到下述几种情况, 产生附加的强化效果。

一是粒子是和基体共格的有序结构的第二相, 位错扫过后, 将沿滑移面产生反相畴, 如图 4-24, 这是一个有序 Cu_3Au 粒子被位错切割后的原子排列情况。反相畴 APB 将使位错受到附加的阻力, 这就是“有序强化”。

二是面心立方基体中如果有同样是面心立方结构的第二相粒子, 而它们的层错能 γ 不同(同结构但成分不同, 层错能可能不同), 则位错扩展宽度也不同, 使位错受到附加阻力。这就是“层错强化”, 如图 4-25。

图 4-24 位错切割有序共格第二相粒子 Cu_3Au 产生反相畴 APB

● - Cu 原子 ○ - Au 原子

三是共格第二相粒子周围基体存在弹性应变场,它对位错有吸引力或排斥力,这种应变场对位错切入粒子和离开粒子都要产生附加阻力。这就是“应变场强化”,如图 4-26。

3. 晶界强化

大量试验结果指出,多晶体的加工硬化速率和屈服应力比单晶体高得多,且屈服应力随晶粒尺寸减小而增高。这种差异显然和多晶体的总晶界表面积高于单晶体这一事实直接相关。形变时每个晶粒的滑移总要受到周围晶粒的制约,与此相伴发生的是位错交滑移频繁起来,同时晶界作为位错源,在应力作用下可以向相邻晶粒发射新的位错。

设有边长为 a 的立方盒子,若只充填一个半径为 $a/2$ 的球,其表面积为 $4\pi(a/2)^2 = \pi a^2$ 。若充填 8 个半径为 $a/4$ 的球,其表面积将增加到 $8 \times 4\pi(a/4)^2 = 2\pi a^2$,增加了一倍。

将上述充填的小球类比做晶粒。表面积增加意味着什么呢?

上面已经提到晶界可视为位错源。晶粒细化,则总的晶界面积增多,可发射位错的源增多。下面将看到发射位错多,使位错密度增大,这就使得材料的流变应力亦随之增大,带来了强化的效果。

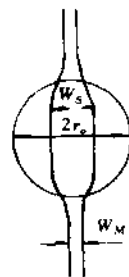
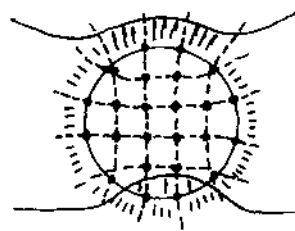
图 4-25 扩展位错从基体 ($\gamma_{\text{基}}$) 切入第二相 ($\gamma_{\text{粒}}$), 因而扩展位错由窄 (W_M) 变宽 (W_S)

图 4-26 位错接近和切入后离开共格第二相粒子要受到应变场的作用力

如图 4-27(a), 设左右两个取向不同的晶粒, 其界面处有一个台阶, 也可以是其它可以作为位错源的界面缺陷, 在应力作用下, 台阶向右晶粒发射一根位错, 如图 4-27(b)。设单位晶界面积上的位错总长度为 s , 若晶界全部位错均释放到晶粒中去, 使晶内位错密度达到 ρ 。假设晶粒为圆球形, 直径为 a , 则每个晶粒的表面积为 $4\pi(a/2)^2 = \pi a^2$, 故释放位错总长度为 $\pi s a^2$ 。但是每个晶界属于两个晶粒, 故对一个晶粒来说只有上述位错线长度的一半, 即 $(\pi s a^2/2)$ 。由此得到单位体积中位错线的长度 (即位错密度) 为:

$$\rho = \frac{\pi s a^2/2}{(4/3)\pi(a/2)^3} = 3s/a \quad (4-17)$$

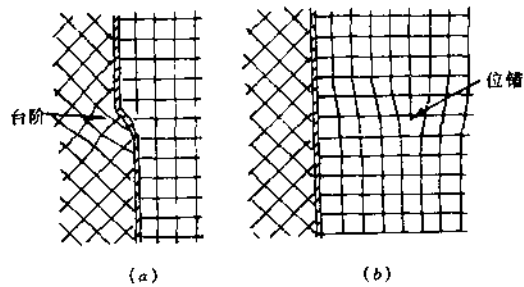


图 4-27 晶界作为位错源向相邻晶粒发射位错

从大量金属的实测结果, 得到流变应力 τ 和位错密度 ρ 有下述关系:

$$\tau = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (4-18)$$

τ_0 为位错密度极低时的初始屈服应力; G 为切变弹性模量; α 为一常数, 约等于 0.5; b 为位错柏氏矢量长度。将 (4-17) 式代入 (4-18) 式, 得:

$$\tau = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{3s/a} = \tau_0 + k a^{-1/2} \quad (4-19)$$

这就是著名的 Hall-petch 公式。对一定金属在给定温度和应变速率下, α 、 G 、 s 、 k 均为常数。

(4-18) 式解释了加工硬化材料的屈服应力 (流变应力) 随位错密度增加而增加的实验结果。(4-19) 式则解释了材料流变应力随晶粒尺寸减小而升高的普遍规律。晶粒尺寸小, 晶界总面积大, 发射位错也多, 从而位错密度升高, 强化了材料。

迄今为止积累的实验数据表明, 大多数金属材料都很好地遵从 Hall-petch 公式。图 4-28 所示曲线说明了这一点。

金属中晶粒尺寸的范围是: 铸造金属晶粒粗大, 有时直径可达几厘米, 肉眼可辨。金属锻件的晶粒尺寸小于铸造金属, 约 $10 \sim 100 \mu\text{m}$, 用光学显微镜可见。更细的晶粒需借助电镜才能分辨。

控制晶粒大小有两种常用的方法。一是再结晶处理,细化晶粒,同时可消除冷加工硬化。这种处理方法的效果又取决于预加工形变的程度和再结晶的温度与时间。控制晶粒大小的第二种方法是控制热处理过程,使金属进行相变。如液相到固相的凝固的转变过程中,晶核数目少,则易长大成粗大晶粒。若有外加质点阻碍晶粒长大,晶粒即可细化。此外,液态金属凝固速率愈快,成核愈多,晶粒尺寸愈小。固态范围内也可相变,人们熟知的纯铁在 1534℃ 下凝固成体心立方结构,在 1390℃ 下转变为面心立方结构,在 910℃ 下又转变为体心立方结构,一直稳定到室温。对这种具有同素异构的金属材料,也可利用类似再结晶的办法,简单地将金属加热到转变温度以下,即可达到细化晶粒的目的。

细化晶粒不仅可提高屈服强度((4-19)式),还可减小脆性断裂倾向。在本章4.4.3中将讲到韧—脆(亦称延—脆)转变温度,若此温度高于构件的使用温度,往往引发灾难性脆断事故,而细的晶粒大小正是影响韧—脆转变温度的重要因素之一。晶粒愈粗,转变温度愈高,这是由于晶粒愈粗,位错在滑移面上的运动,积累在晶界上的位错愈多,应力集中也愈大,容易导致裂纹萌生在晶界的薄弱部位,并迅速扩展到裂纹临界尺寸直至脆性破坏。

4.4.3 金属断裂的位错理论

材料微观断裂理论的基础是位错理论,位错理论已成功地应用于材料的强度和断裂机制的分析。这种应用也推动了位错理论本身的发展,今天,位错理论比过去任何时候都完善充实,许多新的位错组态和反应过程正是在它应用于材料科学研究中被发现的。显示出位错理论的强大生命力。电子显微技术许多年来受到材料科学工作者愈来愈多的重视,在相当大程度上和位错理论的成功应用直接相关。但是,值得指出,应用中仍然存在一些问题也是不容忽视的。制样技术有待改进,如何使试样中揭示出来的位错组态更能反映出工程应用材料的真实情况,并未得到有些电镜工作者的应有重视。例如观察到的裂纹往往来源于制样过程,并不能代表研究工作者所设计的应力条件。此外,某些作者由于对位错理论缺乏必要的了解,在解释位错观察的实验现象并与宏观性能联系时,亦不乏牵强附会的情况,明显的错误甚至见诸公开发表的论文,这些都是应该引起重视的。

断裂是个大问题,它涉及断裂物理、断裂化学和断裂力学。这里谈到的只是电镜工作中常遇到的位错与断裂过程有关的某些问题,并非严格意义上从学术上讨论材料的断裂。断裂类型的划分按照 Beachem^[21]的建议,应以断裂时能量吸收的多少为依据,分为高中低三大类,这是严格学术意义上的分类。而从实用观点看,将断裂类型(脆性、延性及其它特殊类型)和断口形貌(解理、沿晶、穿晶等)相结合,似乎更为合适。以下是涉及断裂的位错解释的几个问题。

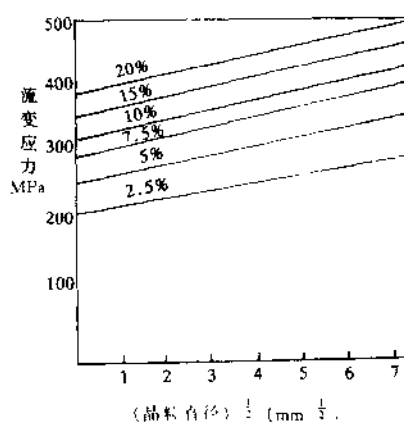


图 4-28 中碳钢室温流变应力与晶粒直径和预应变之间的关系
(曲线上数字为预应变)

1. 解理断裂

解理断裂是常见的一种脆性断裂方式。其特点是裂纹沿特定的低指数晶面(解理面)快速扩展并断裂。不同结构金属有不同的解理面。

表 4-5 给出了一些金属晶体的解理面及解理临界正应力。

表 4-5 金属晶体的解理面及解理临界正应力

金 属	晶体结构	解 理 面	解理断裂的临界正应力 (N/mm ²)	温 度 (℃)
α -Fe	体心	(0 0 1)	26	+100
		(0 0 $\bar{1}$)	276	-185
W	体心	(0 0 1)		
Mg	密排六方	(0 0 0 1), (1 0 $\bar{1}$ 1)		
		(1 0 $\bar{1}$ 2), (1 0 $\bar{1}$ 0)		
Zn	密排六方	(0 0 0 1)	1.8~2.0	-185
Zn(0.03% Cd)		(0 0 0 1)	1.9	-80
		(0 0 0 1)	1.9	185
		(1 0 $\bar{1}$ 0)	18	185
Zn(0.13% Cd)		(0 0 0 1)	3.0	-185
Zn(0.53% Cd)		(0 0 0 1)	12	-185
Te	六方	(1 0 $\bar{1}$ 0)	4.3	+20
Bi	菱方	(1 1 1)	3.2	+20
		(1 1 $\bar{1}$)	3.2	-80
		(1 1 $\bar{1}$)	6.9	+20
Sb	菱方	(1 1 $\bar{1}$)	6.6	+20

解理断裂又分三种情况:

(1) 材料原始状态不存在微裂纹或只有少数小尺寸微裂纹, 应力首先达到易滑移系或孪生开始所需之应力, 这时只有个别易滑移系或孪生开动, 在滑移面障碍处或孪晶边界处产生应力集中而萌生裂纹, 并长大。在正应力下导致断裂。

(2) 屈服应力小于解理断裂应力时, 微裂纹有一个稳态发展阶段, 裂纹扩展中有钝化现象, 直至外应力不断加大, 该尺寸裂纹失稳并扩展, 最后解理断裂。

(3) 某些本质脆性材料如陶瓷、难熔金属等, 内部常含有尖锐微裂纹, 这时可在比任何滑移系的临界分切应力都小的情况下, 就导致裂纹快速扩展直至断裂。按 Griffith 公式解理断裂应力 σ_f 由下式表示:

$$\sigma_f = \left(\frac{4E\gamma}{\pi(1-\nu^2)c} \right)^{1/2} \quad (4-20)$$

式中 E —杨氏模量, γ —裂纹表面能, c —裂纹长度, ν —泊松比。 σ_f 总小于该温度下的屈服应力, 常在屈服以前即解理破坏, 断裂前常无可以察觉的塑性变形。

解理断裂的机制有两种: 一是 Stroh^[22] 的位错塞积导致应力集中的理论, 如图 4-29

所示。 L 为滑移面上位错塞积群所占的长度, c 为障碍处与滑移面成 θ 角的裂纹长度。Stroh 得出如下的公式:

$$n = \frac{3\gamma}{b\sigma} \quad (4-21)$$

$$\sigma = \left(\frac{3\gamma E}{(1+\nu)c} \right)^{1/2} \quad (4-22)$$

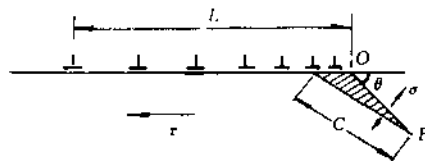


图 4-29 由位错塞积产生裂纹

利用(4-21)式,可以估计有效滑移面上 L 长度内塞积位错的数目 n 。对金属,以抗张强度 32kg/mm^2 ,切应力约为 16kg/mm^2 (即 $1.6 \times 10^4 \text{ N/cm}^2$), Burgers 矢量 $b = 2 \times 10^{-8} \text{ cm}$, $\gamma = 10^{-7} \text{ J/cm}^2$ 代入(4-21)式则在有效滑移面上的位错数目为 $n \approx 100$ 。

如位错塞积到一定程度足以萌生裂纹时,则顶端 O 处,将有 n 个位错汇集在一起形成一个柏氏矢量为 nb 的大位错。

另一方面从能量观点出发,得到平均裂纹的长度 c 与位错数目 n 的关系是:

$$c = \frac{n^2 b E}{8\pi(1-\nu)\gamma} = 0.5 b n^2 \quad (4-23)$$

裂纹长度与塞积列中的位错数目的平方成正比。虽然由于处理细节的不同,Griffith 公式(4-20)和 Stroh 公式(4-22)仍有差别,但解理断裂应力和裂纹长度的关系是相同的。从(4-22)式出发,由实验测出断裂正应力 σ ,可以估计解理断裂所需之临界裂纹长度 c_0 。

解理断裂的另一种位错机制是 Cottrell^[23] 的位错反应理论。

体心立方晶体的滑移面是 $\{110\}$,若 $(\bar{1}01)$ 和 $(10\bar{1})$ 各有 b 为 $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}1]$ 和 $\frac{a}{2}[11\bar{1}]$ 的平行位错交汇于 $[010]$,则通过下述反应形成位错 $a[001]$:

$$\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}1] + \frac{a}{2}[11\bar{1}] \rightarrow a[001]$$

反应的能量比较是

$$a^2 < \frac{3}{2}a^2$$

可见反应是可以进行的。Cottrell 认为新位错 $a[001]$ 的多余半原子面正好可插入解理面 (001) 中,这个面不是滑移面,因此位错 $a[001]$ 不可动,上述反应不断进行,在 $a[001]$ 位错处造成不断增高的应力集中,在 $a[001]$ 所在的 (001) 形成“大位错”,导致断裂,如图 4-30 所示。

面心立方金属一般不发生解理断裂。体心立方金属在低温下易发生解理破坏。原子间的键合性质对材料是否易于解理破坏有决定性影响。

此外,合金中如含有脆性大块第二相,如块状碳化物,往往导致低的解理断裂应力,这已为许多实验证实。

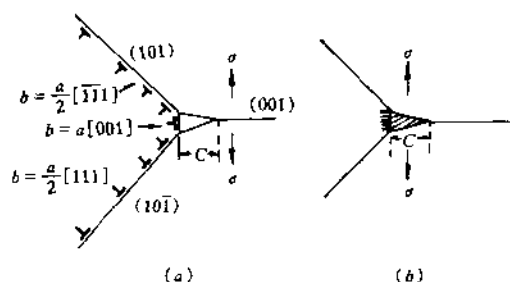


图 4-30 刃型位错的合并与裂纹形成

在经过热处理的钢中,在延性—脆性转变范围内还常观察到一种准解理断口形态。准解理断裂时,解理面不限于 $\{100\}$,也见于 $\{110\}$ 和 $\{112\}$ 等晶面。其特点是由一些小平面组成,小平面之间由撕裂岭相连接。这种材料较纯解理破坏的材料韧性要好。

2. 沿晶断裂

沿晶断裂又称晶间断裂,和解理断裂同属脆性断裂。原则上材料的裂纹扩展遵循能量消耗最小原理,即总是沿着原子结合力最薄弱的区域进行。

目前已从大量实验事实总结出发生沿晶断裂的若干经验规律。它们是:晶界存在连续分布的脆性第二相是极其有害的;元素偏聚于晶界特别是晶界的结构疏松部位,如钢中硫、磷等有害元素的偏聚,破坏性尤大;环境介质的腐蚀破坏,如 H_2S 、 H_2 、 Cd 、 Hg 等则是引起晶间结合弱化的因素;此外环境介质、有害元素的电化学腐蚀再加应力的复合作用,造成应力腐蚀,也是弱化晶界的不可忽视的因素。

人们熟知的钢的高温回火脆发生在晶界。实验指出微量元素 Pb 、 Sb 、 As 、 Sn 等有强烈的向晶界偏聚的倾向,降低了晶界原子结合力,从而也极大地降低了裂纹沿晶界扩展时的有效表面能,使之更易于沿晶扩展,最终导致破坏。

3. 脆性转变温度问题

上面讨论了两种主要脆性断裂方式,这里讨论的是一个与此有关,但性质上完全不同的问题,它研究在外部条件(主要指温度)变化时,材料内部形变行为发生变化,由延性转变为脆性破坏的问题。先介绍一个实验现象, α -Fe随着氧含量增加,脆性转变温度不断提高,脆性断裂时所吸收的能量逐渐减少;氧含量减少,发生穿晶断裂,氧含量增加时,发生沿晶断裂。对此,Stroh^[24]认为任何形式的应力集中只能有两种后果:一是激活附近已经存在的F-R源;一是产生微裂纹。前者导致延性断裂,后者引起脆性断裂。因此他指出所谓脆性转变温度,实质是指在这个温度下,激活新的位错的可能性如何。如在此温度下有利于激活新的位错,则不易向脆性转变,反之则易向脆性转化。Stroh计算了F-R源被激活的几率 P 与激活F-R源所需要的激活能 $U(\sigma)$ 的关系是:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{P} \right) = \ln v t - U(\sigma)/kT \quad (4-24)$$

式中 ν 为位错振动频率, t 为时间, σ 为外应力。他将 $P \rightarrow 0$ 所对应的温度 T 视为由延性转变为脆性时的转变温度。并且将上式改写为:

$$T_c = \frac{U(\sigma)}{k \ln \nu t} \quad (4-25)$$

据碳钢实验结果,按上式求得 $U(\sigma) \approx 0.28 \text{ eV}$, 这与位错受杂质原子的钉扎、脱钉的激活能数值完全一致。由此可见, Stroh 上述理论处理的思路是接近实际的。

Petch 从 Hall-Petch 公式出发, 较之 Stroh 考虑了更多的因素。他认为脆性转变温度与晶粒大小、位错运动时的晶格摩擦阻力、位错被钉扎的强度以及缺口处应力状态都有关系。

Abrahamson 和 Grant^[25] 曾对脆性与金属电子结构的关系进行过研究, 试图从合金金属原子电子结构的深层次上找到某种更本质的规律, 但没有得到满意的结果。

4. 微孔聚合断裂

这是一种韧性(延性)断裂方式, 对此还没有很好的定量理论。实验指出, 延性断裂时既不存在某种应力规律, 也不存在某种应变规律。Bridgeman^[26] 发现静压力下产生延性断裂时, 各分应力并非保持不变, 应变也随着静压力增加而显著增加。经预拉伸的试样再拉至断裂, 其截面收缩率可与未经预拉伸的试样相差无几。可见, 通常用加工硬化的耗竭理论来解释延性断裂是不能令人信服的。而从扭转形变试样的断面总是横断面这一事实考虑, 似乎可以认为延性断裂时是切应力与正应力共同作用的结果, 前者促使试样中产生缺陷, 后者促使缺陷发展为空洞, 最后由空洞发展至断裂。

夹杂物在断裂中起着重要的作用, 特别当尖锐裂纹的尖端存在夹杂物时, 破坏性尤其大, 因为位错倾向于在此处塞积, 促使裂纹迅速扩展, 并很快达到临界尺寸, 导致断裂。

另一种过程是裂纹前端在应力作用下, 在其周围诱发出新的位错, 这些位错不断增殖并沿滑移面运动, 直至和已经存在于夹杂物/基体边界处的裂纹或微孔汇合, 这种汇合后的裂纹在后续位错的促进下, 也将很快达到临界尺寸, 导致材料的破坏。

工程材料中大部分非金属夹杂物与基体结合很弱, 界面处极易形成微孔, 而碳化物与氮化物等则与基体结合较牢, 只有当应变较大和它们的尺寸较大时才能形成微孔。此外晶界上有尖锐外形的夹杂物和块状第二相碳化物等, 对于结构本来疏松的界面, 更是一个不利的促进裂纹和微孔萌生的因素。

延性断裂是受应变控制的。可引入“断裂应变” ϵ_f 来表征, 它与碳化物的形状和大小关系极大。图 4-31^[18] 反映了这种情况。

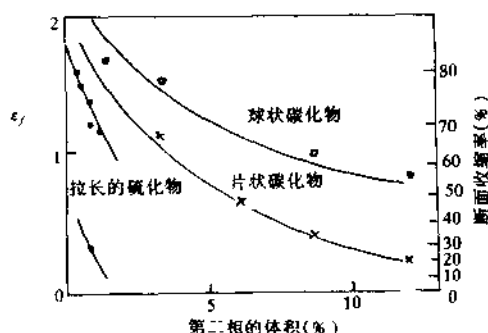


图 4-31 第二相粒子对断裂应变的影响^[18]

5. 蠕变断裂

在恒定应力(或载荷)下所发生的随时间延长而产生的连续、缓慢的塑性流变称为蠕变。其特点是:应变率很小,一般在 $10^{-10} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的范围内(随应力水平而异)。通常所加应力远低于拉伸试验的屈服应力。对金属与合金在温度 $T > 0.3 \sim 0.4 T_m$ (熔点)时,蠕变现象才比较明显。蠕变研究对高温使用的材料特别重要。

描述蠕变过程用温度和应力恒定条件下的应变 ϵ —时间曲线(蠕变曲线)来表示。在 $t=0$ 时加上应力,几乎立即由弹性形变和塑性形变构成有限的应变。随后分成三个阶段。即以蠕变速率持续降低为特征的第一阶段,此阶段应变硬化(加工硬化)占优势。然后是进入恒定蠕变速率的稳态蠕变的第二阶段,此阶段应变硬化与热回复平衡,持续时间最长。最后为第三阶段,其特点是蠕变速率不断加快,试样出现缩颈,内部形成孔洞,微孔连接,发展为裂纹,裂纹扩展导致破坏。所以蠕变断裂是发生在第三阶段的过程。

蠕变过程中组织结构发生复杂变化,各阶段各有特点,但同一阶段又往往诸种变化交叉重叠发生。蠕变过程的组织变化大致有:出现滑移带、扭折带,发生回复和再结晶;晶界滑动,并在第二相或杂质粒子与基体的界面处形成微孔,微孔在位错作用下通过聚合而形成裂纹,裂纹发展、失稳,最终导致破坏。

着重介绍第二阶段以及断裂过程发展和完成的第三阶段。

(1) 第二阶段蠕变的特点。

第二阶段的特点主要是通过多边化形成亚晶粒。并发展成为稳定的状态,故这个阶段又称为回复蠕变阶段。亚结构得以充分发展的金属,层错能往往较高,如 $\alpha\text{-Fe}$ 、 Mg 、 Zn 、 Cd 等。而层错能低的金属如 Cu 、 Ni 、 $\gamma\text{-Fe}$ 等,虽然静态时易于多边化,但最后还是要发生再结晶。再结晶一般出现在第二阶段末和第三阶段,因此它往往导致第一阶段重新出现。

蠕变过程中亚结构的形成是通过晶格弯曲部分的多边形化而实现的,故其尺寸与晶粒度无关,只随温度的升高和应力的降低而增大。在粗晶或单晶试样中,亚结构排列成有明显方向性的带状结构,亚结构间的取向差 $\Delta\theta$ 与蠕变量 ϵ 成正比:

$$\Delta\theta \propto \epsilon$$

亚晶界由位错网组成,有时是倾侧晶界,有时为网状的扭转晶界(见图谱照片[10][66])。

蠕变过程特别是第三阶段中,晶界滑动是引起破坏的重要因素。晶界在蠕变过程中的作用比较复杂。实际上从蠕变开始到终了的整个过程晶界都有滑动,它对总蠕变量有重要贡献。这种贡献随温度升高,应力减少和晶粒度减小而增加,尤其当蠕变速率足够小时,相对贡献更大。

蠕变过程中塞积在晶界前的位错群有力求获得松弛的趋势,这时沿晶界往往有空位流向刃位错,使这些刃位错得以攀移,攀移后晶界位错分布变得均匀起来,反过来又有利于晶界的移动(滑动)。随着温度升高,晶界滑动将更突出。位错滑移和晶界滑动这两个过程交替进行,互相促进。在此过程中就有可能导致在三叉晶界和第二相或夹杂处出现微孔,并发展为微裂纹。这实际是蠕变断裂的开始。实验指出高温蠕变中晶界滑动十分

明显,虽然它对总蠕变量的贡献可能不是主要的(一般认为约占10%左右)。对此 Grant 和张兴铃作过相当细致的工作^[27~29]。

晶内滑动在蠕变第二阶段,是构成总蠕变量的主要部分。在第二阶段,由于亚结构尺寸较小,晶内滑动的位错一般不能穿过亚晶界而只能进入亚晶界,成为它的组成部分。随着温度升高,应力降低,晶粒度减小,滑动对总蠕变量贡献会越来越大。

对第二阶段稳态蠕变的机制 Wcrtman^[93] 还提出过位错攀移理论。Schoeck^[30] 对此进一步加以阐述,指出攀移过程可能包括如下几种情况(图4-32):

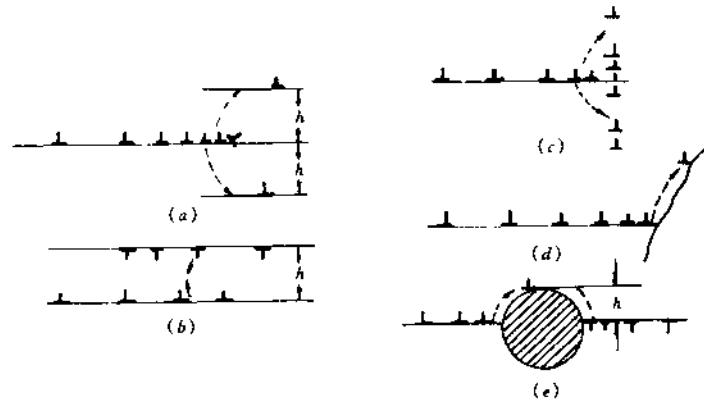


图4-32 位错攀移遇到的几种情况

- ①为越过 Lomer - Cottrell 位错。
- ②邻近滑移面上异号刃位错相消灭。
- ③通过攀移形成小角晶界或加入已有的小角晶界。
- ④塞积在晶界的位错沿晶界产生攀移。
- ⑤越过弥散质点攀移。

(2) 第三阶段蠕变与断裂。

第三阶段是加速阶段。在此阶段即使不出现缩颈,有效应力也明显增加,导致最后的断裂破坏。这个阶段微裂纹明显增多并且汇合和扩展,从对这个阶段的试样测得的密度变小得到证实。密度变小说明微孔、裂纹增多。

蠕变断裂也分沿晶脆断和穿晶延性断裂两类。

沿晶断裂按裂纹形状又分 V 型(楔型)和 O 型两种。前者多出现在三叉晶界处,后者多出现在晶界与拉伸应力方向正交的情况下,特别是出现在有杂质和第二相粒子沉淀的晶界部位。高应力下出现 V 型,低应力下出现 O 型。从应力类型来说,不论 V 型或 O 型,切应力比张应力更易于促进裂纹萌生。温度升高时,裂纹有由 V 型转变为 O 型的趋势。V 型裂纹的成核与晶粒度有一定的关系,晶粒度过小,难于达到所需应力集中,不易形成 V 型裂纹,故这种机制被称为应力集中型形成机制。这种裂纹一旦萌生,随后可借助于附近过饱和空位的沉淀,使之沿晶界继续扩展,也可能在垂直于裂纹表面的法向应力作用下张开扩展。但是考虑到 V 型裂纹通常在低温下即可形成,故过饱和空位的促进作

用是有限的。这类裂纹尽管其已有长大机制还存在困难,但它靠剪切形核,又靠剪切扩展,仍是合理的,也得到实验结果的证实。V型裂纹形成和扩展机制如图4-33所示。图4-33(e)表示在法向应力作用下裂纹前端的钝化现象。

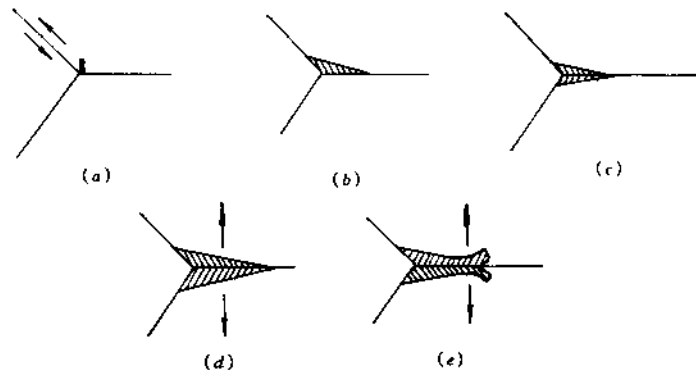


图4-33 V型裂纹的萌生和扩展

至于“O”型裂纹,最早的形成机制是从空位的聚集出发的。McLean曾据此给出如下结果:

$$r \geq \frac{2\gamma}{\sigma} \quad (4-26)$$

r 是作为裂纹核的空洞的临界半径, γ 为表面能, σ 是垂直于滑移面的应力, 此处可看作单位体积空位沉淀时放出的自由能。若取 $\gamma = 1.5 \times 10^{-4} \text{ J/cm}^2$, $\sigma = 50 \text{ N/mm}^2$, 可算出 r 将超过 10^{-5} cm 。可见试图通过饱和空位的沉淀来形核是不可能的。因此, 上述处理的思路存在明显缺陷。后来陈能宽和 Machlin 提出了晶界“坎”(ledge)成核的思想, 并且考虑到晶内可能有多个滑移系统被激活的事实, 在确定外应力下, 把坎分为“张坎”(Tensile ledge)和“压坎”(Compressive ledge), 这些坎可以是固有的, 也可以是滑移带与晶界相交后形成的。实验测得坎的高度在 $5 \sim 40 \text{ nm}$ 之间。蠕变过程中晶界处经常观察到“起皱”的现象, 表明这种由晶界坎形核的机制是可以接受的。

还有一点值得注意, 当温度很高时, 由于晶界上应力集中引起晶界滑移和晶内形变, 导致晶内结构疏松, 这时也可能由沿晶断裂转变为穿晶断裂。

6. 疲劳断裂

金属在循环应力作用下发生形变的现象称为疲劳。用应力极大值 σ_m 相对于疲劳至断裂时循环次数 N 的对数值所作的曲线, 称为疲劳曲线。疲劳极限 σ_f 定义为在低于此值下, 无论循环多少次, 试样也不致断裂的应力值。

疲劳形变后的位错组态与疲劳应力关系密切。例如 Al, 高应力下疲劳形变后与单向形变下的位错组态相差不多, 都有不同形式的位错胞状结构, 低应力下, 却出现平行于

(112)方向的长位错环。位错上割阶也比较大,甚至还出现蜷线位错。Cu 疲劳试验后的位错组态与 Al 类似。Cu 单向形变后的位错环经 300~400℃ 退火可以消去,疲劳形变产生的位错环却在更高温度(600℃)下退火,也不能消除。有趣的是对低层错能 α 黄铜进行低应力疲劳,电镜上看不到位错环。大量试验指出,应变振幅大小与随后的位错组态关系极大。应变振幅足够大时,在 1/4 循环后可看到位错胞结构。

早期从 Cu 的疲劳试验中,得到过一些非常典型的试验结果。发现驻留滑移带(PSB)从微观看呈楼梯状位错结构,它由位错密度高的墙和密度低的区域相间排列组成,墙厚约 0.1 μm ,它由刃位错偶极子组成, $\rho = 10^{15} \text{m}^{-2}$;墙与墙之间间隔约 1.4 μm ,其中的位错密度较墙中的位错密度低 2~3 个数量级,主要由螺位错连接其间(图 4-34)。基体则由位错密度高的柱状脉纹束(Veins)和夹在其间的低位错密度区组成。前者为刃位错偶,后者主要为螺位错,两者体积各占 50%。图 4-34 绘出了 Cu 单晶中 CSS 曲线平台区的位错组态的三维分布和驻留滑移带中的位错排列的示意图。

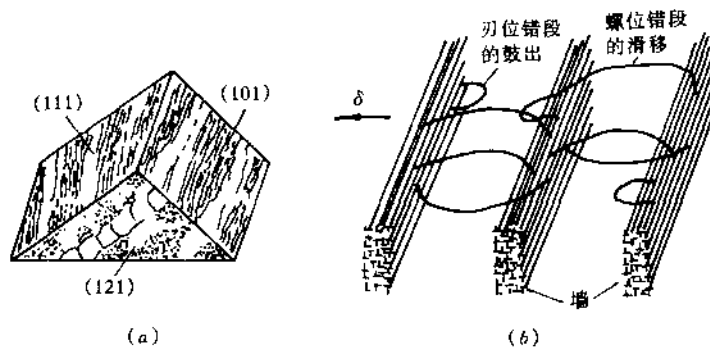


图 4-34 Cu 单晶中位错组态的三维分布示意图
(a) CSS 平台区位错组态的二维分布示意图 (b) PSB 中位错排列示意图

从位错观点看,循环形变过程的应变主要来源于螺位错的运动。通过螺位错的交滑移形成刃位错偶或位错圈,并逐渐在与主滑移面相交切的方向,聚集成脉纹条束,使位错运动的空间减少,阻力增大,这就是循环硬化的微观结构本质。

到目前为止,对面心立方结构材料的疲劳研究较多,其它结构材料研究较少。不同结构材料的疲劳特性不尽相同,反映在各自的 CSS 曲线的构成特点上,特别表现在曲线平台区的长短有所不同。如 α -Fe 平台区很短,且很不明显。

如上所述,螺位错交滑移在循环形变中起着重要作用,这一点可以和材料的层错能联系起来。层错能低者,交滑移困难,这时位错组态表现出新的特点。

在疲劳试验研究中还观察到疲劳滑移带的一个重要现象,即挤出带和浸入沟,示意如图 4-35。它是疲劳形变中一个普遍现象。将出现挤出的试样电解抛光和蚀刻后,可在挤出处发现裂纹。因此,可以推测在形成挤出片的同时,试样内部便产生了空洞片。而且发现挤出和浸入往往在相对应两侧同时发生的实验现象。如在 Al 中就看到过一面出现挤

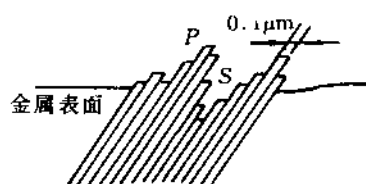


图 4-35 驻留滑移带端部的挤出带(P)和浸入沟(S)

出,反面与之对应的滑移带内出现浸入沟。还有一点,层错能愈低,愈容易出现挤出和浸入。总之,看到的驻留滑移带以及挤出与浸入,只是宏观可见表面现象,其微观实质是裂纹的萌生、扩展和形变损伤积累的结果。

第五章 位错和层错的电子衍射分析

位错和层错是晶体材料中最重要的两种缺陷类型,前者为线缺陷,后者为面缺陷。材料科学研究中经常涉及对这两种缺陷的分析,因为它们是影响材料性能的主要结构因素。从分析方法上讲,分析位错和层错的方法原则上也可作为分析其他缺陷的借鉴。因此,本章着重介绍这两种缺陷的分析方法。

5.1 位错柏氏矢量(Burgers Vectors) $\mathbf{b}$ 测定

5.1.1 判据的建立

据电子衍射运动学理论:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) \exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) dz$$

对像衬有贡献的衍射振幅 Φ_g 由两部分组成,即右边第一项 $\exp(-2\pi i s z)$ 为完整晶体对衬度的贡献;第二项 $\exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ 为缺陷(这里指位错)对衬度的贡献。式中 $\mathbf{g}$ 是对衬度作出主要贡献的操作反射的倒易矢量。在双束成像条件下,它是满足布拉格(Bragg)条件的强反射的衍射矢量; $\mathbf{R}$ 是位错对完整晶体带来的位移(畸变)矢量,它是表征位错性质的一个参量,当 $\mathbf{g}$ 与 $\mathbf{R}$ 垂直,即 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$ 时,第二项中的相位因子 $2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$, $\exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) = 1$, 因此衍射振幅是:

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(-2\pi i s z) dz$$

与完整晶体的衍射振幅相同。也就是说,当 $\mathbf{g} \perp \mathbf{R}$ 时,缺陷存在,也不提供附加衬度。可见为了显示位错衬度,不能选择使 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$ 的 $\mathbf{g}$ 。对所研究的具体材料,位错的性质已经确定,因而 $\mathbf{R}$ 也是一定的,不能人为改变。而 $\mathbf{g}$ 却因试样相对于入射电子束取向不同而异,可以利用旋转倾斜试样台,调整试样取向,使试样中某一 (hkl) 处于布拉格反射位置,从而获得为显示位错衬度所需要的 $\mathbf{g}_{hkl}$ 。由此可见, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} \neq 0$ 是使位错显示衬度的必要条件。使位错衬度消失的判据是: $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$, 可见,电镜上看不到位错,不一定说明所观察视场没有位错,而是由于试样取向正好满足了 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 0$ 的条件。下面的问题是弄清楚 $\mathbf{R}$ 和 $\mathbf{b}$ 的关系。 $\mathbf{R}$ 是由于存在位错给附近晶体某指定点带来的点阵位移(畸变)场,其值

随不同位置而异。 b 是表征位错性质的参量。 R 与任意位错的 b 有如下关系:

$$R = \frac{1}{2\pi} \left[b\beta + b_e \frac{\sin 2\beta}{4(1-\nu)} + b \times u \left(\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln |r_0| + \frac{\cos 2\beta}{4(1-\nu)} \right) \right] \quad (5-1)$$

式中, b_e — b 的刃型分量, u —位错在晶体中的位向, r_0 —位错核心附近严重畸变区的半径, 一般取 $r_0 \approx 10^{-8} \text{cm}$, β —晶体中畸变区内某点的极坐标角, ν —材料的泊松比。

可见任意位错提供的衬度, 取决于 $g \cdot b$ 、 $g \cdot b_e$ 和 $g \cdot b \times u$ 三项。对于纯螺型位错, 由于 $g \cdot b_e = g \cdot b \times u = 0$, 可以把 $g \cdot b = 0$ 作为消像的判据。表 5-1 给出了弹性各向同性材料中三种位错衬度消失的判据。

表 5-1 弹性各向同性材料中位错消像判据

刃位错	螺位错	混合位错
$g \cdot b = 0$		$g \cdot b = 0$
$g \cdot b \times u = 0$	$g \cdot b = 0$	$g \cdot b_e = 0$
		$g \cdot b \times u = 0$

对于常见的也是我们所最关心的刃型和螺型位错, 可以从它们芯区附近反射面的点阵几何图像, 直观地予以解释(图 5-1)。

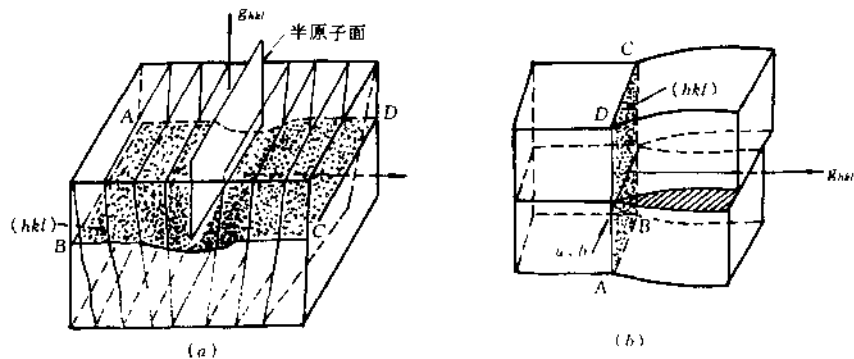


图 5-1 刃型、螺型位错芯区附近的衍射平面的点阵几何
(a) 刃位错芯处衍射平面有轻微弯曲 (b) 螺位错芯处衍射平面无畸变

由图可知, 刃位错芯区衍射平面 (hkl) 仍有轻微“弯曲”。而螺位错在形成位错时, 原子只在衍射平面 (hkl) 内, 沿 u 方向发生位移, 不造成衍射平面 (hkl) 的“弯曲”。可见同样是 $g \cdot b = 0$ 成像, 刃位错因芯部 (hkl) 有轻微“弯曲”而留下残余衬度, 纯螺型则不会留下残余衬度。

实验中要找到使刃位错衬度完全消失的条件, 即同时满足 $g \cdot b = 0$ 和 $g \cdot (b \times u) = 0$ 是困难的。但通常根据经验, 只要这种残余衬度不超过远离位错处的基体衬度的 10%,

也就可以视为衬度已经“消失”了。对弹性各向异性材料,表 5-1 所给出的判据,仍然是近似有效的,特别是对下述特定情况更是如此。立方结构材料中,垂直于弹性对称平面 $\{110\}$ 和 $\{100\}$ 的纯刃型和纯螺型位错;密排六方结构材料中,垂直于或位于弹性对称的基面的位错。事实上,作者注意到在已发表的大量国内外学者的工作中,在测定位错柏氏矢量时,仍然是以表 5-1 的判据作为依据进行测量的。

5.1.2 b 测定的实际操作

选择好感兴趣的视场,正确选择衍射条件,拍摄含有待测位错的显微图像及相应的选区域衍射谱,这是 b 测定工作的前提。遗漏衍射数据,事后找回视场进行补测,几乎是不可能的。实验中常常是将位错反应分析和 b 测定工作结合进行,因此要求电镜工作者对所研究材料的位错特征、性质以及位错反应(如第四章所述),有一定了解,才能避免分析的盲目性,提高工作效率。现将有关问题简述如下:

1. 位错衬度形成基本过程

在合适的 g_{hkl} 反射下($g_{hkl} \cdot b \neq 0$),位错芯区附近的 (hkl) 面较好地满足布拉格条件。明场下,入射电子束大部分被衍射到物镜光栏以外,正片上位错呈暗条纹衬度。附近区域有时因晶体弯曲,在一个带状区内取向均匀渐变,也会显示类似位错线的暗带,但这是“消光轮廓”。应当予以区别。办法是微调试样取向,消光轮廓将缓慢移动,位错线则因 g 改变,在原处时隐时现,却无明显移动。明场下位错畸变场以外的完整晶体基体不满足衍射条件,呈亮的衬度。取 g 反射成中心暗场像,视场衬度反转,位错和消光轮廓显示亮衬度,基体呈暗的衬度。

2. 测量的实际操作

(1) 偏离矢量 s 。

取 $s \approx 0$,略正向偏离布拉格条件。此时背景因反常透射而具有很大透明度,位错衬度也比较理想。微调取向,使菊池线从相应强衍射斑点向(000)方向移动少许即可。此时将看到位错衬度较之 $s = 0$ 时有明显改善。通常是这样考虑的:对所选定的低指数反射 g_{hkl} 尽可能使 $\omega = s\xi_g \leq 1.0$ 。上述通过微调取向、依据菊池线相对于 g 反射的偏离距离确定的 s 值,一般都能满足这个条件。注意 s 值过大(偏离强斑点太远),虽可使位错像变窄但明显变暗,严重时将使位错消失。这是应当避免的。

(2) 试样厚度 t 。

一般选取 $t = (5 \sim 9)\xi_g$ 的区域进行观察。如不锈钢,当 $g = \{200\}$ 时,观察区的厚度为 180nm 左右。极薄区看来透明度好,但位错易于逸出试样表面。有时连一套完整的试验数据尚未获得,位错就因电子束加热而逸出,前功尽弃,太薄的区域测位错密度更不可取,测量值总是偏低。

(3) 选取适当操作反射 g ,求 b 。

根据材料晶体结构,估计位错类型和可能的位错反应。再参考表 5-2 至 5-7 的建议,选取满足 $g \cdot b = 0$ 的反射 g ,再按下述步骤进行测定:

表 5-2 不同反射下 FCC 金属中 $b = \frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ 型位错的可能 $g \cdot b$ 值^[31]

g	$g \cdot b$					
	$b(\propto \frac{a}{2})$					
	$+[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$+[011]$	$\pm[01\bar{1}]$
111	± 1	0	-1	0	± 1	0
$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	∓ 1	0	∓ 1	0	∓ 1	0
$\bar{1}11$	0	∓ 1	0	∓ 1	± 1	0
$1\bar{1}\bar{1}$	0	± 1	0	± 1	∓ 1	0
$1\bar{1}1$	0	∓ 1	± 1	0	0	∓ 1
$\bar{1}1\bar{1}$	0	∓ 1	∓ 1	0	0	± 1
$11\bar{1}$	± 1	0	0	± 1	0	∓ 1
$\bar{1}\bar{1}1$	∓ 1	0	0	∓ 1	0	∓ 1
200	± 1	± 1	± 1	± 1	0	0
$\bar{2}00$	∓ 1	∓ 1	∓ 1	∓ 1	0	0
020	± 1	∓ 1	0	0	-1	± 1
$0\bar{2}0$	∓ 1	± 1	0	0	∓ 1	∓ 1
002	0	0	-1	∓ 1	$+1$	∓ 1
$00\bar{2}$	0	0	∓ 1	± 1	∓ 1	± 1
220	± 2	0	± 1	± 1	± 1	± 1
$\bar{2}\bar{2}0$	± 2	0	∓ 1	∓ 1	∓ 1	∓ 1
$2\bar{2}0$	0	± 2	± 1	± 1	∓ 1	∓ 1
$\bar{2}20$	0	∓ 2	∓ 1	∓ 1	± 1	± 1
202	∓ 1	± 1	$+2$	0	± 1	∓ 1
$\bar{2}0\bar{2}$	∓ 1	∓ 1	∓ 2	0	∓ 1	± 1
$20\bar{2}$	± 1	± 1	0	$+2$	∓ 1	± 1
$\bar{2}02$	∓ 1	∓ 1	0	∓ 2	± 1	∓ 1
022	± 1	∓ 1	∓ 1	∓ 1	± 2	0
$0\bar{2}\bar{2}$	∓ 1	∓ 1	∓ 1	± 1	$+2$	0
$02\bar{2}$	∓ 1	∓ 1	∓ 1	± 1	0	∓ 2
$0\bar{2}2$	∓ 1	± 1	$+1$	∓ 1	0	∓ 2
311	± 2	$+1$	± 2	± 1	± 1	0
$\bar{3}\bar{1}\bar{1}$	∓ 2	∓ 1	∓ 2	∓ 1	∓ 1	0
$\bar{3}11$	∓ 1	∓ 2	$+1$	∓ 2	± 1	0
$3\bar{1}\bar{1}$	± 1	± 2	± 1	± 2	$+1$	0
$3\bar{1}1$	± 1	± 2	± 2	± 1	0	∓ 1
$\bar{3}1\bar{1}$	∓ 1	∓ 2	$+2$	∓ 1	0	± 1
$31\bar{1}$	± 2	± 1	± 1	± 2	0	± 1
$\bar{3}\bar{1}1$	∓ 2	∓ 1	∓ 1	∓ 2	0	∓ 1
131	∓ 2	∓ 1	± 1	0	∓ 2	± 1
$\bar{1}\bar{3}\bar{1}$	∓ 2	± 1	$+1$	0	∓ 2	∓ 1
$\bar{1}31$	± 1	∓ 2	0	∓ 1	± 2	± 1
$1\bar{3}\bar{1}$	∓ 1	± 2	0	± 1	∓ 2	∓ 1
$3\bar{3}1$	0	∓ 3	± 2	± 1	∓ 1	∓ 2
$\bar{3}3\bar{1}$	0	∓ 3	$+2$	∓ 1	± 1	± 2

续表

g	$g \cdot b$					
	$b(\times \frac{a}{2})$					
	$\pm[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$\pm[011]$	$\pm[01\bar{1}]$
$33\bar{1}$	± 3	0	± 1	± 2	± 1	± 2
$\bar{3}\bar{3}1$	∓ 3	0	∓ 1	∓ 2	∓ 1	∓ 2
420	± 3	± 1	± 2	± 2	± 1	± 1
$\bar{4}\bar{2}0$	∓ 3	∓ 1	∓ 2	∓ 2	∓ 1	∓ 1
$\bar{4}20$	∓ 1	∓ 3	∓ 2	∓ 2	± 1	± 1
$4\bar{2}0$	± 1	± 3	± 2	± 2	∓ 1	∓ 1
$1\bar{3}1$	∓ 1	∓ 2	± 1	0	∓ 1	∓ 2
$\bar{1}3\bar{1}$	± 1	∓ 2	∓ 1	0	± 1	± 2
$13\bar{1}$	± 2	∓ 1	0	± 1	± 1	± 2
$\bar{1}\bar{3}1$	∓ 2	± 1	0	∓ 1	∓ 1	∓ 2
113	± 1	0	± 2	∓ 1	± 2	∓ 1
$\bar{1}\bar{1}\bar{3}$	∓ 1	0	∓ 2	± 1	∓ 2	± 1
$\bar{1}13$	0	∓ 1	± 1	∓ 2	± 2	∓ 1
$1\bar{1}\bar{3}$	0	± 1	∓ 1	± 2	∓ 2	∓ 1
$1\bar{1}3$	0	± 1	± 2	∓ 2	± 1	∓ 2
$\bar{1}1\bar{3}$	0	∓ 1	∓ 2	± 2	∓ 1	± 2
$11\bar{3}$	± 1	0	∓ 1	∓ 2	∓ 1	∓ 2
$\bar{1}\bar{1}3$	∓ 1	0	± 1	∓ 2	± 1	∓ 2
222	± 2	0	± 2	0	± 2	0
$\bar{2}\bar{2}\bar{2}$	∓ 2	0	∓ 2	0	∓ 2	0
$\bar{2}22$	0	∓ 2	0	∓ 2	± 2	0
$2\bar{2}\bar{2}$	0	± 2	0	± 2	∓ 2	0
$2\bar{2}2$	0	± 2	± 2	0	0	∓ 2
$\bar{2}2\bar{2}$	0	∓ 2	∓ 2	0	0	± 2
$22\bar{2}$	± 2	0	0	± 2	0	± 2
$\bar{2}\bar{2}2$	∓ 2	0	0	∓ 2	0	∓ 2
400	± 2	± 2	± 2	± 2	0	0
$\bar{4}00$	∓ 2	∓ 2	∓ 2	∓ 2	0	0
040	± 2	∓ 2	0	0	± 2	± 2
$0\bar{4}0$	∓ 2	± 2	0	0	∓ 2	∓ 2
004	0	0	± 2	∓ 2	± 2	∓ 2
$00\bar{4}$	0	0	∓ 2	± 2	∓ 2	± 2
313	∓ 2	± 1	± 3	0	∓ 2	∓ 1
$\bar{3}\bar{1}\bar{3}$	∓ 2	∓ 1	∓ 3	0	∓ 2	± 1
$\bar{3}13$	∓ 1	∓ 2	0	∓ 3	± 2	± 1
$3\bar{1}\bar{3}$	± 1	± 2	0	± 3	∓ 2	∓ 1
$3\bar{1}3$	± 1	± 2	∓ 3	0	± 1	∓ 2
$\bar{3}1\bar{3}$	∓ 1	∓ 2	∓ 3	0	∓ 1	± 2
$31\bar{3}$	± 2	± 1	0	± 3	∓ 1	∓ 2
$\bar{3}\bar{1}3$	∓ 2	∓ 1	0	∓ 3	± 1	∓ 2
331	± 3	0	∓ 2	± 1	± 2	∓ 1
$\bar{3}\bar{3}\bar{1}$	∓ 3	0	∓ 2	∓ 1	∓ 2	∓ 1
$\bar{3}31$	0	∓ 3	∓ 1	∓ 2	± 2	± 1
$3\bar{3}\bar{1}$	0	± 3	± 1	± 2	∓ 2	∓ 1

续表

g	$g \cdot b$					
	$b(\times \frac{a}{2})$					
	$\pm[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$\pm[011]$	$\pm[01\bar{1}]$
240	± 3	∓ 1	± 1	± 1	± 2	± 2
$2\bar{4}0$	∓ 3	± 1	∓ 1	∓ 1	∓ 2	∓ 2
$\bar{2}40$	± 1	∓ 3	∓ 1	∓ 1	± 2	± 2
$2\bar{4}0$	∓ 1	± 3	± 1	± 1	∓ 2	∓ 2
204	± 1	± 1	± 1	± 1	± 2	± 2
$2\bar{0}\bar{4}$	∓ 1	∓ 1	∓ 1	∓ 1	∓ 2	∓ 2
$\bar{2}04$	∓ 1	∓ 1	± 1	∓ 3	± 2	± 2
$2\bar{0}\bar{4}$	± 1	± 1	∓ 1	± 3	∓ 2	∓ 2

表 5-3 不同反射下 BCC 金属中 $b = \frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ 和 $\langle 001 \rangle$ 型位错的可能 $g \cdot b$ 值^[32]

g	$b(\times \frac{a}{2})$				
	$\pm[111]$	$\pm[1\bar{1}1]$	$\pm[\bar{1}11]$	$\pm[11\bar{1}]$	$\pm 2[001]$
110	± 1	0	0	∓ 1	0
$\bar{1}\bar{1}0$	∓ 1	0	0	∓ 1	0
$1\bar{1}0$	0	± 1	∓ 1	0	0
$\bar{1}10$	0	∓ 1	± 1	0	0
101	± 1	∓ 1	0	0	± 1
$\bar{1}0\bar{1}$	∓ 1	∓ 1	0	0	∓ 1
$10\bar{1}$	0	0	∓ 1	∓ 1	∓ 1
$\bar{1}01$	0	0	± 1	∓ 1	± 1
011	± 1	0	∓ 1	0	± 1
$0\bar{1}\bar{1}$	∓ 1	0	∓ 1	0	∓ 1
$01\bar{1}$	0	∓ 1	0	± 1	∓ 1
$0\bar{1}1$	0	± 1	0	∓ 1	± 1
200	± 1	∓ 1	∓ 1	± 1	0
$2\bar{0}0$	∓ 1	∓ 1	± 1	∓ 1	0
020	± 1	∓ 1	± 1	± 1	0
$0\bar{2}0$	∓ 1	± 1	∓ 1	∓ 1	0
002	± 1	± 1	∓ 1	∓ 1	± 2
$00\bar{2}$	∓ 1	∓ 1	∓ 1	± 1	∓ 2
220	± 2	0	0	± 2	0
$2\bar{2}0$	∓ 2	0	0	∓ 2	0
$2\bar{2}0$	0	± 2	∓ 2	0	0
220	0	∓ 2	± 2	0	0
202	± 2	± 2	0	0	∓ 2
$2\bar{0}\bar{2}$	∓ 2	∓ 2	0	0	∓ 2
$20\bar{2}$	0	0	∓ 2	± 2	∓ 2
$2\bar{0}2$	0	0	± 2	∓ 2	∓ 2
022	± 2	0	∓ 2	0	± 2
$0\bar{2}\bar{2}$	∓ 2	0	∓ 2	0	∓ 2
$02\bar{2}$	0	∓ 2	0	± 2	∓ 2

续表

g	$b(\times \frac{a}{2})$				
	$\pm[111]$	$\pm[1\bar{1}1]$	$\pm[\bar{1}11]$	$\pm[11\bar{1}]$	$\pm 2[011]$
$0\bar{2}2$	0	± 2	0	∓ 2	± 2
310	± 2	± 1	∓ 1	± 2	0
$\bar{3}\bar{1}0$	∓ 2	∓ 1	± 1	∓ 2	0
$\bar{3}10$	± 1	± 2	± 2	∓ 1	0
$3\bar{1}0$	± 1	± 2	∓ 2	± 1	0
301	± 2	± 2	∓ 1	± 1	± 1
$\bar{3}0\bar{1}$	∓ 2	∓ 2	± 1	∓ 1	∓ 1
$30\bar{1}$	∓ 1	∓ 1	± 2	∓ 2	± 1
301	∓ 1	± 1	∓ 2	± 2	∓ 1
013	± 2	± 1	± 2	∓ 1	± 3
$0\bar{1}\bar{3}$	∓ 2	∓ 1	∓ 2	± 1	∓ 3
$0\bar{1}3$	± 1	± 2	± 1	∓ 2	± 3
$01\bar{3}$	∓ 1	∓ 2	∓ 1	∓ 2	∓ 3
130	± 2	∓ 1	± 1	± 2	0
$\bar{1}\bar{3}0$	∓ 2	± 1	∓ 1	∓ 2	0
$\bar{1}30$	± 1	∓ 2	∓ 2	± 1	0
$1\bar{3}0$	∓ 1	± 2	∓ 2	∓ 1	0
103	± 2	± 2	± 1	∓ 1	± 3
$\bar{1}0\bar{3}$	∓ 2	∓ 2	∓ 1	± 1	± 3
$\bar{1}03$	± 1	± 1	± 2	∓ 2	± 3
$10\bar{3}$	∓ 1	∓ 1	∓ 2	± 2	∓ 3

表 5-4 不同反射下 HCP 金属中 $b = \frac{1}{3}\langle\bar{1}1\bar{2}0\rangle \cdot \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$ 和 $\langle 0001\rangle$ 型位错的可能 $g \cdot b$ 值^[31]

g	$b(\times \frac{1}{3})$									
	$\pm[\bar{1}120]$	$\pm[\bar{1}210]$	$\pm[2110]$	$\pm[\bar{1}123]$	$\pm[\bar{1}213]$	$\pm[2113]$	$\pm[\bar{1}123]$	$\pm[\bar{1}213]$	$\pm[2113]$	$\pm[0003]$
$10\bar{1}0$	± 1	0	∓ 1	± 1	0	∓ 1	± 1	0	∓ 1	0
$01\bar{1}0$	± 1	± 1	0	± 1	± 1	0	± 1	± 1	0	0
$\bar{1}100$	0	± 1	± 1	0	± 1	± 1	0	± 1	± 1	0
0002	0	0	0	± 2	± 2	± 2	∓ 2	± 2	∓ 2	± 2
$10\bar{1}1$	± 1	0	∓ 1	± 2	± 1	0	0	∓ 1	∓ 2	± 1
$10\bar{1}\bar{1}$	∓ 1	0	∓ 1	0	∓ 1	∓ 2	± 2	± 1	0	∓ 1
$01\bar{1}1$	± 1	± 1	0	± 2	± 2	± 1	0	0	∓ 1	± 1
$01\bar{1}\bar{1}$	± 1	∓ 1	0	0	0	∓ 1	∓ 2	± 2	± 1	∓ 1
$\bar{1}101$	0	± 1	± 1	± 1	± 2	± 2	∓ 1	0	0	± 1
$\bar{1}\bar{1}0\bar{1}$	0	± 1	± 1	∓ 1	0	0	± 1	± 2	± 2	∓ 1
$10\bar{1}2$	± 1	0	± 1	± 3	∓ 2	± 1	∓ 1	∓ 2	∓ 3	± 2
$10\bar{1}\bar{2}$	± 1	0	± 1	∓ 1	∓ 2	∓ 3	± 3	± 2	± 1	∓ 2
$01\bar{1}2$	± 1	0	± 3	± 3	∓ 3	± 2	∓ 1	∓ 1	∓ 2	± 2
$01\bar{1}\bar{2}$	∓ 1	0	∓ 1	∓ 1	∓ 1	∓ 2	∓ 3	± 3	± 2	∓ 2
$\bar{1}102$	0	∓ 1	± 1	± 2	± 3	± 3	∓ 2	∓ 1	∓ 1	± 2
$\bar{1}\bar{1}0\bar{2}$	0	∓ 1	± 1	∓ 2	∓ 1	∓ 1	± 2	± 3	∓ 3	∓ 2

续表

g	$b(\times \frac{1}{3})$									
	$\pm [1120]$	$\pm [1210]$	$\pm [2110]$	$\pm [1123]$	$\pm [1213]$	$\pm [2113]$	$\pm [1123]$	$\pm [1213]$	$\pm [2113]$	$\pm [0003]$
$\begin{Bmatrix} 11\bar{2}0 \\ \bar{1}2\bar{1}0 \\ \bar{2}110 \end{Bmatrix}$	± 2	± 1	∓ 1	± 2	± 1	∓ 1	± 2	± 1	∓ 1	0
$\begin{Bmatrix} 10\bar{1}3 \\ 10\bar{1}\bar{3} \\ 01\bar{1}3 \\ 01\bar{1}\bar{3} \\ \bar{1}103 \\ \bar{1}10\bar{3} \end{Bmatrix}$	± 1	0	∓ 1	± 4	± 3	± 2	∓ 2	∓ 3	∓ 4	± 3
$\begin{Bmatrix} 112\bar{2} \\ 11\bar{2}\bar{2} \\ \bar{1}212 \\ \bar{1}2\bar{1}\bar{2} \\ \bar{2}112 \\ \bar{2}11\bar{2} \end{Bmatrix}$	± 2	± 1	∓ 1	± 4	± 3	± 1	0	∓ 1	∓ 3	± 2
$\begin{Bmatrix} 2\bar{2}00 \\ 2\bar{2}0\bar{0} \end{Bmatrix}$	0	∓ 2	∓ 2	0	∓ 2	∓ 2	0	∓ 2	∓ 2	0

表 5-5 不同反射下 FCC 金属中不全位错的 $g \cdot b$ 值^[33]

层错面	b	g	$g \cdot b$						
			200	0 $\bar{2}0$	2 $\bar{2}0$	220	111	1 $\bar{1}\bar{1}$	4 $\bar{2}\bar{2}$
(111)	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$		-1/3	1/3	0	-2/3	0	-1/3	-1
	$\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$		2/3	1/3	1	1/3	0	2/3	2
	$\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$		-1/3	-2/3	-1	1/3	0	-1/3	-1
(11 $\bar{1}$)	$\frac{1}{6}[2\bar{1}1]$		2/3	1/3	1	1/3	1/3	4/3	1
	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$		-1/3	1/3	0	-2/3	-2/3	1/3	-1
	$\frac{1}{6}[\bar{1}21]$		-1/3	-2/3	-1/3	1/3	1/3	-5/3	0
(1 $\bar{1}\bar{1}$)	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$		-1/3	2/3	1/3	-1	-2/3	1/3	1/3
	$\frac{1}{6}[\bar{1}12]$		-1/3	-1/3	-2/3	0	1/3	-2/3	-5/3
	$\frac{1}{6}[21\bar{1}]$		2/3	-1/3	1/3	1	1/3	0	4/3

续表

层错面	b	g	$g \cdot b$						
			200	0 $\bar{2}$ 0	2 $\bar{2}$ 0	220	111	1 $\bar{1}\bar{1}$	4 $\bar{2}\bar{2}$
$(\bar{1}11)$	$\frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$		-2/3	1/3	-1/3	-1	-2/3	0	2/3
	$\frac{1}{6}[1\bar{1}2]$		1/3	1/3	2/3	0	1/3	0	1/3
	$\frac{1}{6}[12\bar{1}]$		1/3	-2/3	-1/3	1	1/3	0	1/3
(111)	$\frac{1}{3}[111]$		2/3	-2/3	0	4/3	1	1/3	0
(11 $\bar{1}$)	$\frac{1}{3}[11\bar{1}]$		2/3	-2/3	0	4/3	1/3	1/3	4/3
(1 $\bar{1}$ 1)	$\frac{1}{3}[1\bar{1}1]$		2/3	2/3	4/3	0	1/3	1/3	4/3
($\bar{1}$ 11)	$\frac{1}{3}[\bar{1}11]$		-2/3	-2/3	-4/3	0	1/3	-1	-8/3
(111)	$\frac{1}{6}[1\bar{1}0]$		1/3	1/3	2/3	0	0	1/3	1
	$\frac{1}{6}[01\bar{1}]$		0	1/3	-1/3	1/3	0	0	0
	$\frac{1}{6}[10\bar{1}]$		1/3	0	1/3	1/3	0	1/3	1
(1 $\bar{1}$ 1)	$\frac{1}{6}[\bar{1}01]$		-1/3	0	-1/3	-1/3	0	1/3	-1
	$\frac{1}{6}[110]$		1/3	1/3	0	2/3	1/3	0	1/3
	$\frac{1}{6}[011]$		0	-1/3	-1/3	1/3	1/3	-1/3	-2/3
(111)	$\frac{1}{6}[101]$		1/3	0	1/3	1/3	1/3	0	1/3
	$\frac{1}{6}[1\bar{1}0]$		1/3	1/3	2/3	0	0	1/3	1
	$\frac{1}{6}[011]$		0	-1/3	-1/3	1/3	1/3	-1/3	-2/3
($\bar{1}$ 11)	$\frac{1}{6}[110]$		1/3	-1/3	0	2/3	1/3	0	1/3
	$\frac{1}{6}[0\bar{1}1]$		0	1/3	1/3	1/3	0	0	0
	$\frac{1}{6}[101]$		1/3	0	1/3	1/3	1/3	0	1/3

表 5-6 不同反射下 BCC 金属中不全位错的 $g \cdot b_p$ 值^[32]

层错面	b_p	g	110	1 $\bar{1}$ 0	101	10 $\bar{1}$	011	01 $\bar{1}$	200	020	002	220	2 $\bar{2}$ 0	202	20 $\bar{2}$
$(\bar{2}11)$	$\frac{a}{3}[111]$		2/3	0	2/3	0	2/3	0	2/3	2/3	2/3	4/3	0	4/3	0
$(\bar{2}\bar{1}1)$	$\frac{a}{6}[111]$		1/3	0	1/3	0	1/3	0	1/3	1/3	1/3	2/3	0	2/3	0
(112)	$\frac{a}{2}[110]$		1	0	1/2	1/2	1/2	1/2	1	1	0	2	0	1	1

续表

层错面	$g \cdot b_p$	110	1 $\bar{1}$ 0	101	10 $\bar{1}$	011	01 $\bar{1}$	200	020	002	220	2 $\bar{2}$ 0	202	20 $\bar{2}$
1100	$\frac{a}{2}[001]$	0	0	1/2	-1/2	1/2	-1/2	0	0	1	0	0	1	-1
1001	$\frac{a}{2}[110]$	1	0	1/2	1/2	1/2	1/2	1	1	0	2	0	1	1
1110	$\frac{a}{2}[001]$	0	0	1/2	-1/2	1/2	-1/2	0	0	1	0	0	1	-1
11 $\bar{1}$ 0	$\frac{a}{2}[110]$	1	0	1/2	1/2	1/2	1/2	1	1	0	2	0	1	1
11 $\bar{1}$ 0	$\frac{a}{8}[\bar{1}\bar{1}1]$	-1/4	0	0	-1/4	0	-1/4	-1/4	-1/4	-1/4	-1/2	0	0	-1/2
11 $\bar{2}$ 0	$\frac{a}{4}[\bar{1}\bar{1}2]$	-1/2	1/4	1/4	-3/4	1/4	-3/4	-1/2	-1/2	1	1	0	1/2	-2/3
11 $\bar{1}$ 0	$\frac{a}{8}[\bar{1}\bar{1}0]$	-1/4	0	-1/8	-1/8	-1/8	-1/8	-1/4	-1/4	0	-1/2	0	-1/4	1/4

表 5-7 不同反射下 HCP 金属中不全位错的 $g \cdot b_p$ 值^[33]

(a) [0001]取向				(b) [0001] - [4 $\bar{2}$ $\bar{2}$ 9]取向			
$g \cdot b_p$	$\frac{1}{3}[0\bar{1}10]$	$\frac{1}{6}[0\bar{2}23]$	$\frac{1}{6}[02\bar{2}3]$	$g \cdot b_p$	$\frac{1}{3}[0\bar{1}10]$	$\frac{1}{6}[0\bar{2}23]$	$\frac{1}{6}[02\bar{2}3]$
20 $\bar{2}$ 0	$\frac{2}{3}$	$-\frac{2}{3}$	$\frac{2}{3}$	2 $\bar{1}$ 1 $\bar{0}$	0	0	0
2 $\bar{2}$ 00	$\frac{2}{3}$	$\frac{2}{3}$	$-\frac{2}{3}$	$\bar{3}$ 032	1	2	0
02 $\bar{2}$ 0	$-\frac{4}{3}$	$-\frac{4}{3}$	$\frac{4}{3}$	$\bar{3}$ 302	-1	0	2
2 $\bar{1}$ 1 $\bar{0}$	0	0	0	(c) [0001] - [1 $\bar{2}$ 03]取向			
$\bar{1}$ 210	-1	-1	-1	$g \cdot b_p$	$\frac{1}{3}[0\bar{1}10]$	$\frac{1}{6}[0\bar{2}23]$	$\frac{1}{6}[02\bar{2}3]$
$\bar{1}$ 120	1	1	-1	2 $\bar{1}$ 1 $\bar{0}$	0	0	0
				$\bar{2}$ 111	0	$\frac{1}{2}$	$-\frac{1}{2}$
				$\bar{3}$ 302	-1	0	2

明场下观察到位错,拍下相应的选区域衍射谱。在衍射模式下,缓慢倾动试样,观察衍射谱强斑点的改变,当得到一个新的强斑点时,停下来回到成像模式,检查所分析位错是否消失,如消失,此新斑点即作为 $g_{h_1k_1l_1}$;然后反向倾动试样,仿上述步骤,得到使同一位错再次消失的另一强斑点,即 $g_{h_2k_2l_2}$ 。于是根据:

$$\begin{cases} g_{h_1k_1l_1} \cdot b = 0 \\ g_{h_2k_2l_2} \cdot b = 0 \end{cases}$$

即可求得:

$$\mathbf{b} = \begin{bmatrix} R \\ S \\ T \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_1 & a_2 & a_3 \\ h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{bmatrix} \quad (5-2)$$

应当指出,进行上述测定工作以前,应仔细调好电镜的电流中心和电压中心,并使倾动台良好对中。否则在调整取向选取 $g_{h_1 k_1 l_1}$ 和 $g_{h_2 k_2 l_2}$ 时,观察区将从荧屏中心漂移,使测定工作无法进行。

(4)其它参数测定。

在测定 $\mathbf{b}$ 的同时,常常可以兼顾获得下述信息:

①借助试样中某些结构的衬度特征,确定试样的上下表面。例如比较低层错能金属层错明暗场像外侧条纹的衬度互补性,可以判断上下膜表面⁴。

②通过迹线分析,测定位错的空间方向 $\mathbf{u}$ 。

③利用操作反射 $\mathbf{g}$ 和楔形边缘或孔洞处的等厚条纹,测定位错附近的试样厚度。

④为了对位错的某些有意义的特征衬度,如“ z ”型衬度进行分析,还须测定位错所在处在试样中的深度。

⑤研究相变时,还须测定两相取向关系和惯习面。

3. $\mathbf{b}$ 测量举例

某奥氏体不锈钢,在三个不同操作反射下,测得含位错视场的试验结果如表 5-8 所示,求各位错的 $\mathbf{b}$ 。

表 5-8 奥氏体不锈钢不同操作反射下的 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ 值和图像衬度

$\mathbf{g}$	$\mathbf{b} (\times a/2)$						位错衬度	照片
	$\pm[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$\pm[011]$	$\pm[01\bar{1}]$		
$11\bar{1}$	± 1	0	0	± 1	0	± 1	A 不可见 B 可见 C 可见(弱)	(a) A /B C
200	± 1	± 1	± 1	± 1	0	0	A 可见 B 不可见 C 可见	(b) /A B /C
$0\bar{2}0$	-1	± 1	0	0	+1	± 1	A 可见 B 可见 C 不可见*	(c) /A /B /C
分析结果	A		C		B			

*有残余衬度

比较上表 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ 值和图像上位错衬度可以确定各位错的 $\mathbf{b}$ 分别为:

$$A \rightarrow \frac{a}{2} [1 \bar{1} 0]$$

$$B \rightarrow \frac{a}{2} [0 1 \bar{1}]$$

$$C \rightarrow \frac{a}{2} [1 0 \bar{1}]$$

关于位错性质的分析:照片(a)上,A位错消失比较彻底,照片(b)上,B位错衬度消失比较彻底,而(c)上C位错在 $g = (0 \bar{2} 0)$ 时仍有残余衬度,(a)上C位错衬度较弱。可以大体认定A、B位错为螺型位错。C位错则可能是刃型分量较强的混合位错。后来通过倾动试样,使C位错获得尽可能长的线段,此时C的方向近似为 $u = [2 \bar{4} 1]$,由计算得 $b_c = \frac{a}{2} [1 0 \bar{1}]$,与 $[2 \bar{4} 1]$ 的夹角是 81.12° 。证实了这一结论:C为刃型分量较强的混合位错。

5.2 位错衬度分析

5.2.1 位错双像

先定义几个决定衬度分布的参数:

n 为操作反射 g 在位错柏氏矢量 b 方向上的投影值,即 $g \cdot b = n$ 。

s 为偏离参量,反映衬度观察时, g 偏离布拉格条件程度大小的参数。

x 为计算位错衬度(衍射振幅)时,表征讨论点相对于位错核心处、且垂直于位错线的坐标值。

$\beta = 2\pi sx$ 是一个包含衍射条件和讨论点位置坐标的综合参量。

通过计算,得到如图5-2的典型曲线。由图可见,无论刃型或螺型位错,其强度总是偏向核心一侧的。对刃型位错 $g \cdot b = 3$,螺型位错 $g \cdot b = 2$ 时,可以明显看到双峰。位错使电子束强度较多被散射到 $\beta < 0$ 一侧。而且 $g \cdot b = n$ 值愈大,偏离实际位错核心愈远。在明场照片上表现为双像。当衍射条件不能严格满足双束成像时,有时也可能出现双像。如图谱照片[15]。

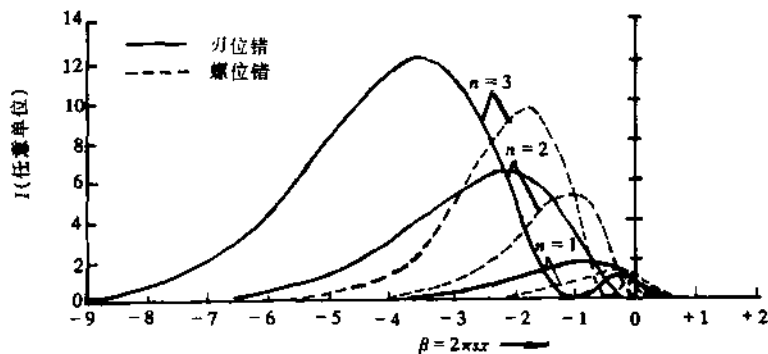


图5-2 不同 n 值下位错的衬度曲线,位错中心位于 $x=0$ 处

总之,下述情况之一出现双像:一是非严格双束成像,有一个以上的强衍射;二是特定的 g 反射,并使 $g \cdot b$ 值为2或3。改变衍射条件,可以使双像之一消失。

5.2.2 位错偶和超点阵位错

区别于特定的衍射条件所形成的位错双像和位错偶与超点阵位错这种实际上真实存在的两根成对位错,是十分重要的。

位错偶是分别位于相邻两平行滑移面上的符号相反的两平行位错,如图5-3(a)。超点阵位错则是位于同一滑移面上柏氏矢量相同的两平行位错(图5-3(b)),它们之间借助一片反相畴区联系起来,有点类似于两个不全位错之间借助于一片层错联系起来的情况。超点阵位错是有序合金中经常出现的位错组态。可用图5-3(c)所示的方法区别位错偶和超点阵位错。

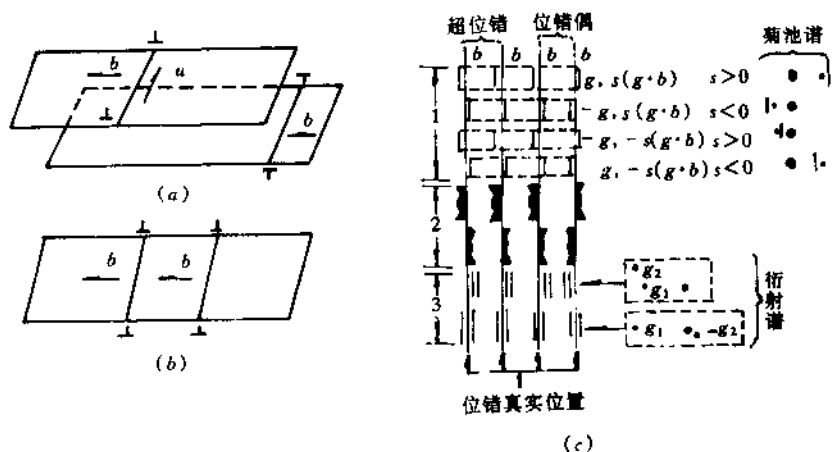


图5-3 位错偶和超点阵位错及其鉴别方法

(a)位错偶 (b)超点阵位错 (c)鉴别它们的方法

1. 倾斜试验 2. 点状衬度 3. 双衍射

如为位错偶,则改变 g 或 s 的符号,位错像间距将缩小或增大,波浪状衬度振荡峰由相向变成相背,或反过来,由相背变成相向。

如为超点阵位错,则改变 g 或 s 的符号时,像间距不变,衬度振荡峰同时反向。

鉴定时可通过菊池线相对于 g 反射斑的位置来定 s 的正负。规定菊池线在 g 斑点外侧 s 为负, $s < 0$;在 g 斑点内侧 s 为正, $s > 0$ 。

5.2.3 不全位错衬度消失判据

不全位错是层错和周围完整晶体的边界,两不全位错可同时也可单根显示衬度,也可二者均无衬度;二不全位错间的层错有时显示条纹衬度,有时衬度消失,依成像衍射条件而定。通常,将不全位错和层错的衬度结合起来进行分析。作为示例,下面讨论材料工作中最常见的面心立方晶体不全位错的可见性判据,此方法的一般原理亦适用于其它晶体结构不全位错的分析。

面心立方金属的不全位错有两类:肖克莱(Shockly)不全位错, $b = \frac{1}{6}\langle 112 \rangle$, 它可以是刃型的、螺型的或混合型的, 它们是可以滑移的。滑移结果使层错面扩大或缩小; 弗兰克(Frank)不全位错, $b = \frac{1}{3}\langle 111 \rangle$, 与层错面垂直, 属于纯刃型位错, 它们是在完整晶体的 $\{111\}$ 原子层中间插入或抽去原子平面的一部分而形成的层错的周界, 参看图 4-8(b) 和 (c)。弗兰克不全位错不能滑移, 只能垂直于 $\{111\}$ 面攀移, 当空位或间隙原子扩散到位错环上, 使环扩大或缩小, 便发生攀移运动。两种不全位错的 $g \cdot b$ 值, 根据选择不同的 g , 可以为 $0, \pm \frac{1}{3}, \pm \frac{2}{3}, \pm \frac{4}{3}$ 和 1 等, 见表 5-5。当 s_g 很小, 接近布拉格反射位置时, $g \cdot b$ 为 0 或 $\pm \frac{1}{3}$, 这时的不全位错实际上不可见。 g 选定以后, 使 s_g 取较大值, $g \cdot b$ 将取 $\pm \frac{2}{3}$ 或 $\pm \frac{4}{3}$, 此时不全位错处于较佳可见状态。有一个特定情况值得注意, 就是当 $g \cdot b = 0$ 时, 不全位错和它们中间夹着的层错有可能均不可见。而 $g \cdot b = \pm \frac{1}{3}$, 层错条纹可见, 其端部的不全位错却常常是不可见的。有经验的工作者, 依靠熟练的运用倾斜台的技术和恰当的选择 g , 运用这个规律, 可以区别 $g \cdot b = \pm \frac{1}{3}$ 和 $g \cdot b = 0$ 这两种不全位错。

5.2.4 位错环分析

判定位错像在其真实位错的哪一侧的方法, 是分析位错环性质的常用方法。实际工作中, 我们关心这些位错环是由空位片上下原子面的崩塌而形成的“空位环”, 还是由间隙原子片嵌入完整晶体面形成的“间隙环”? 前者是合金从高温淬火下来经常出现的缺陷, 后者则多见于合金在退火时效的过程中。它们都对合金的力学性能有重大影响, 是材料工作者十分关注的结构变化。前面我们谈到, 当 $s_g \cdot \xi_g \geq 1$ 时, 位错像总出现在位错核心实际位置的一侧。这一点对于一般位错线似乎并不提供直接有用的信息, 对位错环来说, 却显得十分重要, 它是判断位错环性质的依据。

1. 位错环布氏矢量的确定及像位置

位错环的 b 用 FS/RH 方法确定。参看图 5-4(a), 先在含不全位错的 P 区周围选定一个始点 S (Start), 顺时针方向按右手准则旋转, 围绕不全位错运行若干步, 使成封闭环路, 其终点为 F (Finished), F 、 S 相重。然后在不含位错的完整晶体部分, 严格按照完成上述环路的走向, 运行同样步数, 由于此处不含位错, F 、 S 不会重合, 取 F 指向 S 的矢量为此位错环的 b 。 b 有确定的方向与大小。用此方法确定的 b , 对空位环指向环面下方, 对间隙环指向环面上方。

位错环的像在真实位置的内侧还是外侧, 取决于 $(g \cdot b)s_g$ 的符号。首先是取决于 b , 也就是说, 在一定衍射条件下像的位置决定于位错环的性质; 第二是 g , 即成像所选定的操作反射; 第三是 s_g , 利用菊池线相对于 g 反射的位置所确定的偏离布拉格反射位置的程。二、三两项是成像条件。结论是(参看图 5-4(b)):

(1) 改变 s_g 或 g 的符号, 位错环的衬度峰(最强处)随之改变方向, 使环像的半径改变大小。具体说, 相对于位错真实位置, 对间隙环, 当 $(g \cdot b)s_g < 0$, 像在内; 当 $(g \cdot b)s_g > 0$,

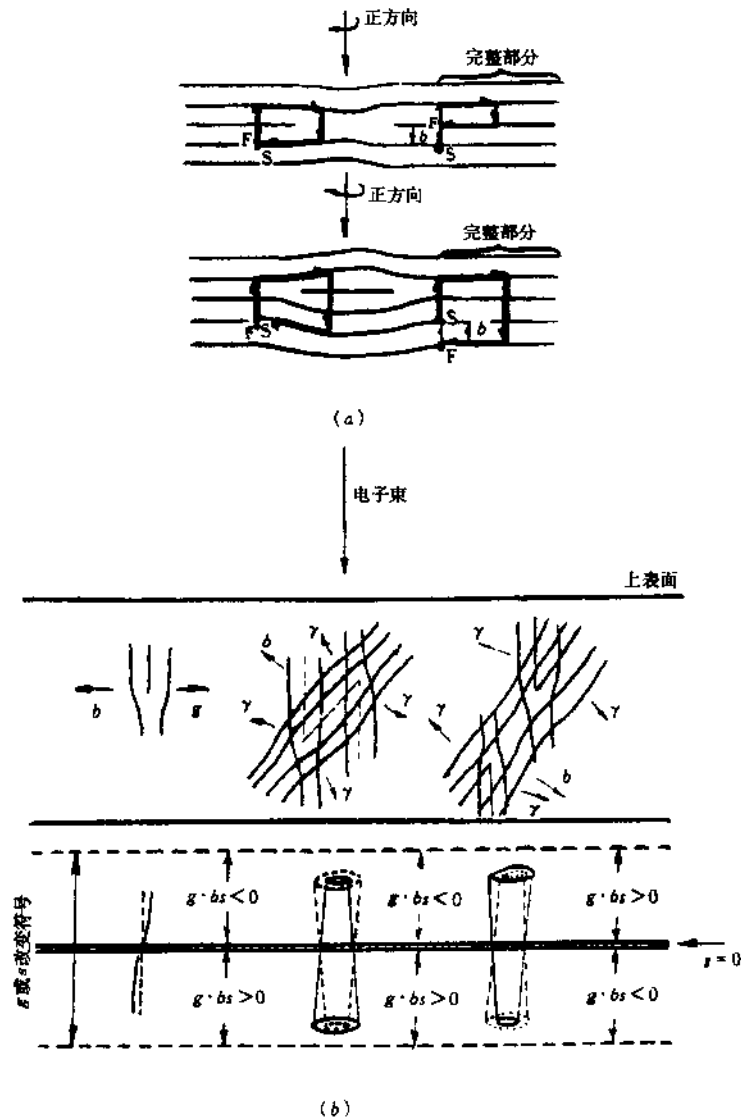


图 5-4 RS/RH 方法确定位错环的性质。

(a) FS/RH 方法 (b) 位错环的像位置随 $(g \cdot b)s_g$ 的符号而变。

实线——像的位置, 虚线——位错芯实际位置

像在外。若 $+g$ 时像在内侧, 则 $-g$ 时, 像移向外侧。

(2) 按图 5-4(b) 所示环所在平面的几何取向, 即平面从左下方斜向右上方, 而 g 指向右方, 则有:

当 $(g \cdot b)s_g > 0$ 时, 无论空位环还是间隙环, 环像均在实际位置外侧。反之, 若 $(g \cdot b)s_g < 0$, 则像在内侧。

(3) 如取向改变, 若环所在平面是下端偏右, 上端偏左, 则要求 g 向左, 当 $s_g > 0$ 时, 像在外; $s_g < 0$, 像在内。

(4)以 g 指向右方为正,单根位错线的像, $(g \cdot b)_{s_g} = 0$, 像和位错芯实际位置相重; $(g \cdot b)_{s_g} < 0$, 像在位错芯右方; $(g \cdot b)_{s_g} > 0$, 像在位错芯左方(图 5-4(b)下左端)。

从图 5-4(b)容易看出,取相同 g (都向右)和相同的 s_g ,当视场中同时有间隙环和空位环,若对间隙环满足 $(g \cdot b)_{s_g} < 0$,对空位环则满足 $(g \cdot b)_{s_g} > 0$;前者表现为像在真实位置的环内,后者与此相反,像比真实位错环的直径大。相同 g 条件,如果改变 s_g 符号,则衬像反过来,即:前者像在真实位错环外,后者像比真实位错环直径小。只要注意在相同倾斜取向平面内的间隙环和空位环,它们的 b 方向是正好相反的,就能理解这一点。

2. 位错环的衬度

位错环的衬度还有一个特点:整个环的 b 是唯一的。显然环各处的柏氏矢量刃型分量是不同的。必有某些部位螺型分量占主要成分,甚至就是纯螺型位错,在适当的 g 反射下,这些部位正好满足 $g \cdot b = 0$,从而位错环的衬度在此处中断。根据应变场计算出来的衬度分布曲线指出,在适当的 g 下,存在一根零衬度线。应当注意沉淀相的零衬度线,和位错环衬度中断的机理是不同的。沉淀相 g 总垂直于零衬度线。对位错环,只要环上的某些部位的 b 与 g 正交, $g \cdot b = 0$,即出现衬度中断。利用这个现象可以区别衍衬照片上的弥散共格细小沉淀相和小尺寸位错环。在位错环尺寸非常小时,看起来像一个小黑点,和时效初期的小尺寸沉淀质点是难于区别的。

此外,由于位错运动绕过质点而形成的全位错环,在适当 g 下,也可能消失衬度。这样的例子文献中亦屡有报道。

还有一种含层错的直径较大的位错环。环中的晶体由于少排一层原子,形成空位环,或多插入一层原子,形成间隙环。适当条件下,环中的层错可显示清晰的条纹衬度。典型例子是文献[6]中所介绍的电子辐照铜中观察到的例子。这是一个很有启发意义的例子。环上各位错段分别位于四个 $\{111\}$ 面,各位错的直边实际上是柏氏矢量为 $\frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ 的不全位错。利用不同的 g 成像,可以看到环的某一边线位错段显示衬度,而另一线段衬度消失。有时还伴随环中层错衬度的消失或显现。随着试样倾斜,环的形状也改变,或正六边形,或稍长的六边形,这可从它们所在不同 $\{111\}$ 面的几何关系得到解释。

5.2.5 几种典型位错组态分析示例

1. Frank-Read 位错源发出的位错环

通常低倍下在晶体表面观察到的滑移线是位错运动滑出晶体留下的变形痕迹。一条滑移带的滑移量约 $100 \sim 200 \text{ nm}$,而一根位错产生的滑移量仅为 b ,相当于 0.1 nm 。这就是说,一条滑移带是成千根位错滑出晶体的贡献。这样看来,似乎形变过程将使位错越来越少。实际情况并不是这样,例如严重冷加工金属塑性形变过程中,位错在不断增加,甚至可以达到 $10^{11} \sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ 的数量级。这就说明晶体中一定存在着某种使位错不断增值的源。Frank-Read 位错源就是常见的一种位错源,示意如图 5-5。

AB 是一根两端被固定(如被位错网的结点或其他障碍物,如第二相质点所固定)的位错。沿 b 方向加切应力 τ ,位错沿着力的方向弓出。单位长度位错线所受的力为 $f = \tau b$,它总与位错线垂直。弯曲过程继续下去,达到图 5-5(d)状态,在 T、S 两点,由柏氏矢量分析可知这两点对应的小位错线段一根是左螺位错,另一根是右螺位错,符号相反,

相遇后相互吸引而抵消,这就是图 5-5(e)状态,留下一根原来的 AB 位错和环绕它的位错环。上述发射位错环的过程可以继续下去,围绕原位错形成许多位错环,如图 5-5(f),这些位错环不断扩展,直至抵达上下试样表面,在截取试样时,便可得到如图 5-5(g)所示的两种情况,一是完整的半个环,如“L”,二是变成相对环抱的两个弧段,如“PP”。例子见图谱照片[12]的上部。

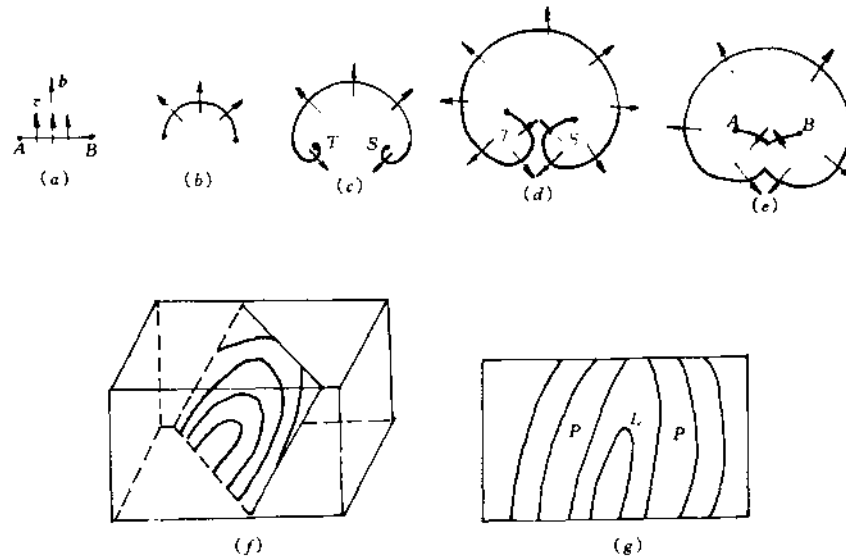


图 5-5 Frank-Read 源发射位错的过程

由交滑移也可以使位错增殖,示意如图 5-6。图中白色平面为面心立方的三个 $(1\bar{1}0)$ 面,它们是主滑移面,彼此平行。打阴影的两个平面(O、K)为与主滑移面相交的交滑移面。AB 为位错源,由它产生一系列位错环,最外的位错环的一段到达界面 C、D 处发生交滑移,沿 O 面滑移至平行的第二个 $(1\bar{1}0)$ 上面,在 E、F 两点被割阶所钉扎,于是在此滑移面上,重复刚刚发生的过程。如此交滑移→割阶钉扎→发射位错,这个过程可以周而复始,继续进行下去便得到一种复杂的衍射图像。示例见图谱照片[12]。

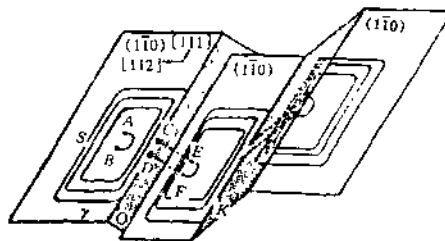


图 5-6 螺位错通过双交滑移使位错增值

白色平面为主滑移面 $(1\bar{1}0)$;O、K 为交滑移面,S 为螺形分量,Y 为刃型分量。

2. 位错塞积 (pile-up)

在切应力作用下,由位错源产生的位错沿滑移面作定向运动,遇到障碍物时,它们被阻止并塞积在障碍物前,称为位错塞积。常见的障碍物为晶界、第二相质点或其它缺陷。先行的位错对后来的位错有一斥力,整个塞积群对位错源也有反作用力,塞积群中位错数目愈多,这种作用于源的反作用力也愈大,直至阻止源继续发射位错。塞积列中的位错数 n 与滑移方向的分切应力 τ_0 和源与障碍物间的距离 L 有如下关系

$$n = \frac{k\pi\tau_0 L}{Gb} \quad (5-3)$$

式中 k 为与位错性质有关的系数。对螺位错 $k=1$; 对刃位错 $k=1-\nu$, ν 为泊松比, G 是晶体的切变模量, b 是柏氏矢量的模。

塞积群中的各个位错既受外加应力 τ_0 的作用,也受到其前后位错应力场的作用,随它在列中的位置而异,即各位错的受力状态是不同的。设从障碍物一端算起第 i 个位错到障碍物的距离为 x_i , 则有

$$x_i = \frac{Gb\pi}{16k\pi\tau_0}(i-1) \quad (5-4)$$

参看图 5-7(a), 由(5-4)式可见, 列中位错的分布是不均匀的, 愈靠近障碍物愈密。塞积列中的最前端领先位错承受着很大的应力集中, 分析指出, 其数值为外切应力 τ_0 的 n 倍。随着塞积群中位错数目 n 的增加, 应力集中也不断加大。达到一定程度时, 塞积群的某些位错的螺型分量, 可以越过障碍发生交滑移; 更多的情况是在障碍物处萌生微裂纹造成破坏, 在形变的持续作用下, 可使微裂纹长大超过临界尺寸, 引发宏观破坏。另一种情况是引发塞积处相邻晶粒位错源的开动, 发射新的位错, 如图 5-7(a) 的“P”处。电镜上观察到的塞积列示意图如图 5-7(b), 投影到照片上, 如图 5-7(c)。实例见图谱照片[3]、[4]。

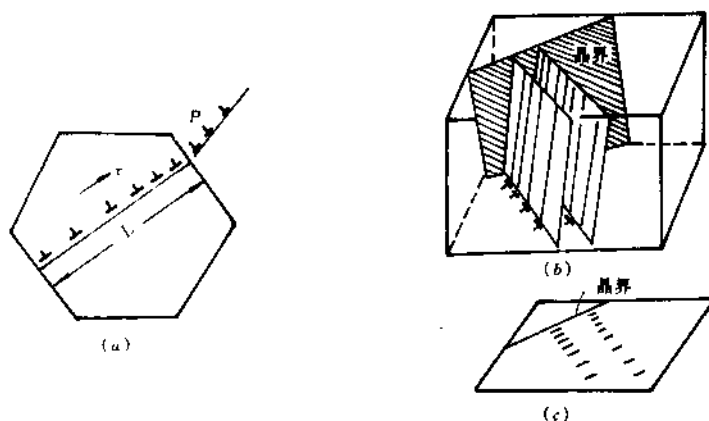


图 5-7 晶界处位错塞积示意图

我们在 Ni 基高温合金中对位错源发射位错列的情况进行动态观察^[34],得到了一些有意义的结果:发现观察到的位错列并非一定出于同一滑移面,见图谱照片[3]、[75]。为了更好地利用位错塞积这一微观结构参数描述和材料强化有关的问题,我们建议引入单个滑移面平均位错列密度 ρ_i 的概念,以和表观位错列密度 ρ_s 相区别,它们的关系是

$$\rho_s = N\rho_i \quad (5-5)$$

式中 N 为有塞积位错的平行滑移面数。

3. 位错网络的形成^[35]

设想 FCC 晶体中有相交平面 A 和 B (图 5-8), A 上有位错塞积群,其 b 为 DC , B 上有螺位错, $b = CB$, 它们相交截时二者相差 120° , 由第四章 4.3.1 节可知,应产生下述反应,反应的产物是柏氏矢量为 DB 的位错:

$$DC + CB \rightarrow DB$$

即
$$\frac{1}{2}[011] + \frac{1}{2}[1\bar{1}0] \rightarrow \frac{1}{2}[101]$$

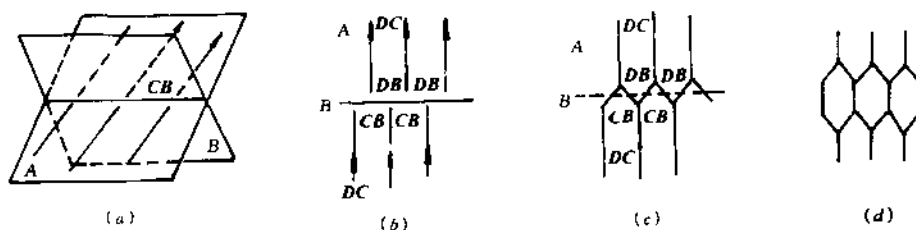


图 5-8 六角位错网络的形成

由线张力作用,为维持结点处的平衡,最终将形成如图 5-8(c)的状态。可以设想,若 B 平面不是一个平面,而是一组平行平面,即与 A 面位错列发生反应的是 CB 位错列,其结果将是如图 5-8(d)所示的六角位错网络。实例见图谱照片[49]等。

4. 位错的攀移、割阶和弯结

低温下,在材料中的空位和原子扩散非常困难,又不存在非平衡态的点缺陷浓度的条件下,位错的运动几乎只限于滑动。然而,在高温下,刃型位错可以借助于攀移而离开滑移面。通常把刃型位错垂直于滑移面的运动称为攀移。由于不可能实现半原子平面的整体向上或向下攀移,只能在位错的某些区段先形成割阶,如图 5-9(a)、(b),然后借助于空位向割阶处扩散(等同于割阶处的原子扩散离开割阶),使多余半原子面缓慢向上收缩,攀移一个原子间距称为正攀移,如图 5-9(a)。反之,空位扩散离开割阶(等同原子扩散到割阶处),半原子面通过割阶运动向下伸长一个原子间距,称为负攀移,如图 5-9(b)。两种攀移都受空位和原子扩散过程的控制。范性形变中位错间的交割和位错在障碍物前受阻,都可能形成割阶。实验表明,在充分退火的晶体中也普遍存在着割阶。

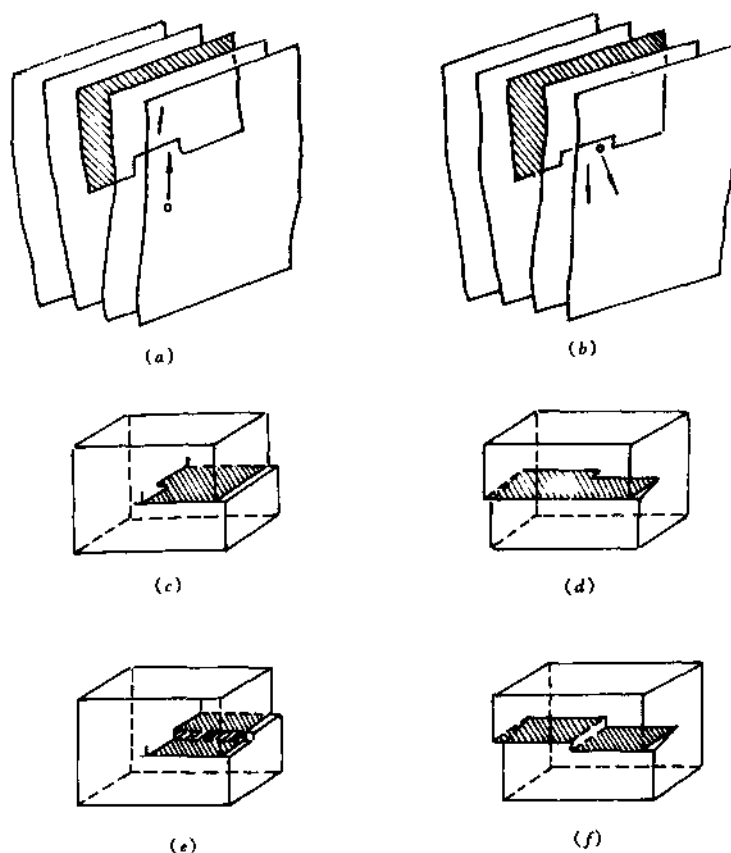


图 5-9 攀移、割阶与弯结

(a)(b)(e)为刃位错割阶 (c)为刃位错弯结 (d)为螺位错弯结 (f)为螺位错割阶
打阴影平面:(a)、(b)为半原子面,其余四图为滑移面

位错攀移激活能由割阶形成激活能和空位扩散激活能两部分组成。可以不考虑割阶形成以前的激活能,近似认为攀移激活能等于空位激活能。对 $\alpha\text{-Fe}$, 空位激活能为 2.5eV , 室温下, $kT = 0.026\text{eV}$ 。可见常温下使位错仅靠热激活而实现攀移是不可能的。一般情况下攀移是材料在高温下工作的重要过程(例如蠕变与回复)。合金在塑性变形后,位错无规则地分布在滑移面上,将合金加热到一定温度,其中的刃位错将通过攀移离开滑移面。它们之间发生交互作用,沿纵向排列起来,实现“多边化”,形成亚晶。同时也使形变内应力得到消除或部分消除。

和刃位错不同,螺位错的柏氏矢量平行于位错线,无半原子面,因此不能攀移,但可发生交滑移。此外,混合位错上的小刃型分量或割阶,也可以提供开始攀移的位置。由空位片上下的原子面崩塌而形成的空位环是纯刃位错。高温回复处理时,若观察到这些位错环逐步收缩,直至消失,则可肯定热回复已使这些位错环发生了攀移。

由上述讨论可知,割阶是位错线上的一种台阶,如图 5-9(a)、(b)、(e)、(f)。移动它们可以使位错由一个滑移面提升或下降到另一与前一滑移面平行的原子面。还有一类台阶,其弯折部分不是垂直于滑移面(像上述割阶),而是位于滑移面上,如图 5-9(c)、(d),称之为弯结。比较图 5-9(a)、(b)、(e)、(f)和(c)、(d),可以看出它们的差异。其相同点是它们都具有与所在位错线相同的柏氏矢量,因而对于它们的保守运动和非保守运动而言,一般规律也是适用的。弯结的滑移面和所在位错的滑移面相同,故弯结不会阻碍位错线的滑移,且有助于滑动。同理,刃位错的割阶(图 5-9(a)、(e))也不会影响滑移。但是,螺位错的割阶(图 5-9(f))具有刃位错特征,只能沿该位错线滑动,垂直于柏氏矢量方向的运动,则要借助于攀移。如螺位错在滑移同时,又发生割阶攀移,则后者将阻碍螺位错的滑移,并导致滑移过程中产生点缺陷。

5. 面角位错(Lomer Cottrell dislocation)

面角位错,又称 L-C 位错或 L-C 锁,是面心立方金属中一种由两个相交 $\{11\bar{1}\}$ 滑移面上的位错发生反应的产物,它对于材料加工硬化起着十分重要的作用。其产生机制如图 5-10(a)、(b)所示。图(a)上, $\pi_1-(111)$ 和 $\pi_2-(11\bar{1})$ 二者均为 FCC 的滑移面,它们相交于 BC,如图(a)和(b)所示。设 π_1 和 π_2 上分别有位错 L_1 、 L_2 ,其柏氏矢量分别为 $DC = \frac{1}{2}[011]$, $CA = \frac{1}{2}[10\bar{1}]$ *。低层错能时 L_1 、 L_2 分别在 π_1 和 π_2 上作如下分解(参看图 4-6(b)):

$$\begin{aligned}\pi_1: DC &\rightarrow D\alpha + \alpha C, \text{ 即 } \frac{1}{2}[011] \rightarrow \frac{1}{6}[112] + \frac{1}{6}[\bar{1}21] \\ \pi_2: CA &\rightarrow C\delta + \delta A, \text{ 即 } \frac{1}{2}[10\bar{1}] \rightarrow \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{6}[11\bar{2}]\end{aligned}$$

分解的结果是在 π_1 和 π_2 上留下扩展位错 F_1 和 F_2 ,如图 5-10(c),在切应力作用下, F_1 和 F_2 相向运动,它们的领先位错 αC 、 $C\delta$ 最终相迁在交线 BC 处,形成新位错 $\alpha\delta = \frac{1}{6}[110]$ (如图 5-10(d)),它正好是 π_1 和 π_2 交汇处,称为面角位错或 L-C 锁。这个反应是:

$$\alpha C + C\delta \rightarrow \alpha\delta$$

即
$$\frac{1}{6}[\bar{1}21] + \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}] \rightarrow \frac{1}{6}[110]$$

而角位错 $\frac{1}{6}[110]$ 的滑移而是 (100),是刃位错。它与 π_1 和 π_2 面上的另外两个不全位错 δA 和 $D\alpha$ 相连,组成一个三角层错带(图 5-10(d))。L-C 位错的特点是:它既不能在原来的 π_1 、 π_2 上运动,且由于被 π_1 、 π_2 上两个不全位错 δA 和 $D\alpha$ 拖住,也无法在自己的滑移面(100)上运动,成了一个“死”位错。故又称“不动位错”或 L-C 锁。由于 FCC 金属中 $\{111\}$ 面相交的可能组合有 6 种,故形变时形成 L-C 锁的机会是很多的。

* DC 和 CA 均为 Thompson 三角形中的全位错符号。

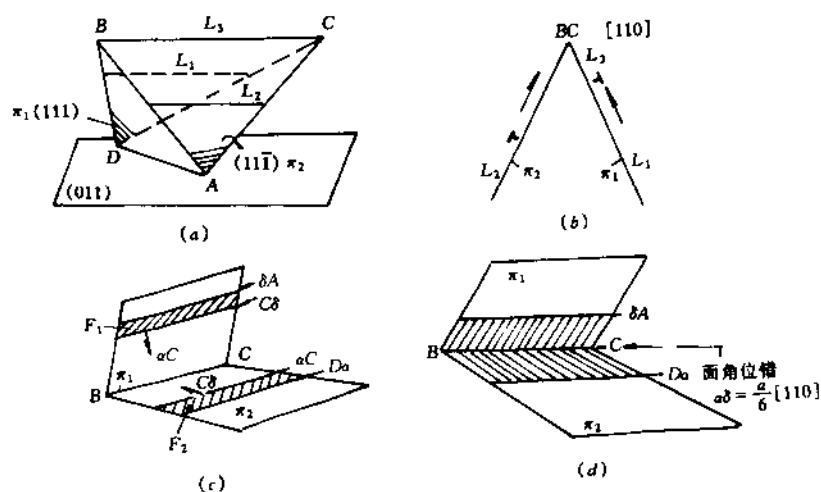


图 5-10 面角位错的形成过程

由于它们不可动,往往成为滑移面上其它位错运动的障碍,导致材料的加工硬化。电镜上观察到的位错塞积,在许多情况下,总堵塞在 L-C 锁处。当塞积群中位错数不断增加时,此处可能导致高度应力集中,加上此处可能存在第二相或杂质,因而组织结构疏松,故这里往往成为微裂纹萌生的敏感地区。L-C 锁受到材料物理学工作者的重视。个别情况下,也曾在形变 FCC 金属中观察到塞积位错在适当应力下,通过交滑移绕过 L-C 锁的例子,但这是极为罕见的。

5.2.6 动力学效应对像衬的影响

1. 对位错像衬的影响

成像时若某一个低阶反射或多束被激发,必须采用考虑吸收的动力学理论分析位错像衬。这时位错的衬度(强度)轮廓与位错所在处的深度关系极大。Howie 和 Whelan^[36]曾讨论过倾斜位错的像衬特征,是动力学效应的一个例子。若位错斜躺在试样中,其明场像在靠近膜的上下表面部位,强度出现明显摆动起伏,在 $s_g = 0$ 处,起伏最大,低指数反射成像时,这种摆动尤甚。高指数反射成像却不那么明显,因为 $|g|$ 增加, ξ_g/ξ'_g 也变大,而 ξ_g/ξ'_g 增大,振幅的摆动减弱。由此可知,无论是采用大的 s_g 或大指数的 g ,位错都在其穿过膜中的全程上表现为暗线(BF),一旦换用低指数反射,且在 $s_g = 0$ 下成像,靠近上下膜面部位的位错线段,就会出现强度摆动的特征像衬。

对 $g \cdot b = n = 1$,位于膜中心的螺位错的明场和暗场像,像宽度约为 $\xi_g/5$,由于大多数金属的 ξ_g 是 20~50nm,故位错像宽是 4~10nm。对 $n = 2$,处于布拉格反射位置成像的位错像将分裂为 2。不全位错因动力学效应,也将带来一些新的特点。

若螺位错方向 u 垂直于膜面,平行于入射电子束方向,靠近布拉格反射位置成像,其衍衬像表现为黑白瓣的衬度特征。这个特征也可用表面点阵松弛和由此带来的点阵参数局部改变来解释。类似效应也出现于垂直于膜面的刃位错露头像处,不过较弱。

由于动力学效应对像衬影响的复杂性,在分析位错和层错的像衬时,有必要采用像模拟计算并与实验像匹配比较的方法。这时需要知道成像条件的精确参数,将计算像(往往不是一套)与实验像进行比较,得出结论。至于倾斜位置的层错,还需要计算二维像。

2. 对层错像衬的影响

上述成像条件下,层错像也有类似动力学效应。Hashimoto、Whelan 和 Howie^[37]计算了反常吸收对层错衬度的影响,其结果已得到较厚试样中层错成像实验结果的证实。在 $\alpha = 2\pi/3$ 层错的观察中,看到了如下动力学效应:

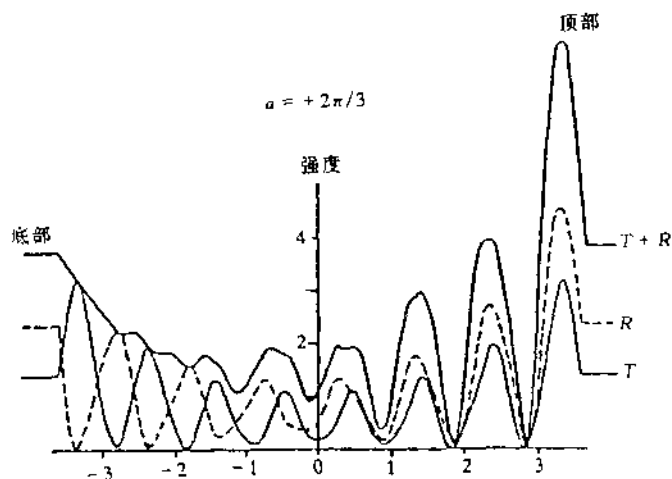


图 5-11 反常吸收对倾斜层错明、暗场像衬度的影响

(1) 相对于膜中心,暗场像条纹不对称,明场像条纹仍为对称。如图 5-11,图中 T 为透射束强度(明场), R 为布拉格反射强度(暗场),可看到下表面处明暗场强度互补,而在上表面处不互补。这就是说,在上表面电子束入射端,明、暗场像的极大和极小在层错的同一倾斜深度处出现,而在下表面即电子束出射端,明场的极大与暗场的极小出现在层错同一倾斜处。从 $(T+R)$ 曲线看出多束像中倾斜层错上下表面处的条纹强度是不对称(不等强)的。

(2) 从图 5-11 还可看到,明暗场像膜中心区域的条纹衬度减弱,若膜很厚,则中心区域的层错条纹将完全消失。布拉格位置成像,在中等膜厚试样的中心部位,可看到条纹成对的现象,但在膜的上下表面处仍为正常的条纹衬度。

(3) 对 $\alpha = +2\pi/3$ 的层错,明场像第一根条纹是亮纹,而对 $\alpha = -2\pi/3$ 层错,第一根条纹为暗纹。若 g 方向已知,这一点可用来确定层错的类型。

5.3 位错密度测定

5.3.1 概述

位错密度是研究材料形变过程和微观结构对力学性能影响的重要参数。测定位错密度的方法有二,一是 X-射线方法,它是根据位错密度对 X-射线展宽的函数关系建立起

来的方法。它虽不能在测量时同时看到位错,但它的结果反映了一定的试样体积内由形变强度(它与位错密度成正比)对谱线的影响,有统计平均的意义。二是电镜方法。此法最大的优点是测量时能同时观察位错的组态和分布,比较直观。缺点是,由于试样中的位错并非均匀分布;位错在电镜观察时,是否显示衬度,受衍射条件的限制;试样很薄,其位错密度并不等同于大块试样的真实密度。以上因素再加上所选测量视场有限,使得电镜测量结果虽可作为对不同合金不同处理条件下的位错密度进行比较的参考,作为绝对数量上的依据则应慎重。事实上,迄今为止同一处理条件下的同一材料的位错密度,不同作者发表的数据往往出入很大。故引用文献数据时,应作具体分析。分歧很大时,建议同时用 X-射线方法进行测定,将所得结果与电镜结果作比较,对数据进行合理分析。此外位错密度只有数量级的意义,数据精度取舍应该注意。

为了使电镜测量结果的代表性更好一些,建议测得一个位错密度数据的视场不得少于 50 个。

5.3.2 电镜方法测位错密度的原理和方法

位错密度 ρ 定义为晶体单位体积内所含位错线的总长度,即

$$\rho = \frac{L}{V}$$

V 为被测量区域晶体的体积, L 为该体积内位错总长度。单位为 cm^{-2} 。实际工作中测量 L 和 V 的准确值均有困难。但按体视学原理,经过简单推导,可以得到位错密度与位错交截单位面积的截点数 ρ_A 之间存在着简单关系:

$$\rho_A = \frac{\rho}{2} \quad (5-6)$$

从照片上测得的截点数 $\rho'_A = 2\rho_A = 2 \times \frac{\rho}{2} = \rho$ (考虑到上下膜面截点均投影到底片上)。即

$$\rho'_A = \rho \quad (5-7)$$

实际测量时, ρ'_A 包括位错露头,即单根位错的两个端点以及其它位错截点。注意这应是不少于 50 个视场的统计平均值。

(5-7)式适用于较低位错密度($10^4 \sim 10^6 \text{cm}^{-2}$)试样的测量。当位错密度较高时,应考虑试样厚度 t 的因素。令 ρ'_L 为从照片上测得的位错与单位长度直线的交点数,由(5-6)式,有

$$\rho'_L = \rho_A \cdot t = \frac{\rho}{2} t$$

或

$$\rho = \frac{2\rho'_L}{t} \quad (5-8)$$

更高位错密度的材料,建议采用 X-射线法进行测量。

5.4 扩展位错分析

5.4.1 概述

如前所述,全位错分解为两不全位错,它们之间夹着一片层错。扩展位错是两不全位错与层错的统称。显然,分析层错和分析作为层错边界的不全位错直接相关。从扩展位错分析中,归纳出如下几点,对从整体上把握扩展位错的分析是有益的。

1. 层错是同一晶体结构材料中的一种面缺陷,其两侧晶体仍为完整晶体,且晶体结构和取向相同,故在层错两侧作电子衍射时,有相同的衍射谱。否则,虽有条纹衬度,也不是层错。

2. 因为层错两侧结构取向均同, g 相同, s_g 一般也无大异(远离层错处可能因局部畸变而略有差异),故层错两边晶体衬度基本相同。

3. 层错条纹衬度的来源是电子束穿过层错区时,层错提供了 $\alpha = 2\pi g \cdot R_F$ 的相位变化, R_F 是层错相对于完整晶体的位移矢量,即层错矢量,而 R_F 不是点阵平移矢量或其整数倍。即层错面处,上下两部分晶体发生了非点阵平移矢的位移 R_F 。虽然此 R_F (因而 $\alpha = 2\pi g \cdot R_F$) 在层错面各处均为定值,但整个下半部晶体相对于上半部晶体都发生了位移。这就是说,层错给原本是完整晶体的试样,斜插了一个“相位移面”,这类似如位错衬度分析时,由于位错的存在,使晶体局部附加上了一个“点阵相位移” $2\pi g \cdot R_d$ (R_d —位错引起的点阵位移,即(5-1)式中的 R)。 $g \cdot R_d = 0$, 位错衬度消失; $g \cdot R_F \neq 0$, 层错条纹衬度消失,这是一个道理。

4. 为了说明层错条纹衬度的特点,引入计算层错的强度公式^[6]:

$$I_g = \Phi_g \Phi_g^* = \frac{1}{(\xi_R s_g)^2} \left| \sin^2 \left(\pi s_g + \frac{\alpha}{2} \right) + \sin^2 \frac{\alpha}{2} - 2 \sin \frac{\alpha}{2} \sin \left(n t s_g + \frac{\alpha}{2} \right) \cdot \cos(2\pi s_g \cdot z) \right| \quad (5-9)$$

由(5-9)式可知(图5-12):

(1) 若试样厚度 t 取向 s_g 恒定,层错情况下, $\alpha = 2\pi g \cdot R_F$ 是恒定的,则 I_g 随深度 z 作周期变化。周期是 $\frac{1}{s_g}$ 。

(2) 层错在试样中同一深度 z 处, I_g 相同,因此层错像表现为平行于膜面与层错交线的明暗相间的条纹(图谱照片[9][11][20]等)。

(3) s_g 增加,使取向更偏离布拉格位置,条纹间距变小、变密,强度锐减。

(4) 由于 $\cos(2\pi s_g z)$ 为偶函数,条纹强度相对于中心呈对称分布。

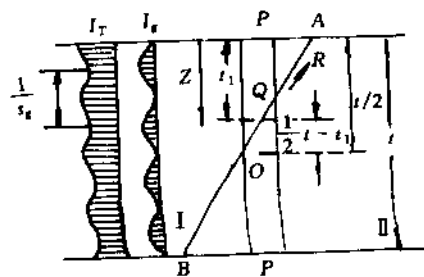


图 5-12 计算层错衬度的柱近似模型

(5) 倾斜层错与楔形边缘等厚条纹相似, 深度周期同为 $\frac{1}{s_g}$ 。二者区别在于: 楔形边缘等厚条纹无上述第(4)条“衬度中心对称”的特点; $\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_F = 0$, 可使层错条纹消失, 而等厚条纹则不可通过选择 $\mathbf{g}$ 使之消失, 改变取向, 只能使厚度条纹数目增加或减少, 因为楔形边缘仍为完整晶体, 无 $\mathbf{R}$, 不存在相位改变的问题。

5.4.2 扩展位错分析

面心立方金属中扩展位错分类如表 5-9。

表 5-9	面心立方晶体中的扩展位错	
	切变滑移型	插入、抽出型
$\mathbf{R}$	$\frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$	插入 $\frac{1}{3}[\bar{1}11]$
	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{2}1]$	抽出 $-\frac{1}{3}[\bar{1}11]$
	$\frac{1}{6}[\bar{2}11]$	
边界不全位错	Shockly 不全位错	Frank 不全位错
	$\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$	$\pm \frac{1}{3}\langle 111 \rangle$

1. 切变滑移型层错及不全位错分析

面心立方晶体的层错面为 $\{111\}$, 表 5-10 给出了这类扩展位错分析的实例。它很好地说明了:

(1) 分析扩展位错时需将不全位错和层错的衬度结合进行分析。

(2) 选择合适的 $\mathbf{g}$ 的重要性。至少要有一个操作反射能使层错显示衬度。例如对 $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ 位错的分解, 仅取 $(2\bar{2}0)$ 反射成像, 将只看到两段不全位错, 层错消像, 以致有可能误为两根独立的全位错。应换用 (200) 成像, 可使层错显像, 此时若同时有右不全位错亦显像, 则反应是:

$$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{2}1] + \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$$

若同时有左不全位错显像, 则反应是:

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

不全位错和层错性质同时确定。层错为典型切变滑移型层错, 边界为 $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ 型 Shockly 不全位错。这种不全位错有较好的可动性, 可以在滑移面滑移, 导致层错面扩大或缩小。

表 5-10

(111)扩展位错的衬度分析

位错反应		$\frac{a}{2}[1\bar{1}0] = \frac{a}{6}[1\bar{2}1] + \frac{a}{2}[2\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0] = \frac{a}{6}[1\bar{2}1] + \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{a}{2}[01\bar{1}] = \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[11\bar{2}]$	$\frac{a}{2}[01\bar{1}] = \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[11\bar{2}]$
g		200	2 $\bar{2}0$	200	2 $\bar{2}0$
$g \cdot b(g \cdot b_p)$	全位错	1	2	0	-1
	左不全位错	$+\frac{1}{3}$	1	$-\frac{1}{3}$	-1
	右不全位错	$+\frac{2}{3}$	1	$+\frac{1}{3}$	0
$\alpha = 2\pi g \cdot b$	α 层错	$\frac{2\pi}{3}$	0	$-\frac{2\pi}{3}$	0
	α 左不全	$\frac{2\pi}{3}$	2π	$-\frac{2\pi}{3}$	2π
	α 右不全	$\frac{4\pi}{3}$	2π	$\frac{2\pi}{3}$	0
衬度示意图					
衬度说明		层错可见;仅一侧不全位错可见	层错不可见;左右不全位错均可见	层错可见;不全位错不可见	仅左不全位错可见
衬度判据	缺陷	不全位错		层错	
	$g \cdot b_p(g \cdot R_F)$	有衬度 $\frac{2}{3}$ 或非零整数		$\frac{1}{3}$ 或 $\frac{2}{3}$	
衬度判据	$g \cdot b_p(g \cdot R_F)$	无衬度 $\frac{1}{3}$ 或0		0或非零整数	

2. 插入型和抽出型层错分析

插入型层错 $R_F = \frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ 抽出型层错 $R_F = -\frac{1}{3}\langle 111 \rangle$

鉴别这二类层错借助暗场像。将可选取的操作反射分为 A、B 两类。A 类指:222、440、200;B 类指:111、220 和 400。经磁转角校正后,将所选取的 g 标注在暗场像中心。结果判定如表 5-11:

$$\alpha = 2\pi g \cdot b \quad g \cdot b(g \cdot b_p) \quad g \cdot b_p(g \cdot R_F)$$

$$\alpha = 2\pi g \cdot b \quad g \cdot b(g \cdot b_p) \quad g \cdot b_p(g \cdot R_F)$$

表 5-11

插入型和抽出型层错判定^[7]

$\alpha = 2\pi g \cdot R_{\perp}$	外 侧 条 纹		B 型 g (111 220 400)	A 型 g 222 440 200
	BF	DF		
$\frac{2}{3}\pi$			插入型 	抽出型
$-\frac{2}{3}\pi$			抽出型 	插入型

亮线

暗线

例：选择 A 型 g ：当 g 指向暗纹一侧，为抽出型；当 g 指向亮纹一侧，为插入型。

选择 B 型 g ：当 g 指向暗纹一侧，为插入型；当 g 指向亮纹一侧，为抽出型。

3. 层错条纹衬度特征与上下表面对应关系

根据层错明暗场像外侧条纹的衬度特征确定膜的上下表面。在中心暗场像(CDF)下，有如下规律，列于表 5-12。

表 5-12

层错明暗场像外侧条纹衬度特征与上下表面对应关系

外 侧 条 纹 衬 度 特 征 相 位 角	B F		C D F	
	对应上表面	对应下表面	对应上表面	对应下表面
$\sin\alpha > 0$				
$\sin\alpha < 0$				

亮线

暗线

(1) 层错靠近下表面部位，明暗场像衬度相同，同为亮纹或同为暗纹。

(2) 层错靠近上表面部位，外侧条纹明、暗场像衬度互补，一亮一暗。

4. 重叠层错衬度

这主要取决于层错重叠后的合成相位角的结果，有以下几种情况：

(1) 两个 $\frac{2}{3}\pi$ 层错相重，

$$\alpha_{\text{合}} = \frac{2}{3}\pi + \frac{2}{3}\pi = \frac{4}{3}\pi \equiv -\frac{2}{3}\pi$$

重叠部分相当于一个 $-\frac{2}{3}\pi$ 层错的特征。

(2) 三个 $-\frac{2}{3}\pi$ 层错相重, 则中心部分有两层, 一为三重部分, 其

$$\alpha_{\text{合}} = \left(-\frac{2}{3}\pi \times 3\right) = -2\pi$$

最中心部分不显示条纹衬度。紧靠中心的外层为二重部分, 其

$$\alpha_{\text{合}} = \left(-\frac{2}{3}\pi\right) \times 2 = -\frac{4}{3}\pi \equiv \frac{2}{3}\pi$$

和上述(1)的重叠情况有相反的衬度。

(3) 一片 $-\frac{2}{3}\pi$ 和一片 $\frac{2}{3}\pi$ 层错相重, 其

$$\alpha_{\text{合}} = -\frac{2}{3}\pi + \frac{2}{3}\pi \equiv 0$$

重叠部分不显示条纹衬度, 明场下外侧条纹一亮一暗。

也可参看文献[4]第 377 页所推荐的方法, 对重叠层错的衬度进行分析。

5.5 层错能测定

层错能是形成单位面积层错所需之能量, 单位是 $10^{-7}\text{J}/\text{cm}^2$, 记作 γ 。有时定义为形成单位面积层错给系统增加之能量。系统能量增加是由于层错破坏了晶体的正常周期性, 使电子发生额外散射。但层错仅破坏原子的次近邻关系, 没有破坏最近邻关系, 因此几乎不产生畸变, 畸变能可以略而不计。相对于晶界能来说层错能是低的。层错能是表征材料力学性能(例如加工硬化)的重要参数。层错能低, 层错易形成、易扩展, 位错束集愈困难, 愈难于交滑移, 因而也易于塞积在晶界等障碍物前, 导致加工硬化。表现在合金微结构上, 则是不易看到胞状组织。反之, 层错能愈高, 则易于交滑移, 位错不易塞积, 使加工硬化率下降。不同晶体结构的金属, 或同种结构的两种不同金属, 层错能值可以很不相同。表 5-13 给出了常见金属的层错能值。

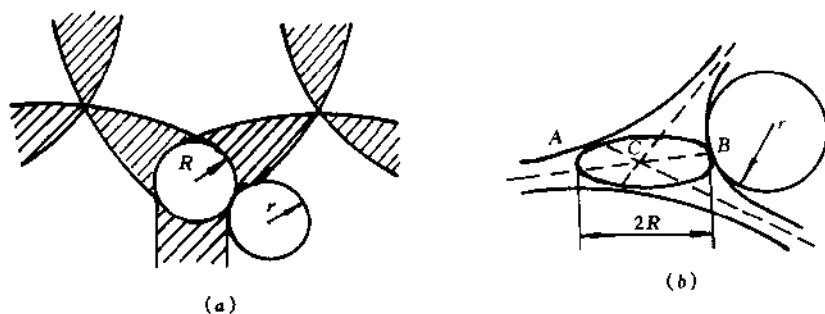
表 5-13 常见金属的层错能

金 属	Ag	Au	Cu	Al	Ni	不锈钢
$\gamma (10^{-7}\text{J}/\text{cm}^2)$	20 ^[38]	24~47 ^[39]	40 ^[40]	170 ^[41]	140 ^[39]	19 ^[42]

不同作者给出的同一金属的 γ 值往往出入很大。这是由于测量方法不同所引起的。电镜方法和利用 X 射线方法测量的结果也常有很大差异。后者是根据层错对衍射漫散射影响而获得的平均效应, 较之电镜方法要更为可信。对待不同来源的层错能数据, 应作具体分析。在利用不同方法所测层错能数据进行比较时, 应当谨慎。

电镜方法测层错能, 通常利用位错形成网络时扩展结处的内接圆半径 R , 参看图 5-13(a), 按下述公式进行换算^[43]:

$$\gamma = \frac{0.3Gb^2}{R} \quad (5-10)$$

图 5-13 利用扩展结半径 R 测层错能(a) 利用扩展结内接圆半径求 γ (b) 对投影内接椭圆半径的修正

式中 $G(\text{MN/m}^2)$ —切变弹性模量, $b(\text{nm})$ —不全位错柏氏矢量, $R(\text{nm})$ —扩展结内接圆半径。

采用此方法遇到的困难是照片上所看到的结点是三维结点在二维平面上的投影, 因此测量误差很大, 应当修正。文献[36]曾建议: 因投影使圆变成椭圆, 可利用结点三个臂三根中线(图 5-13(b)的虚线)的交点 C 作为椭圆的对称中心, 做出内接椭圆, 其长轴 AB 近似等于真实内接圆的直径, 即

$$AB \approx 2R$$

于是取 $R = \frac{1}{2} AB$ 代入(5-10)式, 即可求得 γ 。

5.6 弱束成像的原理与实验技术

常规的衍衬技术已经为材料微观结构的研究做了大量工作, 也不乏有意义的结果。但是实际工作提出了这样的问题: 材料的各种性能往往与线尺寸更小的微观结构特征关系极大。材料工作者日益把注意力转向更细微的结构细节的研究, 例如位错核心附近的应变状态, 非常靠近的两根位错线上的状态和行为, 早期时效阶段第二相微小粒子在位错线上的形核, 以及其它微区域的晶体畸变等。这些结构特征的细节, 一般只几纳米, 它们虽然不到原子尺寸的水平, 但常规衍衬技术已经不能解决问题。因为常规衍衬像宽约为 $\frac{1}{3} \sim \frac{1}{5} \xi_s$, 这个尺寸足以掩盖几个纳米尺寸的细节。例如奥氏体 220 反射成像, 在 200kV 下, $\xi_{220} = 56.5 \text{ nm}$, 因此位错像宽在 10~20nm 之间, 而早期时效沉淀的粒子尺寸有时不到 5nm, 位错像宽足以掩盖掉这些沉淀粒子。解决这个问题有两个途径: 改进电镜性能水平和在实验方法上寻求新的突破。Cockayne^[44,45] 在 20 世纪 70 年代提出的弱束成像原理和技术, 在这方面做出了重要贡献。现在弱束技术已得到广泛应用, 获得了一批极有价值的成果。

下面介绍它的原理和实验方法。本书图谱中给出了若干有意义的例子, 如图谱照片 [20]、[73] 等。

5.6.1 弱束成像原理

1. 弱束成像的衍射原理

位错导致晶体畸变,表现为位错芯区附近的晶面发生旋转和此处反射面间距的微小改变。而成像时畸变中心晶体旋转的作用是主要的,它影响芯区附近满足布拉格条件的情况,而局部晶面间距的改变,作用十分有限可忽略不计。

含缺陷晶体成像的动力学方程,可写成如下形式^[6]:

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Phi_0}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_g \\ \frac{d\Phi_g}{dz} &= \frac{\pi i}{\xi_g} \Phi_0 + 2\pi i \left(s_g + \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz} \right) \Phi_g \end{aligned} \right\} \quad (5-11)$$

即(2-41)式。

令 $s_{\text{eff}} = s_g + \mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz}$, 称为有效偏离参数。 $\mathbf{g} \cdot \frac{d\mathbf{R}}{dz}$ 是位错芯区晶面旋转带来的附加偏离量,亦即位错应变场沿 z 方向的变化率在 $\mathbf{g}$ 方向的投影。若 $s_{\text{eff}} = 0$, 意味着衍射条件中设定的偏离量 s_g 与附加偏离量数值相等、方向相反、互相抵消,使位错芯处正好满足布拉格条件。这时 $s_{\text{eff}} = 0$, 产生强衍射。而远离位错的周围完整晶体部分仍然处于设定的 s_g 条件下, $s_{\text{eff}} = s_g$ 。这就造成了位错芯区和其周围由衍射条件的不同带来的在衬度上的强烈反差。上述弱束成像原理示意如图 5-14。典型例子如图谱照片[20]。

2. 强束(常规衍射)像宽与弱束暗场像宽的比较

在文献[6]中,曾讨论过不同性质的位错,在不同衍射条件下衍射像的宽度和位置的问题。定义参数 n 表示柏氏矢量 $\mathbf{b}$ 在操作反射倒易矢 $\mathbf{g}$ 上的投影,即 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n$, 得出如下结论:

(1) 不论何种位错,也不论 n 值如何,位错像总位于其真实位置的一侧,且总位于 $\beta = 2\pi s_g x < 0$ 一侧, n 值愈大,偏离 $\beta = 0$ 愈远。

(2) 图像偏离芯处的距离与像宽尺寸同数量级。

(3) 像宽正比于 $\frac{1}{s_g}$, 为获得明锐的位错像,不可取准确的布拉格反射位置成像,应取稍大的 $s_g \neq 0$ 。但 s_g 过大,强度太弱,不利于拍照。

衍射中心暗场像是将与操作反射 $\mathbf{g}$ 相对的弱的 $0 - \mathbf{g}$, 用束偏转装置移至物镜光栏成像,这时 $-\mathbf{g}$ 变强了。例如观察 Ni 中的位错,设 $\mathbf{g} = 220$, 在 200kV 下, $\xi_{220} = 52.3\text{nm}$, 取 $s_{220} \approx 0$, 近似估计,像宽为 $\frac{\xi_{220}}{3} = 17.5\text{nm}$ 。若取 $\mathbf{g} = (111)$, $\xi_{111} = 29.9\text{nm}$, 像宽可缩小至接近 10.0nm 。然而,这对于想观察沉淀在位错线上的尺寸为 $2 \sim 3\text{nm}$ 的早期析出物和

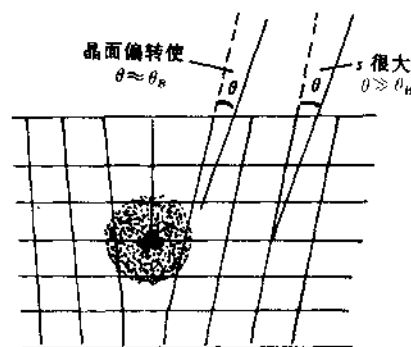


图 5-14 弱束成像衍射原理示意图

极靠近的位错偶等细节来说,还是太宽了。利用弱束像才能解决问题。

弱束暗场成像的一般要求则是取 $s_g \neq 0$ 的弱 g 成像。而使 $2g, 3g, 4g \cdots$ 等处于布拉格位置。由于位错芯处有畸变,有可能使得 $s_{\text{eff}} = s_g + g \cdot \frac{dR}{dz} = 0$, 满足布拉格条件,与位错周围晶体的 $s_{\text{eff}} = s_g \neq 0$ 形成明显的对比,从而在暗的背景上,显出亮而明锐的位错线。且 s_g 愈大,要求反符号且与 $|s_g|$ 等值的 $\left| g \cdot \frac{dR}{dz} \right|$ 也愈大,即只要求芯区畸变最严重的狭窄区域的晶体对位错衬度作出贡献,从而达到使位错像宽缩小的目的。

仍采用观察 Ni 中位错的例子。改成 $g_{220/660}$ 的 ($g/3g$) 的弱束暗场像,取 $s_{220} = 2 \times 10^{-1} \text{ nm}^{-1}$, 用像宽近似表达式^[4]

$$2x = \frac{g \cdot b}{\pi s_g} \quad (5-12)$$

计算,像宽可减至 1.7 nm 。位错像明锐度大为提高,实验结果证实了这一点。

5.6.2 弱束成像的实验操作

1. 操作步骤

实用中有 $g/4g, g/3g, g/2g$ 等弱束暗场像,和 $-g/+g$ 对称弱束明场像等类型的弱束像。它们的成像反射相对于厄瓦球的位置,如图 5-15 所示。

以 $g/3g$ 为例,说明其操作步骤:

(1) 成像模式下,选择感兴趣的视场移至屏中心,转至衍射模式,微倾试样,使达到如图 5-15(a) 之衍射条件;回至成像模式,拍下双束明场像。在获得图 5-15(a) 之衍射谱时,应看到 ng 系列反射,以便实行下面的弱束操作。

(2) 衍射模式下,利用束偏转使强 g 移至物镜光栏中心,使 (000) 和 $3g$ 落在厄瓦球面上。这时衍射斑点强度分布如图 5-15(c) 下部所示。用物镜光栏取移至中心后的弱 g 成 $g/3g$ 弱束暗场像。此时 $s_g = g^2 \lambda, s_{3g} \approx 0$ (利用菊池线调整使 $3g$ 亮线稍离 $3g$ 斑点外侧)。将图 5-15(c) 和图 5-15(b) 比较可看出二者成像条件的差别。可作一如图 5-15(b) 的同视场中心暗场像,比较二者的衬度效果。

$g/2g$ 弱束暗场像成像步骤同上,只不过应在衍射模式下调整到如图 5-15(d) 的衍射斑点分布。 $g/4g$ 弱束暗场像调整原理亦同此。其衍射系列基本同图 5-15(c) 下,不过透射点 (000) 和 $4g$ 为强斑点,其间分布着弱的 $g, 2g, 3g$ 三个弱斑点。注意 $g/2g$ 和 $g/4g$ 弱束像,物镜光栏均应取弱 g 成像,不过让 $2g$ 和 $4g$ 准确落在厄瓦球面上,它们偏离量分别为 $0.5g^2 \lambda$ 和 $1.5g^2 \lambda$ 。

下面介绍如图 5-15(e) 的对称弱束明场像,此时衍射谱上弱的 $-g$ 和 $+g$ 对称分布在 (000) 两侧。即 $-g$ 和 $+g$ 倒易杆的顶部尖端落在厄瓦球上,这种条件不易获得,和图 5-15(a) 双束明场像衍射条件不同之处在于图 5-15(a) 的一级反射不对称,一弱一强,图 5-15(e) 则是对称的两个弱一级反射。相同处均为 (000) 成像。此外双束明场像 $s_g \approx 0$, 而对称弱束明场 $s_g = -0.5g^2 \lambda$ 。

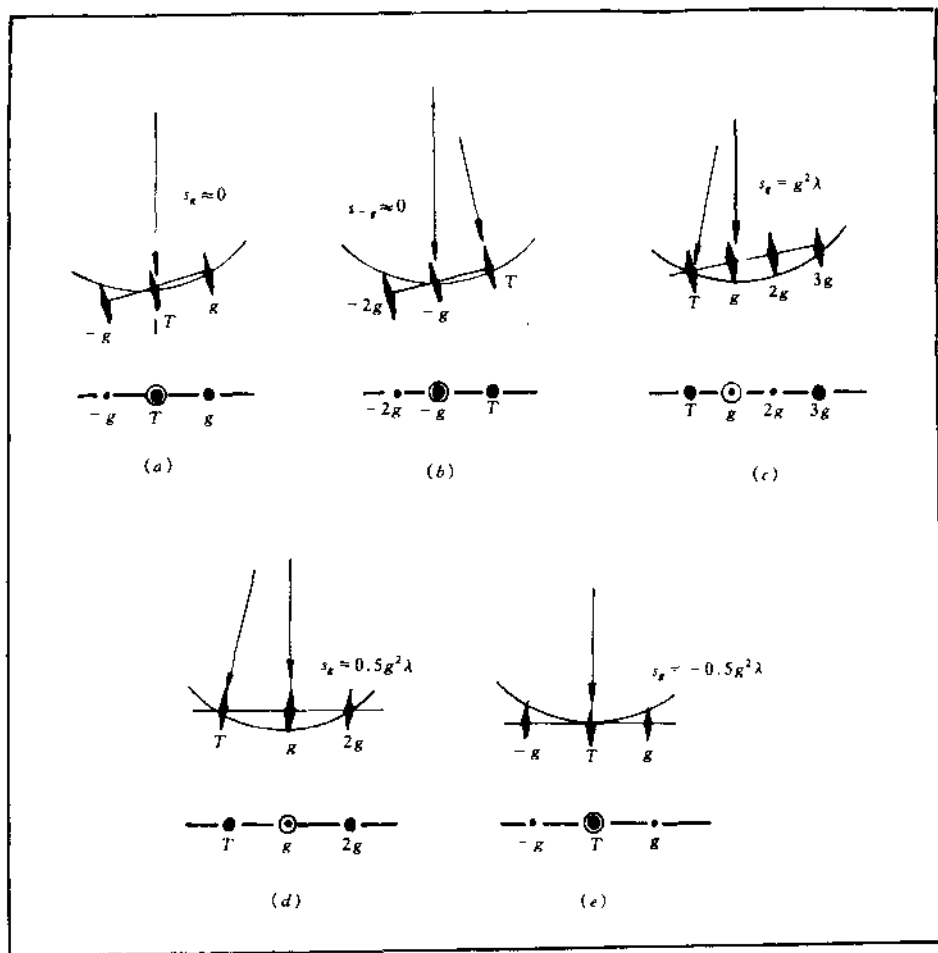


图 5-15 几种弱束像(c,d,e)和常规衍射像(a,b)的比较
(a)双束衍射明场像 (b)衍射中心暗场像 (c) $g/3g$ (d) $g/2g$ (e) $-g/+g$

2. 实验中若干注意事项

(1) 实行弱束观察以前要求将仪器调整到良好状态。包括物镜消像散, 电子光学系统对中良好, 具备一个操作灵便、倾动平稳缓慢的试样倾转台, 同时要求束偏转系统工作稳定。

(2) 平行的束照明条件和较强的束照明。电子束强度正比于 $1/s_g$, s_g 愈大, 强度愈弱。一般物镜为浸没型透镜, 第一聚光镜励磁弱, 电子束不能很好会聚, 束流弱。照明系统调整时, 可适当增大栅偏压, 并使第二聚光镜稍许离焦。

(3) 试样厚度。太薄不易看到菊池线, 不利于借此判断 s 大小。太厚成像透明度低, 使图像质量不佳。经验表明厚度以 $4 \sim 5\epsilon_g$ 为宜。

(4) g 和 s 的选择。二者结合起来考虑。定性估计可根据 5-12 式。对于超点阵位

错和位错偶等,要求像宽小于 $1/2$ 位错间距,超位错和位错偶间距一般为几个纳米。 g 和 s 的选择尤须细致考虑,全位错二分解三分解,通常只有利用弱束像才能分辨开来。一般需要反复实验,摸索采用哪种弱束像($g/3g$ 或 $g/4g$)为宜。不同作者从自己经验出发建议过可供选取的 s 值,在 0.1nm^{-1} 到 0.3nm^{-1} 之间,可供参考。

第六章 界面的电子显微学研究

6.1 引言

界面(包括晶界与相界)和表面(它也是一种界面,即固/气相界面)的研究,是近代材料科学研究的前沿热点之一。科学研究和工程应用实践均表明:材料的物理性能(如电磁性能、光学性能)、力学性能(如强度、塑性与断裂韧性)以及化学和电化学性能(如偏聚、氧化与腐蚀等),无不与材料的界面和表面有着密切的关系。众所周知,工程材料的破坏和断裂等失效过程,起源于界面的占着极大的比重。人们在致力于改善已有材料性能、开发新材料的同时,正日益把注意力转向研究与界面有关的问题。一个具有重要理论意义和应用背景的“界面工程”问题,就这样被提出来了。其内涵是:通过合理的成分和生产工艺设计,寻求获得某种理想的界面结构的途径,以期最大限度地发挥界面在材料强韧化中的作用,满足人类对具有优异性能的新材料的要求。

如果从1913年Rosenhaim和Humphrey提出最早的晶界模型^[46]算起,关于晶界模型的研究,已经有近百年的历史了。经过几代科学家的努力,随着场离子显微术、透射电子显微术等高分辨能力分析仪器和技术以及高速电子计算机的发展和不断完善,对晶界的认识已日益深化。今天从原子尺度直接观察晶界、相界和表面的结构,已没有什么困难。最鼓舞人心的进展,要算是对晶界周期性的认识,不仅已能从理论上进行定量的严格的处理,而且直接观察到了这种周期性^[86,87]。已经确认:晶界是一个非常复杂的系统,这不仅指结构上,更在于材料在服役过程中的行为,都与晶界与相界直接相关。例如晶界位错及其他缺陷的运动和它们之间的交互作用,以及某些发生在界面的动力学过程,如晶界扩散、元素偏聚等,都莫不与材料的宏观性能密切相关。表面的结构特性与表面电化学过程的联系,已为人所共知。表面研究的成果已直接应用到高新技术中,如薄膜电子器件和量子器件中。

工程应用中,单相材料是极为少见的。利用第二相沉淀,被看作强化合金基体的最有效途径。既然是复相材料,就有相界。晶界和相界已经很难截然分开了。晶界模型的研究成果,成功地应用于相界,二者互相渗透、借鉴,取得了可喜进展。

综上所述,由晶界研究开始,推广于相界、表面,由模型、理论开始,推广于研究合金的生产工艺和性能与各种界面行为的关系,这已成为现代材料科学研究中最为重要和活跃的前沿领域。

6.2 晶界结构的现代理论

同种结构的两个晶粒的边界称为晶界。不同结构的两相之间的边界称为相界。固、

气两相之间的界面是表面。从历史上看,界面研究是从晶界开始的。但晶界研究的成果已应用于相界。例如晶界位错模型被用来描述半共格相界。Ni基高温合金中的 γ 基体与第二相 γ' 之间的界面,可以用点阵错配位错来解释。相界中的共格、不共格界面也被用来描述孪晶界的结构特征。晶界的重位点阵模型 CSL 和“O”点阵模型,已被移植到相界中,尽管在应用于相界时计算处理过程不尽相同。

近代研究表明,不论晶界或相界,其共同点是都具有周期性,都可以用一种新的点阵结构予以表述。两部分晶体从两侧相向“长入”,界面区将是什么结构呢?历史存在过多种观点,主要有如下几种:

1. 晶界是一个非晶态薄层,失去了周期性^[46]。

2. 大角晶界总体来说是晶态的,其中无序地分布着一些晶区小岛;至于晶区小岛的晶体结构如何?它们与两侧的原来晶体结构有什么关系,未予描述^[47]。

3. 大角晶界总体来说是晶态的,其中无序地分布着一些原子紊乱排列的非晶小岛^[48]。认为晶界含有对扩散过程起作用的成群点阵缺陷,如点阵空位和有序原子团。这个模型的重要性还在于它最先解释了在仅有一、两个原子厚度的晶界内,高温下的晶粒的相对滑移现象。

4. 材料的宏观物理、力学、化学性能,例如断裂、晶界扩散、元素偏聚、腐蚀、氧化等,几乎都受晶界控制,并和晶界各向异性有关,从这一事实出发,推测晶界结构与两侧晶粒取向有关。由此,提出了最早的晶界位错模型。其前提当然是承认晶界有周期性。有代表性的位错模型是人们熟知的 Frank 和 Bilby^[49,50]位错模型,这个模型解释了一些简单的小角度界面。

5. 随后出现了更为精细的描述晶界结构的点阵模型。如著名的重位点阵(CSL)模型,“O”点阵模型等。近些年来每两年召开一次国际晶界问题学术会议,反映了这个领域的研究十分活跃而且有新的进展。可喜的是许多学者已开始越过纯晶界模型的研究,转而对晶界的结构和发生在晶界的动力学过程与材料的宏观力学行为表示了极大的兴趣,这方面已发表了许多有价值的研究成果。

6.2.1 晶界位错模型

晶界位错模型最早由 Burgers^[51]于 1939 年和 Bragg^[52]于 1940 年提出来的。随后经过 Frank^[49]于 1950 年和 Bilby^[50]于 1955 年的发展,得以逐步完善。但是位错模型只适用于小角晶界。对于大角晶界,按照这个模型,位错密度势必高到使位错芯区发生重叠,从而失去了单根位错的意义。

1. 部分共格界面的位错模型^[53]

若两个点阵相对应的晶面间距差不大于 15%,则可以通过原子位置的适配调整,使彼此维持一种共格,但有某种程度应变的共格关系,如图 6-1(a)。如 Ni 基高温合金中的 γ/γ' 界面,在特定的取向相界面就是完全共格的。界面的应变场强化了合金基体,同时也提高了界面的自由能。

当错配度大于 15%时,即使调整两侧原子的位置,也不能维持完全共格状态,如图 6-1(b)。需要每隔一定距离引入一根位错。这就是部分共格界面。

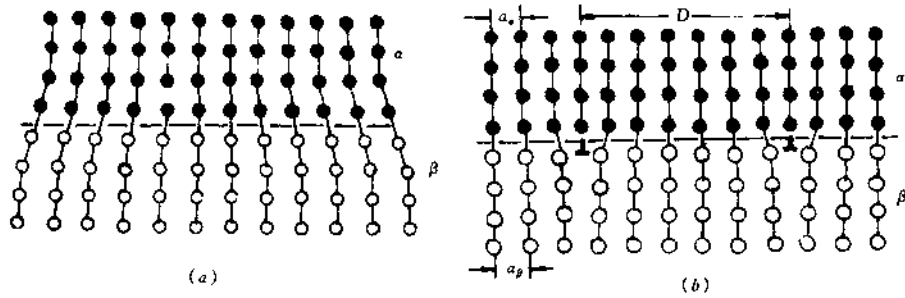


图 6-1 界面的匹配

(a) 伴有应变场的共格界面 (b) 部分共格界面

设两相平行晶面的面间距分别为 a_α 和 a_β , 则二晶面间的点阵错配度为

$$\delta = \frac{a_\beta - a_\alpha}{\frac{1}{2}(a_\alpha + a_\beta)} \quad (6-1)$$

界面错配位错的柏氏矢量 $\mathbf{b}$ 垂直于两相的平行晶面, 并在界面内, 在图 6-1(b) 中垂直于图面, 且有

$$|\mathbf{b}| = \frac{1}{2}(a_\alpha + a_\beta) \quad (6-2)$$

每两根错配位错的间距为

$$D = \frac{|\mathbf{b}|}{\delta} = \frac{(a_\beta + a_\alpha)^2}{4(a_\beta - a_\alpha)} \quad (6-3)$$

由上式可知, 错配度过大, 例如 $\delta > 0.25$ 时, 则每四个原子面便会出现一根位错, 如此密的位错, 它们的芯区将彼此重叠起来, 整个界面不再有共格区了, 变成了完全不共格界面。在 FCC/BCC 的两相界面中, 常见的平行取向为 $\{111\}_f // \{110\}_b$, $\delta = 0.025$, 相应的 $|\mathbf{b}| \cong 0.2\text{nm}$, 故 $D = 8\text{nm}$ 。这样的界面错配位错, 在一般衍衬实验中是不难观察到的。由此也很好解释了 FCC/BCC 的实际平行相界面, 为什么总是少许偏离 $\{111\}_f // \{110\}_b$ 的原因。

2. 界面位错的 Frank - Bilby 公式^[54~58]

Frank - Bilby 公式是 Frank 公式的一般表达式, 参看图 6-2。

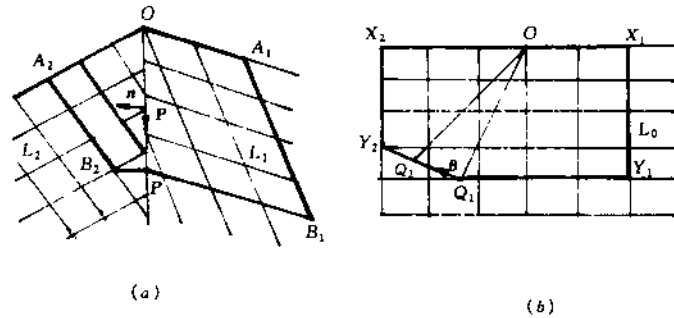


图 6-2 推导 Frank-Bilby 公式的几何关系

设晶面两侧不同晶体点阵分别为 L_1 和 L_2 的二晶体构成界面 OP , n 是界面的单位法向矢量。它们是由参考点阵 L_0 经线性变换 T_1 和 T_2 而来。令界面上有一矢量 $OP = P$, 它既在 L_1 上, 也在 L_2 上。包含 P 在图 6-2(a) 上作柏氏回路 $PB_2A_2OA_1B_1P$, 将它移到 L_0 (完整晶体) 上, 为 $Q_2Y_2X_2OX_1Y_1Q_1$, 此时 Q_1 与 Q_2 将不封闭, 令 $B = Q_1Q_2$, 是界面 OP 上各界面位错柏氏矢量的总和。

下面推导 $B = Q_1Q_2$ 的求法:

$$P = T_1 \cdot OQ_1 = T_2 \cdot OQ_2$$

$$OQ_1 = T_1^{-1} P$$

$$OQ_2 = T_2^{-1} P$$

T_1 和 T_2 是线性变换矩阵, 可以分别表示转动、膨胀或收缩、切变、对称操作及其组合。

$$\text{故} \quad B = Q_1Q_2 = OQ_2 - OQ_1 = (T_2^{-1} - T_1^{-1})P \quad (6-4)$$

(6-4) 式便是 Frank-Bilby 公式。若将母相点阵 L_1 代替参考点阵 L_0 , 则 T_1 变为单位矩阵 I , T_2 改用符号 T , 则 (6-4) 式改写为

$$B = (T^{-1} - I) \cdot P \quad (6-5)$$

此处 T 的物理意义是, 表示从母相产生新相所引起的总应变。记作

$$T = DR \quad (6-6)$$

D 为纯点阵应变, R 为实现新相有利取向所必需的新相点阵相对于母相点阵的刚性转动。

值得注意的是 (6-4) 或 (6-5) 式中的 B 应理解为单位面积界面上的总错配度, 并非

单根界面位错的柏氏矢量。

Frank-Bilby 公式在 FCC/BCC 两相界面位错结构研究中得到了很好的应用,表现在:

(1)借助它,针对具体的取向关系,计算点阵应变,可以满意地解释某些取向关系的偏离情况^[58,59]。

(2)借助它,可以预测不同晶体结构两相的可能取向关系^[60,61]。

(3)借助它,可以提供特定的两相界面的可能界面位错组态^[62]。

应用 Frank-Bilby 公式研究 FCC/BCC 界面位错的步骤是:利用公式(6-6),先确定应变矩阵 T ,此时可利用已被广泛接受的贝茵(Bain)应变机制,确定 T ^[60,62-65]。然后利用“最小柏氏矢量强度”准则^[60,61],确定最佳相界面位向。最后即可确定界面位错的组态。这实际是考虑如何将总的界面错配度分解成合适的位错组态 $B = + \sum b_i$,以满足(6-5)式,即应满足下式:

$$B = + \sum b_i = (T^{-1} - I) \cdot P$$

更细致讲,就是要确定各位错线的方向和位错间距^[66,67]。

6.2.2 重位点阵模型

设想结构相同但取向不同的相邻两个晶体,按各自的点阵周期相向扩展,或者说同一晶体的一部分相对于另一部分,以某一晶体学方向为轴,转动一个角度,此时两者将彼此贯穿,在贯穿区,两种点阵的原子将按一定规律周期地出现在位置相重点,形成一个新的周期点阵,称为重位点阵(Coincidence Site Lattice, CSL),示意如图 6-3。重位点阵阵点所占的比例称为重合位置密度,定义为 $1/\Sigma$ 。 Σ 也可理解为 CSL 单胞体积与原点阵单胞体积之比。 $\Sigma = 1$,说明界面二者阵点全部相重,实际上是一个单晶,没有晶界。形成重位点阵时,允许界面附近的原子位置作适当的调整,称为弛豫(relaxation)。弛豫可以使系统的能量降低,界面趋于比较稳定的状态。弛豫可以以原子间的相互作用势为基础,进行精确计算。

图 6-3 是 $\Sigma = 5$ 的情况。左边的阵点 $\odot$ 与右边的阵点 $\cdot$ 相遇于界面,构成虚线正方形的 CSL 单胞。可看出各每五个阵点出现一个重合位置 $\odot$ 。图(6-4)是体心立方晶体相对 $[110]$ 转动 50.5° ,形成 $\Sigma = 11$ 的 CSL 点阵。

CSL 点阵的建立,是从两侧晶体结构相同的情况出发的,至于两侧晶体结构不同的相界,原则上讲也可以形成 CSL。但处理上不能简单的以某晶体学方向为轴两侧晶体相对旋转来形成。

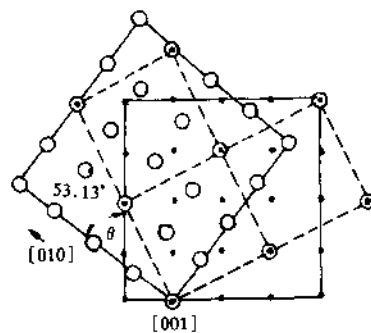


图 6-3 简单立方点阵相对于 $[001]$

转 36.9° 形成的 CSL 点阵。

$\Sigma = 5$, $\odot$ - 左晶粒,

$\cdot$ - 右晶粒, $\odot$ - CSL

下面简单介绍 CSL 点阵的数学描述,参看图 6-5。

设旋转轴指数为 $[uvw]$, 转角为 θ 。 r, s 为某重位点阵矢量以原点阵坐标系表示的矢量, 则有下列关系:

$$\Sigma = r^2 + s^2(u^2 + v^2 + w^2) \quad (6-7)$$

$$\lg \frac{\theta}{2} = \frac{s}{r} \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \quad (6-8)$$

在图 6-3 中, $r = 2, s = 1; [uvw] = [001]; \theta = 36.9^\circ, \therefore \Sigma = 5$ 。

也可以这样考虑, 设原点阵晶胞参数为 a, b , CSL 晶胞参数为 A, B , 如图 6-5, 则

$$\tan \frac{\theta}{2} = \frac{bs}{ar} \quad (6-9)$$

令 $M = \frac{b}{a}$, 则上式写成

$$\theta = 2 \tan^{-1} \left(M \cdot \frac{s}{r} \right) \quad (6-10)$$

因 Σ 表示 CSL 单胞与原单胞体积之比, 故有

$$\Sigma = \frac{AB}{ab} \quad (6-11)$$

考虑到 CSL 单胞是原单胞的放大, 二者相似, 故有 $\frac{a}{b} = \frac{A}{B}$, 于是

$$\Sigma = \frac{A \cdot B}{a \cdot b} = \frac{\frac{b}{a} A^2}{ab} = \frac{1}{a^2} [(ar)^2 + (bs)^2] = r^2 + M^2 s^2 \quad (6-12)$$

只要找到 CSL 上的一个重位点的坐标, 知道 CSL 点阵单胞对原点阵单胞的边长比 M , 就可由 (6-12) 式求 Σ 值, 但 Σ 不取偶数, 如按公式 (6-12) 求得结果为偶数, 则连续除以 2, 直到得到的奇数, 如 $\Sigma 56$, 应记作 7。

6.2.3 O—点阵模型

O—点阵 (O—Lattice) 的“O”, 理解为英文“Origin”的原点之意, 它是 CSL 点阵的一种扩充。从构成 CSL 点阵的图形中, 如图 6-6, 可以看到除实线围成的 CSL 点阵外, 还可以看到分布其中的许多位置如“P”点 (只是说位置, 此处不一定有阵点), 其周围有相同的环

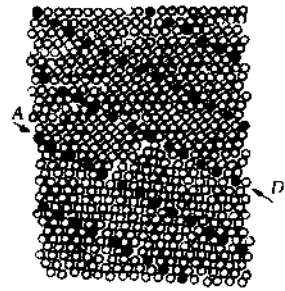


图 6-4 体心立方, 相对 $[110]$ 转 50.5° 后, 形成的 CSL 点阵, $\Sigma = 11$

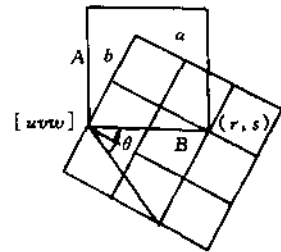


图 6-5 计算点阵重合密度 $\frac{1}{\Sigma}$ 的示意图

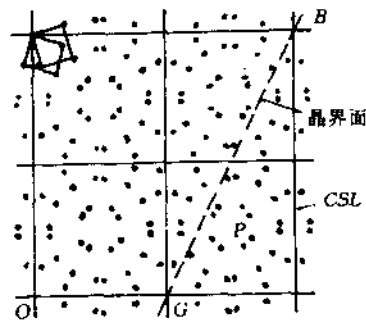


图 6-6 $\Sigma = 17$ 的 O—点阵, 简单立方, 以 $[001]$ 为轴, 旋转 28.1° 后形成的重位点阵 (用实线联成的正方网络)。每 17 个阵点出现一个重合点, 重合几率是 $\frac{1}{17}$, 记作 $\Sigma = 17$ 。

境 这些环境相同的位置点,同样显示出一种周期性。于是称这种同环境位置点所排成的格子为O—点阵,意思是以它们中的任意“位置”点为原点,都可周期地构造出一个点阵,无遗漏地覆盖界面区的来自两侧的原子。

O—点阵是 CSL 点阵的扩充和一般化,或者说 CSL 是 O—点阵的一个子集。

由这种模型(图 6-6)可知,O—点阵元素被错配区分隔开。这种错配区在扭转晶界下,可以视为螺位错网络,如图 6-7。其 b 等于晶体中全部的 b 。位错间距 d_D 的大小取决于两侧晶体取向差。对小角扭转晶界,容易看出螺位错与 O—点阵具有相同周期性。设 θ 为晶界两侧取向差角,则螺位错的柏氏矢量

$$b_s = \frac{2d_D}{\sin \frac{\theta}{2}} \quad (6-13)$$

这种界面位错网络称为初次位错网(Primary dislocation network)。

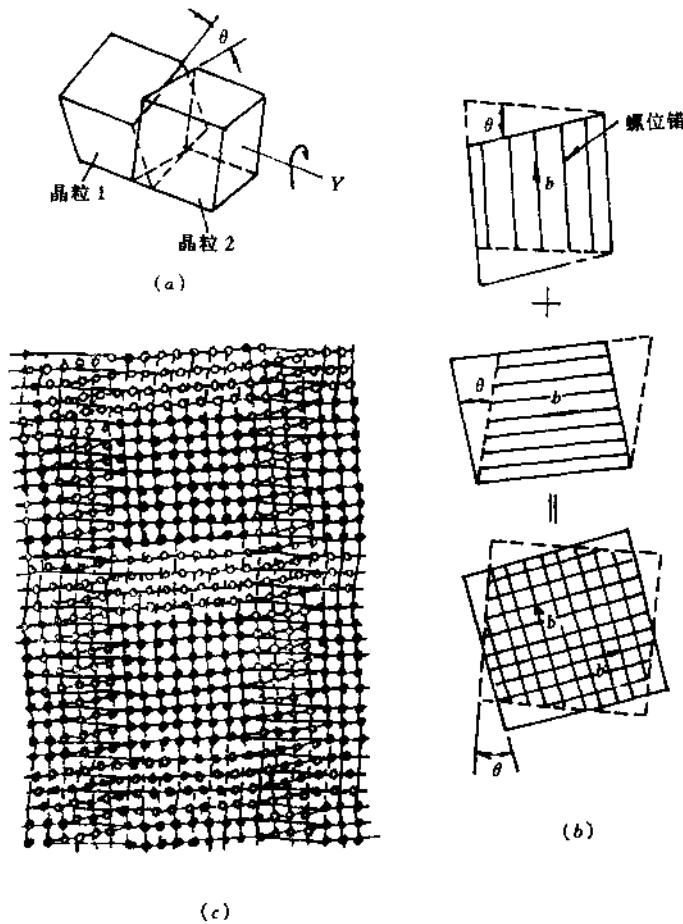


图 6-7 由螺位错网络构成的扭转晶界

6.2.4 DSC 点阵模型

参看图 6-8, 将简单立方点阵的 (001) 晶面绕 [001] 轴旋转 28.1° , 转动前阵点如黑点所示, 转动后阵点如圈点所示。于是构成了如图所示以粗实线构成的 (CSL 点阵, $\Sigma = 17$)。仔细观察新的重位点阵中, 原始的黑点和转动终止后的位置 (圈点) 又都落在一个由细线方格构成的网格上, 虽然这时并非细网格的所有格点上都有原子。这个图的左上角画了原黑点单胞格子以重位点为中心逆时针转动 28.1° 后得到的圈点单胞的位置。

细线正方网格被称为 DSC (Displacement Shift Completely) 点阵。它是怎样形成的呢?

如果我们作这样的操作: 在已构成重位点阵的复合图 (图 6-8) 上, 规定从黑点出发作差矢指向其最邻近的圈点, 称这种差矢为平移差矢, 那么总可找到联结新旧点阵 (黑点和圈点) 的三个非共面的最短平移差矢。于是 DSC 点阵可以定义为: 利用最短的这些差矢中的三个最短的 非全共面 (允许两差矢共面) 平移差矢, 作周期平移便可组成一个 覆盖转动后全部新旧格点 (黑点和圈点) 的点阵, 此即 DSC 点阵。

DSC 点阵的优点是可以进一步揭示晶界结构的细节, 如图 6-9。它也是如同图 6-8 那样, 由简单立方的 (001) 面绕 [001] 转 28.1° 面成的。如果标出其 CSL 单胞, 也和图 6-8 一样。但图 6-9 由于覆盖上 DSC 点阵 (细方格), 便可以揭示出界面中心处存在的刃位错 (圆圈所示)。这就是说, 当晶界两侧取向差较大时, 即使经过适当操作可以构成重位点阵, 仍然在界面局部难免存在微小偏离 (或不匹配), 引入 DSC, 就可以使这种偏离 (不匹

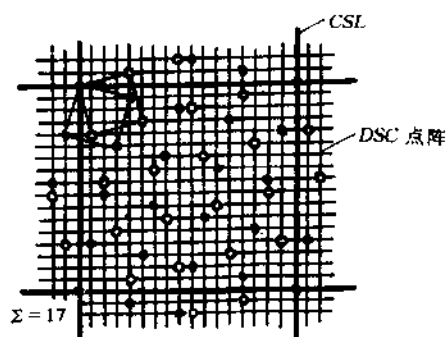


图 6-8 相互穿插的简单立方的 (001) 面绕 [001] 轴转动 28.1° , 形成 CSL (粗实线) 和 DSC (细实线), $\Sigma = 17$

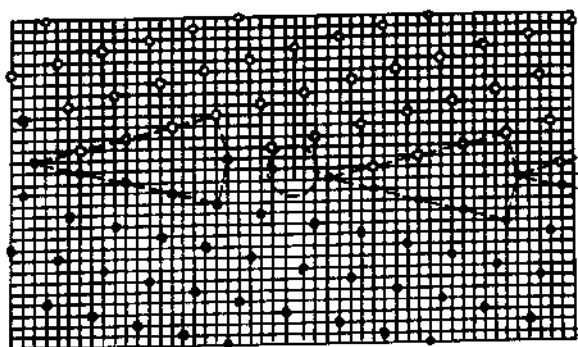


图 6-9 简单倾斜晶界的全位错, 它的 b 等 DSC 的网间距 (中心圆圈)

配)局限在一个有限区域内,并得到显示。引入 DSC 点阵后,重位点阵的周期性仍然得以保存,却进一步指出了局部的偏离,这种偏离以二次位错网络(SDN, Secondary dislocation network)的形式反映出来。由此通过 DSC 点阵的研究,使我们得到了一个新概念,即为了描述晶界结构的更深层次的细节,有必要引入二次位错网络来作为重位点阵的补充,即 CSL 加 SDN 可以更为真实地描述界面的精细结构。

这样一来,我们看到了 CSL、O-点阵和 DSC 点阵三种晶界模型的内在联系。它们是不矛盾而是互相补充的。简言之,O-点阵是 CSL 的扩充,DSC 又是前两者的深化和精确化。DSC 使我们看到了近代晶界理论既揭示了晶界结构的周期性,也指出了这种周期性的描述下,仍然存在着局部的不匹配或偏离,实验上看到的二次位错网络,证实了这种偏离的存在。

6.2.5 多面体堆垛模型^[68,69]

在对大角晶界的原子模拟研究中,发现在界面的一定范围内(通常是几个原子层内),不论是对称倾斜晶界或非对称倾斜晶界,原子的堆垛形成了一定的三维结构的多面体排列,这种多面体总是 7 种 Bernal 多面体之一(图 6-10)。形成晶界时的转轴不同,除了多面体不同以外,多面体的排列间隙也有变化。另一点值得注意的是,界面除出现多面体空间外,有时还有空洞或其它排列结构。构成这些多面体顶点的原子相互作用势一般是已知的,也可根据某种经验关系予以推算。因此多面体的空间体积和能量,是可以从理论上计算的。这样,人们预期合金中的某些元素的原子,通过偏聚进入这些空间,应是降低晶界系统能量的很自然的方式。

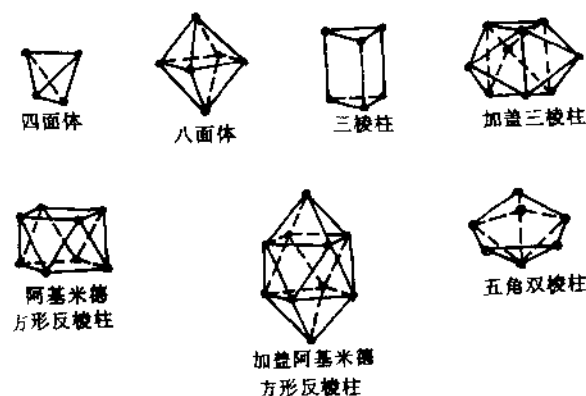


图 6-10 Bernal 多面体

6.2.6 结构单元模型 (Structural Unit Model)^[70,71,112]

晶界的原子模拟研究表明,垂直于晶界平面,取一截面,发现界面附近的原子配置总是呈一定的几何分布,称为结构单元。而只由一种结构单元组成的晶界称为限位晶界。在一定取向差范围内,一般晶界总由两种稍变形的结构单元组成。这些结构单元分别来

自限定该取向差范围的两个低 Σ 短周期限位晶界。图 6-11 是简单立方晶体绕 $[001]$ 旋转 36.87° 形成的 $\Sigma 5(210)$ 晶界。(210) 表示界面的晶面指数。它由跨越两倍晶格常数的单一结构单元组成, 故为限位晶界。此图实圆点表示 CSL 阵点。结构单元常用它所跨越原子层的数目排序来表示, 如图 6-11 可表示为 $(222\cdots)$ 。图 6-12 是 FCC 晶体以 $[100]$ 为轴旋转 28.1° (或反向转 61.9°) 形成的对称晶界。这种结构可表示为:

水平方向: $\Sigma 17(410), (4444\cdots)$

倾斜方向: $\Sigma 17(530), (|212|212|\cdots)$

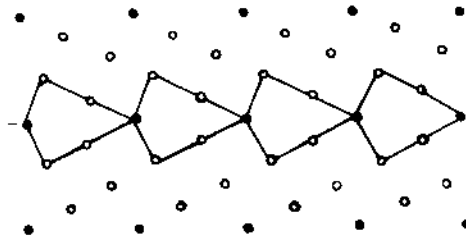


图 6-11 简单立方 $[001]$ 旋转 36.87° 形成的 $\Sigma 5(210)$ 晶界, $2222\cdots$ 结构排序

应该指出, 结构单元角顶的原子实际上总有一定的位置弛豫。同一 CSL 中, 若界面参数不同, 结构单元类型随之而异。如图 6-12, 同为 $\Sigma = 17$ 界面, 水平方向为 $4444\cdots$ 排列, 而倾斜方向则为 $|212|212|\cdots$ 排列。

结构单元模型除适用于对称倾斜晶界外, 也适用于扭转晶界。但这时的几何表示比较困难。此模型对非对称倾斜晶界也是适用的。

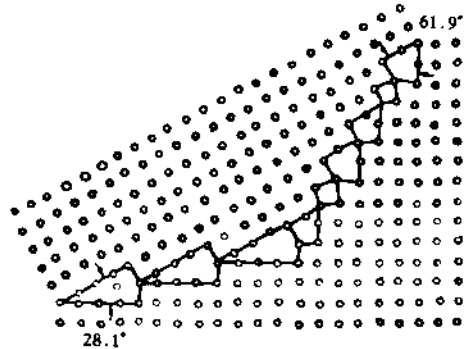


图 6-12 FCC $[100]$ 旋转轴, $\theta = 28.1^\circ$

(61.9°) 的对称晶界、排序: 水平方向

$4444\cdots$, 倾斜方向 $|212|212|\cdots$

6.3 研究晶界的电子显微镜方法

电镜研究晶界有三种方法: 电子衍衬、高分辨电子显微术和电子衍射方法。电子衍衬方法, 适于研究晶界的位错网络, 包括初次及二次位错网络, 以及界面位错的交互作用、晶界的迁移、运动; 高分辨电子显微术适于研究倾斜晶界, 但观察方向局限于电子束方向平行于界面的方向, 它可以给出界面两侧的原子配置及与此有关的信息; 电子衍射方法适于研究晶界结构的周期性及界面原子的弛豫, 并能提供晶界过渡区和晶界厚度等信息。

6.3.1 电子衍衬方法

1. 原理概述

电子衍衬成像是一种选择衍射成像。利用透射束成明场像, 利用某一衍射束成暗场

像。衍衬成像对成像部位的微小取向变化非常敏感。局部取向改变或点阵周期性破坏,使处于或接近布拉格衍射条件的晶面提供了一个附加衬度,这就是显微图像上看到的缺陷的衬度。

衍衬成像的理论早已十分完善,实际上只需利用 Howie - Whelan 的双束动力学方程^{1,72)},就可对由缺陷应力场引起的衬度效应进行计算。

Howie - Whelan 方程指出,提供缺陷附加衬度的参数是 $\beta'_g(z) = \frac{d}{dz} [\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}(z)]$, $\mathbf{R}(z)$ 表示在深度 z 处,沿衍射束 $\mathbf{g}$ 的方向,由缺陷带来的位移。计算缺陷附加衬度时还要用到偏离参数 s_g 、消光距离 ξ_g 和缺陷处的样品厚度 t 。 s_g 可以从成像时相应衍射照片上测得。对一定的 $\mathbf{g}$ 和一定材料, ξ_g 也是已知的,厚度 t 可以通过一些途径测得。对于已知的缺陷类型, $\mathbf{R}(z)$ 也是已知的。因此就可以用计算机对 Howie - Whelan 方程进行积分,得到图像上的强度(衬度)分布。研究晶界的位错网络,除了上述参数外,还应包括与晶界取向有关的因素,以及晶界两侧的成像条件。

在晶界结构研究中,大多数情况下,没有必要进行上述定量计算。一般只需利用由参数 $\beta'_g(z)$ 约化而来的简单判据即可。假定材料为各向同性,此判据是:

对螺位错 $\beta'_g(z) \equiv 0$ 约化为 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$

对刃位错 $\beta'_g(z) \equiv 0$ 约化为 $\left. \begin{array}{l} \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0 \\ \mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u}) = 0 \end{array} \right\}$ (6-14)

式中 $\mathbf{u}$ 为位错的空间方向的单位矢量。

对于弹性各向异性材料,很难找到可供实用的简单判据,但可以定性地认为:位错的衬度随 $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}|$ 而逐渐变化,当 $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}|$ 小到一定值时,位错几乎不提供附加衬度。Pond^[73] 1978 年曾提出一个可供参考的确定 $\mathbf{b}$ 的范围的条件,即:能使位错两次消像的反射 $\mathbf{g}_1$ 和 $\mathbf{g}_2$,一定可使 $\mathbf{b}$ 处于以 $\mathbf{g}_1 \times \mathbf{g}_2$ 为轴的一个圆锥内,锥的半顶角是

$$\varphi = \arcsin \frac{x}{|\mathbf{g}_1| \cdot |\mathbf{b}|} \quad (6-15)$$

式中 x 为可察觉到衬度的最小 $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}|$ 值,一般取 $x = 0.15$ 。

利用衍衬方法可研究晶界的下述问题:

- (1) 晶界的位错网络,包括初次位错网络和二次位错网络。
- (2) 晶界位错的交互作用,包括晶内(点阵)位错与晶界位错的反应。
- (3) 晶界作为点缺陷的源和阱,研究晶界点缺陷的行为。
- (4) 晶界附近的位错组态与反应。
- (5) 晶界的迁移和运动、晶界的弛豫等等。

2. 实验方法

(1) 成像条件的选择。

衍衬方法研究晶界时,在实验方法上的关键在于控制好晶界两侧晶体的衍射条件。避免由于不适当的衍射条件带来图像分析的复杂化。根据文献^[74]的建议,为了尽量避免两侧晶体衍射束之间的交互作用,有三种可供选择的成像条件:

① 单侧双束成像:调整试样取向,使电子束照射到晶界上,让一侧满足布拉格条件,另

一侧尽可能不出现强衍射。这样,不发生强衍射一侧的晶体,可近似视为只有正常吸收,不发生反常吸收。从而使最终图像上的界面位错衬度不受干扰。

②同时双束条件:在界面以上和以下各只激发一个强衍射束(双束条件)。即来自界面以上的强衍射束不致在界面以下晶体再激发新的强衍射束,而由界面以上的透射束在界面以下激发强衍射束。此即同时双束条件。

③公共双束条件:特定条件下,晶体上下界面处存在取向和间距均相同的晶面(如共格界面),此时可利用上下晶体的公共的双束或系列衍射条件成像,称为公共双束条件。

(2)界面相对于入射电子束的方向。

在下述情况下,为了清晰显示界面的位错组态,应细心倾动试样,使界面相对于入射束的角度接近但不等于直角,即让界面“躺平”。以有利于研究界面位错的反应;有利于选择衍射成像时测界面位错的 b 和研究小角晶界,如小角倾斜晶界、扭转晶界等。

(3)弱束技术。

界面研究中经常遇到需要观察界面位错、二次位错及它们的反应等问题,而为了显示位错交互作用的细节,降低像宽提高细节清晰度的最佳方法便是采用弱束暗场像技术。

6.3.2 高分辨电子显微术

很久以来人们有两个愿望。一是希望直接看到,早在 20 世纪 30 年代初固体物理学家预言过的晶体中可能存在的线状缺陷位错。这个愿望在 1950 年实现了。这一年 Bollmann 用电解减薄方法制成不锈钢薄膜,并在电镜上直接看到了位错。他采用的是上节中介绍的电子衍衬技术。第二个愿望是希望直接看到人类在更早的年代曾经设想过的组成固体(晶体)材料的基本粒子原子或分子(那时人们认为这些是“基本粒子”)。这个愿望也因 1956 年门特(J. W. Menter)^[75]在分辨率为 0.8nm 的电镜上拍到了酞氰铂点阵平面间距为 1.2nm 的(20 $\bar{1}$)晶格像而实现了。后来,日本学者饭岛(S. Iijima)^[76]于 1971 年首次用高分辨电子显微术拍到了 $Ti_2Ni_{10}O_{29}$ 的二维晶格像,将晶体结构与电子显微像结合起来,指出高分辨像中的一个亮点对应于晶体结构中电子束入射方向的一个通道。此后柯勒(J. W. Cowley)^[77]给出了理论解释并发展了一套像模拟计算方法。而这个方法的最早理论基础多片层法,也是柯勒等人^[78]早在 1957 年建立起来的。20 世纪 70 年代以来,我国高分辨电子显微学的研究和应用,也取得了令国际同行瞩目的进展,以郭可信、李方华、叶恒强等为代表的我国电镜工作者对此作出了重大贡献。

高分辨电子显微图像可以分为三种类型:

晶格像:这种图像可以提供晶体结构周期的信息,并有严格的对应关系。根据除透射束外选取参加成像的衍射束的多少,图像上表现为一组或多组平行等距的条纹。条纹的方向垂直于对应的成像衍射束倒易矢的方向,条纹间距等于该衍射束代表的晶面间距。上面提到的 Menter 最先得到的就是酞氰铂的一维晶格像。晶体中存在的缺陷,使图像上的条纹衬度出现异常,例如中断、弯曲、甚至间距也发生改变。条纹像衬对缺陷十分敏感。

结构像:这类图像既可以反映晶格周期,也可反映晶体结构的更小的细节,例如原子或原子团的位置。金属原子在像上表现为黑点,原子间的通道则呈亮色,上述 Iijima 20 世纪 70 年代拍得的 $Ti_2Nb_{10}O_{29}$ 的高分辨像,属于二维结构像。

单个原子像:它可以反映出孤立存在的原子,早期柯柳(Crew A V)曾获得过链状氧

化铀分子在电子辐照下分解出的单个铀原子的图像,属于这类高分辨显微像。

1. 原理概述

高分辨电子显微术是一种基于相位衬度成像机制的成像技术。

(1) 透射函数。

相位相同的入射电子束受晶体势场的调制,在试样下表面各点,形成了携带结构信息的振幅和相位均不同的电子波场。在加速电压 E 下,运动电子的波长,由下式表示:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \quad (6-16)$$

式中, h - 普朗克常数, m - 电子质量, e - 电子电荷。晶体由原子作三维周期排列,原子由原子核和周围的轨道电子组成。因此晶体中存在着一个周期分布的势场 $V(x, y, z)$, 电子束通过试样的过程,必然同时受到 E 和 V 的作用,使波长由 λ 变成 λ' :

$$\lambda'(x, y, z) = \frac{h}{\sqrt{2me[E + V(x, y, z)]}} \quad (6-17)$$

如果电子束通过试样时,只发生相位变化,而认为振幅无变化,这样的试样称为弱相位体。在电压很高,加速电场很大,对非常薄的试样,就可以看成弱相位体。在这种情况下,还可假定电子束仅沿其入射方向(z)运动。于是通过一个薄层 dz 后的电子波,由于势场作用产生一个相位移 $d\chi(x, y, z)$:

$$d\chi(x, y, z) = 2\pi \frac{dz}{\lambda'} - 2\pi \frac{dz}{\lambda} = \frac{\pi}{\lambda} \cdot \frac{V(x, y, z)}{E} dz \quad (6-18)$$

到达试样下表面时,各点 $P_1, P_2, P_3 \dots$ (见图 6-13), 电子波便有了不同的相位。设样品厚度 t 均匀,则下表面一点 (x, y) 处,电子波总相位移为:

$$\begin{aligned} \chi(x, y) &= \sigma \int V(x, y, z) dz \\ &= \sigma \varphi(x, y) \end{aligned} \quad (6-19)$$

式中 $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E}$ 称为相互作用常数, $\varphi(x, y)$ 是试样中势场在 z 方向的投影。试样起着个“纯”相位体的作用。这时到达下表面 (x, y) 处的透射波可以用一个透射波函数 $A(x, y)$ 来表示:

$$A(x, y) = \exp\{i\sigma\varphi(x, y)\} \quad (6-20)$$

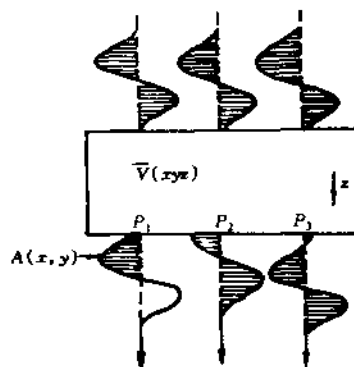


图 6-13 电子束经过试样到达下表面各点,电子束的相位发生改变

它已是一个携带了晶体结构信息的透射波。如果考虑试样对电子束振幅的吸收衰减,则(6-20)式的指数项中,还应引入一个衰减因子 $\exp[-\mu(x, y)]$, 于是(6-20)式变成:

$$A(x, y) = \exp[i\sigma\varphi(x, y) - \mu(x, y)] \quad (6-21)$$

对主要由轻元素组成的薄晶体,展开上式,略去高次项,可得:

$$A(x, y) = 1 + i\sigma\varphi(x, y) - \mu(x, y) \quad (6-22)$$

按照弱相位体近似,试样下表面处的透射电子波与试样沿电子束方向的晶体电势投影分布成线性关系。如果在以后的成像过程中,物镜是一个理想无象差透镜,则它可以将 $A(x, y)$ 还原成真实反映晶体结构的像面波。然而实际情况不是这样,物镜存在象差,这就要考虑象差对 $A(x, y)$ 的调制。下面讨论这种调制和其它因素对成像过程的影响。

(2) 电镜中的成像过程——两次富里叶变换。

物镜相当于一个“分频器”,将试样下表面处用 $A(x, y)$ 表示的物面波变成后焦面处的衍射波。成高分辨像时,透射束和衍射束通过物镜光栏,发生相干,在物镜像面上“还原”为结构图像。从数学上讲,这两个阶段($A(x, y) \rightarrow$ 衍射波, 衍射波 $\rightarrow$ 像面波)各对应着一次富里叶变换。为了了解高分辨像的成像过程,下面先对富里叶变换作个简介。

① 富里叶变换(Fourier Transforms)。

富里叶变换的物理图像:它表示空间的一个波可以用由它分解而来的一系列子波来表示。分解的子波愈多,合成起来的结果就愈接近原来的空间波。分解的方式有两种:一是分解为不同波长的子波。例如讨论一个用波函数 $A(x)$ 表示的矩形波的分解,图 6-14(a)用实线表示的矩形齿状波,横坐标参数为距离 x ,纵坐标参数为振幅 $f(x)$ 。

为简单计,将 $A(x)$ 分解为三支波,列表如表 6-1。

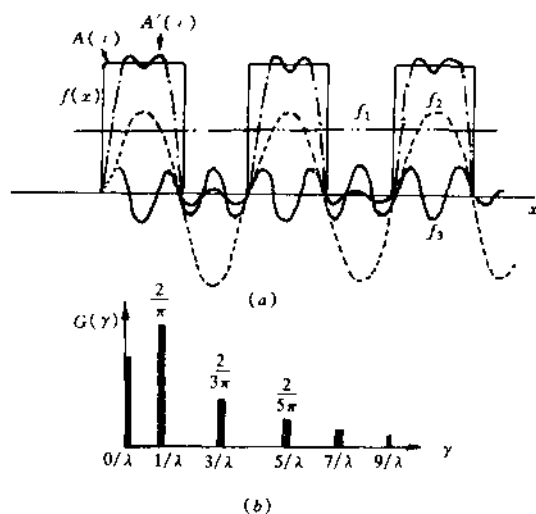
表 6-1 矩形波 $A(x)$ 的分解

波 函 数	$A(x) \approx f_1(x) + f_2(x) + f_3(x)$		
	$f_1(x) = \frac{1}{2}$	$f_2(x) = \frac{2}{\pi} \left(2\pi \frac{x}{\lambda} \right)$	$f_3(x) = \frac{2}{3\pi} \left[\sin \left(6\pi \frac{x}{\lambda} \right) \right]$
波 长	∞	λ	$\frac{\lambda}{3}$
频 率	0	$\frac{1}{\lambda}$	$\frac{3}{\lambda}$
振 幅	$\frac{1}{2}$	$\frac{2}{\pi}$	$\frac{2}{3\pi}$

合成波 $A'(x)$ 用点划线— · — · — 表示:

$$A'(x) = f_1(x) + f_2(x) + f_3(x) \approx A(x)$$

即

图 6-14 矩形波 $A(x)$ 的分解

由图 6-14(a) 可见, $A'(x)$ 接近矩形波 $A(x)$, 但不完全等同。可以想像, 如果分解成更多的波, 增加波长为 $\frac{\lambda}{5}$ 的 $f_4(x)$ 和波长为 $\frac{\lambda}{7}$ 的 $f_5(x)$, 则它们叠加起来将会更接近于 $A(x)$ 。

另一种分解方式是按不同频率分解, 如图 6-14(b)。横坐标为频率 ν , 纵坐标是以频率为自变量的振幅 $G(\nu)$ 。在 $\frac{2}{\lambda}, \frac{4}{\lambda}, \frac{6}{\lambda}, \frac{8}{\lambda}$ 等频率处, $G(\nu) = 0$ 。

有了上面的物理概念, 下面抽象地引出富里叶变换的概念。

令 $f(x)$ 为实变量 x 的实函数或复函数, 则 $f(x)$ 的富里叶变换定义为:

$$F\{f(x)\} = F(q) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) e^{-2\pi i q x} dx \quad (6-23)$$

也可通过对 $F(q)$ 实施逆变换 F^{-1} , 求出 $f(x)$:

$$F^{-1}\{F(q)\} = f(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} F(q) e^{2\pi i q x} dq \quad (6-24)$$

对上述第二种分解方式, 显然存在一种变换对应关系: 一是以变量为 x 的原函数 $A(x)$, 另一个是以频率 $\nu = \frac{n}{\lambda}$ 为自变量的频谱函数, 即

$$A(x) \longleftrightarrow G(\nu)$$

亦即 $A(x)$ 可以分解为一系列频谱函数 $G_1(\nu), G_2(\nu), G_3(\nu) \dots$, 写成

$$\underline{A(x) = F[G(\nu)]} = \int_{-\infty}^{+\infty} G(\nu) \exp(-2\pi i \nu x) d\nu \quad (6-25)$$

逆过程, 一系列频谱函数 $G_1(\nu), G_2(\nu), G_3(\nu)$ 等可以合成出原函数 $A(x)$, 即:

$$\underline{G(\nu) = F^{-1}[A(x)]} = \int_{-\infty}^{+\infty} A(x) \exp(2\pi i \nu x) dx \quad (6-26)$$

上述两式中下加横线的数学式和其上面表述中下加横线的一句话是等价的。

推而广之, 两个函数只要它们的自变量之间存在着某种可以表述的函数关系, 例如倒空间和正空间之间的关系, 都可以写成:

$$G(g) = F[A(r)] = \int_{-\infty}^{+\infty} A(r) \exp(2\pi i g \cdot r) dr \quad (6-27)$$

对二维情况则可写成:

$$G(h, k) = \iint_{-\infty}^{+\infty} A(x, y) \exp[2\pi i (xh + yk)] dx dy = F[A(x, y)] \quad (6-28)$$

从富里叶变换定义式(6-23)式出发, 可得到如下基本运算关系:

$$\text{线性关系:} \quad F\{af(x) + bg(x)\} = aF(q) + bG(q) \quad (6-29)$$

变换规则:

$$\left. \begin{aligned} F\{f(x - x')\} &= F(q) \exp[-2\pi i qx'] \\ \text{或} \quad F^{-1}\{F(q - q')\} &= f(x) \exp[2\pi i qx'] \end{aligned} \right\} \quad (6-30)$$

Scale 变换:

$$\left. \begin{aligned} F\{f(ax)\} &= \frac{1}{|a|} F\left(\frac{q}{a}\right) \\ \text{或} \quad F^{-1}\left\{F\left(\frac{q}{a}\right)\right\} &= \frac{1}{|a|} f(x) \end{aligned} \right\} \quad (6-31)$$

② 卷积定理(Convolution Theorem)。

图像复合相位处理运算中经常用到富氏变换的卷积定理。这个定理用于计算积的富氏变换,即处理两个函数的积的富氏变换,或求两个富氏变换已知的函数的求积,就是求卷积。例如我们用密度测量仪测量一张光学感光乳胶片的强度分布 $f(x)$ 。测量装置上有一个可移动的狭缝光栏片对准乳胶片,而狭缝有一定几何形状,用光栏函数 $g(x)$ 表示:

$$g(x) = \begin{cases} 1 & \text{当 } |x| < \frac{a}{2} \\ 0 & \text{当 } |x| > \frac{a}{2} \end{cases} \quad (a \text{ 为狭缝的宽度}) \quad (6-32)$$

移动狭缝对整个待测乳胶片进行扫描时(即积分强度),强度分布函数还要受到移动中的狭缝的制约。因此积分区间是移动的,为 $\left(x - \frac{a}{2}\right) \longleftrightarrow \left(x + \frac{a}{2}\right)$ 。可见感光胶片上的强度分布是 $f(x)$,而函数中的 x 又是变量,它随狭缝移动而变化。这样一来,最终的强度分布 $C(x)$ 应是

$$C(x) = f(x) \otimes g(x) \quad (6-33)$$

式中 $\otimes$ 为卷积符号。卷积定理是:

$$\begin{aligned} F\{f \otimes g\} &= F(q) \cdot G(q) \\ F\{f \cdot g\} &= F(q) \otimes G(q) \end{aligned} \quad (6-34)$$

③物镜的成像过程。

具体到电镜上的成像过程,可用图 6-15 示意表示。物镜对试样下表面的物面波 $A(x, y)$ 进行富里叶变换,得到后焦面上的衍射波函数(衍射谱) $G(h, k)$,记作:

$$\begin{aligned} F\{A(x, y)\} &= G(h, k) \\ &= G(g) \end{aligned} \quad (6-35)$$

将(6-21)式代入上式,得到:

$$\begin{aligned} G(h, k) &= F\{A(x, y)\} \\ &= \delta(h, k) + i\sigma\varphi(h, k) + M(h, k) \end{aligned} \quad (6-36)$$

$$\begin{aligned} \text{式中} \quad \varphi(h, k) &= F\{\varphi(x, y)\} \\ M(h, k) &= F\{\mu(x, y)\} \end{aligned}$$

高分辨成像时,必须考虑物镜的球差(C_s)

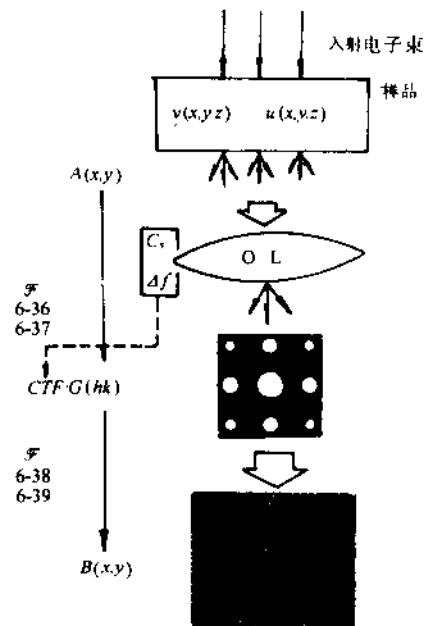


图 6-15 高分辨成像的
两次富里叶变换过程

和离焦量(Δf)的影响,因此衍射波函数 $G(h, k)$ 还需乘上一个修正项,即“衬度传递函数” $\exp[i\chi(g)]$,记作“CTF”,有时简称“传递函数”。

$$\begin{aligned} G(h, k) &= F\{A(x, y)\} \cdot \exp[i\chi(g)] \\ &= [\delta(h, k) + i\sigma\varphi(h, k) + M(h, k)] \cdot \exp[i\chi(g)] \end{aligned} \quad (6-37)$$

衬度传递函数是一个对高分辨成像质量至关重要的因子。据尤拉公式,有:

$$\exp[i\chi(g)] = \cos\chi + i\sin\chi$$

以下步骤便是通过设在物镜后焦面处的物镜光栏,选取包括透射束在内的若干衍射束(000 视为零阶衍射束),让它们通过光栏发生相干,进行物像重构,也就是以(6-36)式表示的衍射波 $G(h, k)$ 为次级波源,再进行一次富里叶变换,便得到物镜像面上的像面波 $B(x, y)$,即:

$$B(x, y) = F\{G(h, k)\} \quad (6-38)$$

用(6-37)式代入,得到:

$$\begin{aligned} B(x, y) &= 1 - [\mu(x, y) \otimes F\cos\chi] - [\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi] \\ &\quad + i[\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi] - i[\mu(x, y) \otimes F\sin\chi] \end{aligned} \quad (6-39)$$

像面上强度(衬度)分布函数是 $B(x, y)$ 与其共轭的乘积:

$$I(x, y) = B(x, y) \cdot B^*(x, y) \quad (6-40)$$

将(6-39)式代入(6-40)式,展开,得:

$$\begin{aligned} I(x, y) &= |1 - [\mu(x, y) \otimes F\cos\chi] - [\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi]|^2 \\ &\quad + |[\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi] - [\mu(x, y) \otimes F\sin\chi]|^2 \end{aligned} \quad (6-41)$$

略去与 $\sigma\varphi(x, y)$ 和 $\mu(x, y)$ 有关的高次项,得

$$I(x, y) = 1 - 2\mu(x, y) \otimes F\sin\chi - 2\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi \quad (6-42)$$

高分辨成像,对极薄晶体,不考虑吸收,则有:

$$I(x, y) = 1 - 2\sigma\varphi(x, y) \otimes F\sin\chi \quad (6-43)$$

应当指出(6-43)式没有考虑光源非相干性,也没有考虑物镜光栏几何因素的影响。但它所描述的衬度可以与晶体势场函数的投影成线性关系,因而图像接近真实地反映了样品的结构。光栏所围衍射束愈多,愈能接近真实结构。

④衬度传递函数(CTF)与分辨率。

从(6-37)和(6-43)式可知,传递函数 $\exp[i\chi(g)]$ 中,对像衬(或对成像逼真度)有实际影响的是 $\sin\chi$,它是倒空间(后焦面处)中倒易矢长度 g 的函数。以 g 为横坐标, $\sin\chi$ 为纵坐标,可以作 $\sin\chi \sim g$ 曲线。如图6-16。它是在加速电压和物镜球差均固定的条件下作出的曲线。可以看出,CTF随成像时的离焦条件的不同发生急剧变化。所以并不是任意成像条件(Δf)的像都能“如实”反映晶体的结构。只当物镜处于最佳欠焦状态时,CTF才能在相当宽的范围内近似为一常数(平台),在此条件下拍摄的像,才较近似于晶体结构晶体势场的投影分布。由图6-16可看出,当100kV, $C_s = 1.6\text{mm}$, $\Delta f = 87\text{nm}$ 时,曲线在 $\sin\chi \approx -1$ 处,有一较宽的平台(称为“通带”)。平台右端对应着高指数衍射(大 g 值),左端衍射(低指数衍射)接近透射斑(000)。平台越宽,说明被物镜光栏选取用来成像的各衍射束,在较宽的范围内,都能使 $\sin\chi$ 的影响较小。平台右端的 g 值对应于较小的面间距 d 值。它就是在此成像条件下(取此 Δf 值成像),所能达到的分辨能力。左端 g 值小,对应大的尺寸细节(d 大),而此处曲线往往偏离 $\sin\chi = -1$ 较大。说明在此 Δf 条件下成像,某些大尺寸细节,反而失真(畸变)严重。好在我们关心的是尽可能小尺寸细节的分辨能力能达到什么水平。故平台左端对应的较大尺寸细节的失真度,倒是无关紧要的。

高分辨成像要求在离焦条件成像,这和6.3.1节所述的衍衬成像的正焦状态下成像不同。这是因为衍衬成像是单束((000)或某(hkl))成像,而且是近轴的成像。而高分辨像是多束相干成像,是相位衬度。采用离焦($\Delta f \neq 0$)是为了弥补透镜像差 C_s 的影响。

分辨极限 δ 与 C_s 、 λ 的关系是

$$\delta = EC_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad (6-44)$$

式中 $E = 0.6 \sim 0.8$,一般取 $C_s^{1/4} \lambda^{3/4}$ 作为分辨率度量单位,称为Gl。

为了保证 $\sin\chi \sim g$ 曲线获得较宽的平台,欠焦量 Δf 可按下述关系估计:

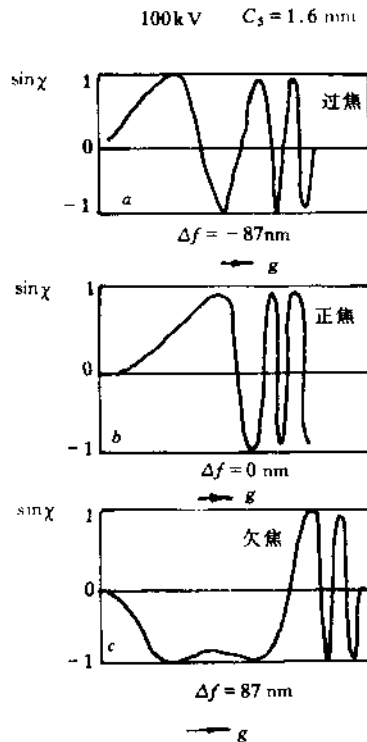


图6-16 固定加速电压(100kV),
固定 C_s (1.6mm)下的 $\sin\chi \sim g$ 曲线

$$\Delta f = KC_s^{1/2} \lambda^{1/2} \quad (6-45)$$

式中 $K = \sqrt{1-2n}$, n 为零或负整数, 一般取 $C_s^{1/2} \lambda^{1/2}$ 作为欠焦量的度量单位, 称为 Sch。

⑤ 加速电压对 CTF 的影响。

从图 6-17 可以看出提高加速电压有利于扩展 CTF 曲线的 $\sin \chi = -1$ 的平台宽度, 并有利于使平台向大 g 值的一端右移。

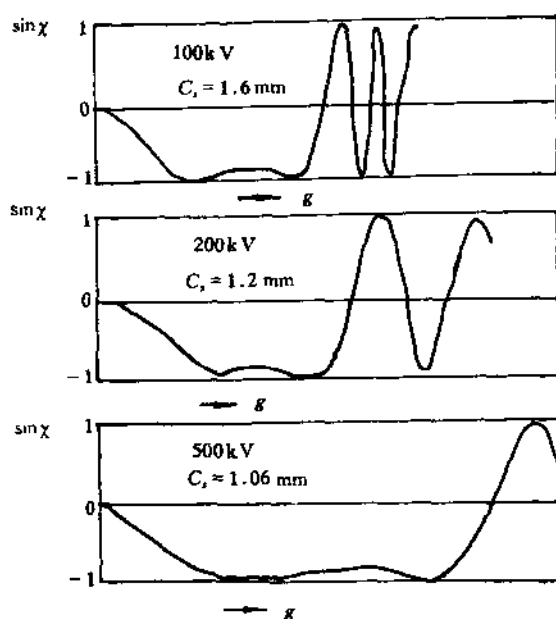


图 6-17 加速电压对 $\sin \chi \sim g$ 曲线的影响

一定欠焦条件 Δf 下, 从 (6-44) 式可知, 减少 C_s , 提高加速电压 E (λ 减小), 均有利于提高分辨率。可以估计出为了使 δ 缩小 $\frac{1}{2}$, 要求 C_s 减至原来的 $\frac{1}{16}$, 这在透镜设计制造上是非常困难的。不如走提高加速电压的途径, 因为只需将波长缩小至原来的 $\frac{2}{5}$ 就可以了。例如 500kV 下的 δ 要比 100kV 的 δ 减小一半。这是相当可观的。但综合考虑各种因素 (包括设备的价格), 一般选取 350~500kV 的加速电压就十分理想了。

⑥ 光源非相干性、物镜色差和物镜光栏几何因素对 CTF 的影响。

电子束非相干性来自: 一是加速电压不稳定; 二是非理想点光源引起电子束发散; 三是物镜色差; 四是物镜光栏几何因素。原则上讲, 上述各因素均可找到一个相位修正函数来对 $G(h, k)$ 进行校正。将这些修正函数连乘起来, 得到一个总的修正函数, 即传递函数, 像计算时将它作用到 $G(h, k)$ 上, 即可得到一个经过修正的 $G(h, k)$ 函数, 类似 (6-37) 式所示。

一种全面综合考虑上述四种因素的物镜传递函数表示如下:

$$T(h, k) = R(h, k) \cdot \exp[2\pi i \chi(h, k)] \cdot S(h, k) \cdot P(h, k) \quad (6-46)$$

$$\text{式中,} \quad R(h, k) = \begin{cases} 1 & \text{在光栏以内} \\ 0 & \text{在光栏以外} \end{cases} \quad (6-47)$$

称为物镜光栏函数,

$$\chi(h, k) = \left\{ \frac{\Delta f \lambda (h^2 + k^2)}{2} + \frac{C_s \lambda^3 (h^2 + k^2)^2}{4} \right\} \quad (6-48)$$

它是表征物镜球差和欠焦量引起的相位差函数。 $S(h, k)$ 则是考虑非理想点光源(电子束发散)引起的振幅衰减(振幅包络)的函数。 $P(h, k)$ 为表征物镜色差引起的振幅衰减(振幅包络)的函数。

上述诸因素中,除加速电压对 $\sin \chi \sim g$ 曲线的影响表现为改变 $\sin \chi$ 频率外,其余因素对 $\sin \chi \sim g$ 曲线的影响,均表现为在原频率条件下,使振幅发生衰减(包络)⁷¹。

采用(6-46)式的传递函数,则物镜后焦面处的衍射波可表示为

$$G(h, k) = F[A(x, y)] \otimes T(h, k) \quad (6-49)$$

将上式和(6-37)式比较,可知二式形式完全相同,不过这里传递函数 $T(h, k)$ 较之(6-37)式的传递函数 $\exp[i\chi(g)]$ 考虑的因素更为全面罢了。利用(6-46)式和(6-48)式,由衍射波函数 $G(h, k)$ 经富里叶变换在像面上重构物像的过程和上面(6-37)式以后的处理过程完全相同,不再赘述。

2. HREM 实验技术及图像处理的有关问题

高分辨电子显微学研究的目的是,在于了解物质的原子排列,研究晶体结构包括从原子尺度研究晶体缺陷和相结构。对于界面研究,则是观察和分析界面区的原子匹配、界面结构、界面的元素分布,以及界面过渡区的结构等。全部实验工作的基础是制备出一个理想的薄膜试样;通过正确的操作,得到一张尽可能反映晶体结构的高分辨照片;最后便是分析、处理高分辨显微照片并给出正确的解释。因此,制备一个理想的试样、正确的实验操作和正确的分析解释图像是高分辨电镜工作的三个主要环节。

HREM 工作对电镜的要求,首先要求分辨率优于 0.2nm,其它性能是,高压稳定度 $\Delta V/V$ 优于 $3 \times 10^{-6}/\text{min}$,真空度优于 $799.992 \times 10^{-6} \text{Pa}$,以保证样品污染速度不大于 0.1nm/min,物镜的球差系数 C_s 小于 2mm⁻¹。此外,一个倾角范围大和操作灵便的多轴全自动驱动测角台是必不可少的。目前性能优越的旋转加双倾的商品试样台的倾角可达到 $\pm 45^\circ$ 。

(1) 对试样的要求及样品制备。

在相当大程度上取决于工作者长期积累的经验。

高分辨电镜工作对样品的要求是很严格的。面对界面研究的试样,要求更为苛刻。应使试样尽可能地满足弱相位体近似,并且在最佳欠焦条件下获得的高分辨图像,才能正

确反映晶体结构。而实际上弱相位体近似很难做到。这首先是难于获得极薄(一般要求 $<20\text{nm}$)、取向又合适、结构信息丰富的样品。厚度超过要求,若同时含有重元素,弱相位体近似就达不到。此时虽然能得到清晰照片,但衬度与晶体结构投影并非一一对应,给图像的解释带来困难。图像的解释一般需通过反复模拟像计算,与实验结果匹配分析,才能得出合理解释。

对界面区 HREM 研究试样,厚度要求更严,以 10nm 厚度为宜。这样薄的样品往往难于经受长时间观察的电子辐照。卷曲、烧毁均有可能。这时试样室的冷却装置十分重要。还有一点就是要有合适的试样取向,研究界面,要求界面平行于入射电子束方向,且界面两侧晶体均处于能获得结构信息的有利取向。但此时如果在界面内存在台阶,将会观察不到。困难在于此时不能像衍射观察时那样倾斜试样。此外, HREM 观察界面位错要求位错方向 u 平行于电子束方向。至于研究界面位错的反应,目前几乎不可能。这些都是 HREM 用于研究界面的局限性。尽管如此,近 10 多年来国内外学者在 HREM 界面研究方面仍然取得了很大进展。这些工作集中于界面的晶格匹配、界面过渡区的结构、界面区元素的选择性偏析等方面。到目前为止仍不失为一种能最直观给出界面结构原子分布的一种分析手段。

样品制备方法很多,下面介绍文献[79]建议的一种行之有效的方法。

图 6-18 是制备垂直于界面的横截面样品过程示意图。先用 X-射线劳埃法测定样品取向,然后沿垂直于观察方向的平面用金刚石刀切片机切出 0.5mm 宽的薄片(图 6-18(a))。再用环氧树脂将切片膜面对膜面粘起来(图 6-18(b)),固化处理后,将已粘结的样品用 Epoxy 封固在圆形套筒内,然后用 Gatan 研磨机将其研磨至约 $20\mu\text{m}$ 厚,再用离子减薄仪将其薄化至可观察的最终厚度(约 10nm)。

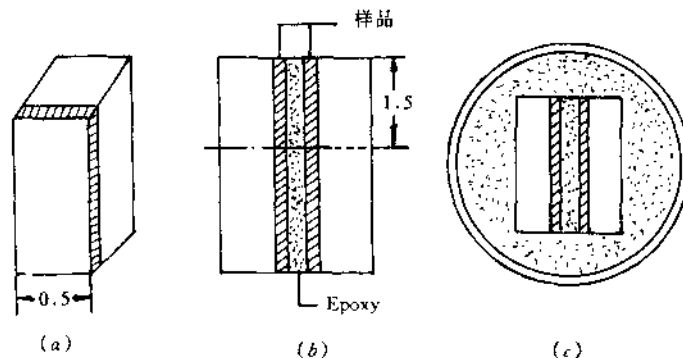


图 6-18 高分辨电子显微术研究界面的样品制备

至于研究一般多相合金或复合材料的界面,则用普通电解减薄方法制备样品。观察时通过倾斜样品选择界面沿电子束方向的视场进行观察即可。

颗粒状(如纳米粒子)样品,可采用类似如图 6-18 所示方法,将颗粒包埋后再进行双面减薄,制备样品。

(2) 计算机像模拟—计算衍射振幅的多片层法。

关于相位体的概念,最早是由 Boersch^[80] 在 1946 年提出来的。他指出电子波经过试样时,试样中的原子或原子聚合体对电子波的作用,可看作原子或原子聚合体形成的势场对电子波波阵面的形状发生影响。这实际已经把晶体视为相位体。更早的 Abbe 原理也已经认为电子波经过周期结构晶体试样的散射,便携带了晶体结构信息,并在下表面处形成了成一定角分布的散射电子波场。

20 世纪 50 年代, Cowley 和 Moodie^[78] 从物理光学的途径建立了一种衍射动力学多片层法,用来计算衍射振幅。这已成为目前广泛用于计算高分辨像衬的一种方法,现将原理简介如下:

将晶体视为被平行分割成一系列垂直于电子束方向的散射平面,设电子束沿 z 方向入射,从厚度 z 到 $z + \Delta z$ 间的势场投影到一个平面上, Δz 之间为真空,则第 n 个散射平面的透射函数为:

$$A_n(x, y) = \exp[i\sigma\varphi_n(x, y)\Delta z] \quad (6-50)$$

式中 $\sigma = \frac{\pi}{\lambda E}$, E 为电子加速电压, $\varphi_n(x, y)$ 为晶体势场沿 z 方向在第 n 个平面上 (x, y) 处的投影,考虑由于 Fresnel 传播引起的相位移因子:

$$P(x, y) = \exp\left[i\frac{k(x^2 + y^2)}{2\Delta z}\right] \quad (6-51)$$

则第 $n+1$ 个散射平面处的出射电子波函数为:

$$\varphi_{n+1}(x, y) = [\varphi_n(x, y) \odot P(x, y)] \cdot A_{n+1}(x, y) \quad (6-52)$$

在倒空间,可写成:

$$\varphi_{n+1}(h, k) = [\varphi_n(h, k) \cdot P(h, k)] \odot G_{n+1}(h, k) \quad (6-53)$$

于是,电子波在多片层中的传播,可表述为上述连续片层散射过程的叠加。在正空间用一维形式表达,达到试样最底层,根据试样厚度和材料的单胞参数,可计算出层数,于是波函数为:

$$\begin{aligned} \varphi(x) = & g_n(x) \left[\cdots \left[g_2(x) \left[g_1(x) \left[g_0(x) \right] \odot P_0(x) \right] \right] \right. \\ & \left. \odot P_1(x) \right] \odot P_2(x) \left. \right] \odot \cdots \left. \right] \odot P_n(x) \end{aligned} \quad (6-54)$$

在倒空间,相应函数为:

$$\varphi(h) = \left[G_n(h) \odot \cdots \left[G_2(h) \odot \left[G_1(h) \odot \left[G_0(h) P_0(h) \right] \times P_1(h) \right] \odot P_2(h) \cdots \right] \odot P_n(h) \right] \quad (6-55)$$

根据(6-54)式即可求得振幅,进而计算出像的强度。

前已述及,弱相位体成像只是一种简化的假设,除了试样极薄外,还认为试样主要由轻原子组成。若不是轻原子,而是像 Mo 那样的中等原子序数原子,其沿 c 轴方向单胞长度约 0.4nm,这时即使样品厚度不超过 5nm,电子束在试样中受到相位改变已相当可观了。不适宜当作弱相位体处理。而应该通过像模拟反复尝试,以获得对图像的合理解释。通常的作法是:

确定成像条件的主要参数,如球差系数 C_s 、离焦量 Δf 、束发散度 θ_s 、色差引起的离焦量 Δ 、物镜光栏尺寸(换算成倒空间的尺寸 D)等,将这些系数输入计算机,计算传递函数。选择试样厚度,根据材料估算出沿电子束方向的片层数,再利用以多片层法为基础建立的软件计算出强度分布,即像衬,得到计算的结构像。

由于未知因素较多,加上结构模型的合适选择是一件细致而带尝试性的工作,像模拟计算往往工作量很大,颇费周折。最后一个程序是将计算像和实验像进行比较。最终才能确定试样物质的晶体结构。

常用的模拟计算软件有 M. A. O'Keefe 和 P. R. Busceck^[81] 和 P. A. Stadelmann^[82] 所编的程序以及一些经过不同作者作过改进的程序

(3) 实验程序。

① 电子束光源相干性考虑。

高分辨电子像是由电子束经试样散射后的电子波相干产生的。照明电子束单色性好,亮度增加,有利于提高高分辨像的衬度和质量。电子束的发散度将严重影响像质量,损失图像的细节。如何控制光源发散度(用发散角 φ 表示),以保证好的相干性,成为高分辨实验中首先应该考虑的问题。

φ 的大小决定于三个因素:一是光源本身的线度。由灯丝材料的性质和几何因素决定。通常发卡式灯丝尖端直径在 30nm 左右。而点灯丝及 LaB₆ 灯丝可优于 3nm,相干性较好。二是和第一聚光镜(CL1)的激发强度有关,激发愈强,“束斑尺寸”愈小, φ 愈小。三是和第二聚光镜(CL2)的光栏大小与激发强度有关。光栏愈小,激发愈强, φ 愈小。

设 R 为拍完 HREM 照片后,保持 CL2 电流不变,回到衍射位置所获得的衍射谱上的衍射斑半径; L 为相机长度,则有如下近似关系:

$$\varphi = \frac{R}{L}$$

一般高分辨工作为了获得优于 0.2nm 的分辨率,发散度应优于 1×10^{-3} rad。由于发散度大,相干性下降,首先使高阶衍射(对应于 $\sin \chi \sim g$ 曲线的右端 g_n)严重衰减,这从上式可以看出,损失了晶体结构中宝贵的小尺寸细节信息 d_n (注意 $d_n \propto \frac{1}{g_n}$)。

实际工作总是设法控制发散度到某一适宜数值,以取得好的效果。过分减小 φ ,亦不可取。因此时会大大降低照明强度,以致高放大倍数下拍照困难。发散角 φ 与相干宽度

$\chi_c = \frac{\lambda}{2\pi\phi}$ 是矛盾的。选择高亮度的光源(如 LaB₆)有助于协调这一矛盾。

②束对中。

要求入射电子束与光轴严格合轴。入射电子束偏离光束即使是一个极小角度,都会附加上一个图像不对称性,恶化图像质量,也给分析带来困难。首先,不对中,在物镜衬度传递函数上叠加上一个新的相位移,而此附加相位移,还没有什么方法可将其从总的相位移中区别出来。其次,不对中使下一步的消像散调整没有意义。因此,束对中总是在其它电子光学调整之前进行。

剑桥大学 Smith 等^[83]指出在 0.3nm 分辨率下,由于束不对中,人为引入的晶体结构像的不对称性,要大于试样带轴偏离光轴同样角度而引起的不对称性。

束对中的方法,通常采用一个无定形物质薄膜成高分辨像,反复调整束倾斜装置的 x 和 y 钮,使薄膜显示的方向性逐渐变小,以此为根据,达到对中的步骤是:先固定 y 钮,调 x 钮到一适当量,使无定形结构显示某种程度的方向性(一般为拉长,当大于 2mrad 时,即可看出明显拉长),再反方向调 x 钮,使像重现相近程度的方向性;如此正反方向往复调整,而每次调整,均适当缩小调整量,每一次调整,方向性将有所缩小,直至方向性最小时, x 钮固定下来。仿上法调整 y 钮,使 y 方向亦达到最小方向性。以上是传统采用的束对中方法。近年高性能电镜,由于采用机装微机程序控制调整,可以很方便地进行精确合轴。

③选择薄区。

用晶体势场沿电子束方向的投影直接解释晶体结构图像,只适用于弱相位体近似。因此必须选择十分薄的区域进行观察,为了解释方便,还必须选择合适的低指数带轴使之平行电子束方向。选择的薄区就是所谓运动学厚度的区域。一般对 100kV 加速电压,宜取 5nm~10nm;200kV 下,10~15nm;1000kV,20~50nm 厚度。视材料组成元素的原子序数大小而定,轻元素可稍厚。图像的处理一般都需针对设定的结构模型,进行像模拟计算,将计算像与实验像匹配比较,方可得出可信结论。实验中准确知道观察区的厚度是困难的。通常总在薄区或孔洞边缘处选取视场。第一根等厚条纹出现的外侧,其厚度大体相当操作反射相应的消光距离的一半。对不锈钢试样,当 $g = 111$ 时,此处的厚度约为 12.5nm。不可在正好显示等厚轮廓的部位拍摄高分辨像,这里存在强烈的动力学效应,不能视为弱相位体。

④选择合适取向。

这是一个细致、费时的的工作。要求电镜配有调节方便自如、顶插大角度旋转双倾试样台,否则很难获得理想的试样取向。工作时总是希望使低指数、高对称性带轴方向平行于电子束方向。首先在装入试样时,注意样品杯要准确位于试样台的中心,放下时要有自由、平稳、无阻滞的感觉。这是正常的操作状态。否则容易使倾动操纵杆变形、受损。

倾动样品可以零阶劳厄带在衍射谱的斑点是否对称等强分布作为带轴是否平行入射电子束方向的判据。通常遇到的困难在于倾动样品时难免发生样品平移。可以利用使衍射图散焦,斑点变成圆盘,观察多重暗场像中衍射盘中的试样运动情况,一面倾动,一面小心操纵平移装置,使感兴趣的区域回到荧光屏中心。此外,还应注意在倾动样品时采用弱

照明,避免因调整时间过长,试样受损伤

带轴与光束合轴后,增强聚光镜电流,观察衍射谱上以(000)为中心的一对强斑点是是否对称等强,再次检查带轴的合轴情况。因为操作中因试样辐照受热而翘曲,局部发生取向微小变动的情况是难免的。反复检查调整很有必要

⑤像散校正

物镜像散是破坏高分辨像的对称性的主要原因之一。高分辨电镜工作中,像模拟计算中不引入物镜像散参数。因此每一次试验时在对晶体观察前,均须校正像散,而且应尽可能消除。现代高性能电镜,均具备操作方便的消除像散装置。传统的利用圆孔(微栅上)边缘 Fresnel 条纹的对称性(方向性拉长)校正像散的方法对高分辨工作已不适用。因为在几十万倍这样高的放大率下,已无法找到小尺寸圆孔、无定形结构的膜作为弱相位体,在高斯平面上应该表现无衬度,利用这个原理,在高倍高分辨工作中对像散进行校正,操作如下:

在像散严重的仪器状态下,取约 10 万倍放大率,找到无定形结构膜的边缘,调物镜聚焦,使膜边处于正焦状态,此时由于像散,像的衬度和对称性均不理想,于是调节消像散器,使衬度和对称性有所改善,达到最佳状态。但这时膜边缘像将变得不清晰,再用物镜微调钮使之回到正焦状态,使边缘重新清晰。然后在设定的工作高倍下,仿上述步骤,交替利用消像散器和物镜微调,反复调整。直至达到膜的衬度最小的状态,总出现在某一严格的物镜聚焦和消像散位置。理想的完全消像散状态在荧光屏上应看不到任何衬度,即呈现“完全透亮”状态

也可以这样检查像散是否已完全消除:微调物镜细聚焦钮,使无定形膜的物质显示颗粒结构衬度,如果这些颗粒外形圆而对称(不是椭圆或拉长),就可认为已完全消除了像散。

6.3.3 电子衍射方法

当电子束入射到原子作周期排列的晶体试样上时,在倒易空间形成反映这种周期性(设正空间间距为 d)的间距为 $\frac{1}{d}$ 的倒易点阵。前已述及,近代晶界理论认为,晶界也是一种具有周期性的结构,设其正空间周期为 d_{gb} ,则电子束入射到晶界区,倒空间亦应形成以 $\frac{1}{d_{\text{gb}}}$ 为周期的倒易点列。由于晶界厚度有限,由晶界贡献的倒易点拉长成垂直于晶界面的倒易杆,这已为实验证实

1. 晶界衍射的运动学理论——晶界衍射结构因子计算

晶界区衍射谱提供晶界结构周期性的重要信息。分析晶界电子衍射谱,首先要解决晶界衍射的结构因子的计算问题。出发点是重位点阵模型。

以简单、常见的立方晶体为例,设 FCC 晶体有以 $[001]$ 为扭转轴并与其垂直的晶界平面。扭转的结果是在界面上形成正交的螺位错网。位错间距 d_D 。设取向差为 θ ,将晶界面选择为 xy 平面, z 轴沿法线 $[001]$ 方向,如图 6-19(a)、(b)所示。当取向差 θ 满足 CSL 所要求的值时,可以得到如图 6-19(c)所示的重位点阵(大实圆点所示), $|b_0|$ 是基体的平移矢量。显然,要能构成重位点阵, r 和 s 必须为整数。CSL 的二维单胞是边长为

(1) CSL 与原两侧点阵的关系 (2) HfO_2 晶界的“易点阵”位

在立方点阵中允许存在重位点阵的 Σ 值为奇数, 并且可以证明一般有: $\Sigma = r^2 + s^2$ ($u^2 + v^2 + w^2$), 此处 $[uvw] = [001]$, $\therefore \Sigma = r^2 + s^2$ 图 6-19(d) 是和晶界衍射对应的倒易点阵。CSL 的倒易阵点用间距为 $\frac{1}{2d_{111}}$ 的正方格子表示。以此正方格子边长作为重位点阵的倒易基矢长度, 则不难得到原晶体倒易矢指数 (hkl) 和重位点阵倒易矢指数 (HKL) 的变换关系。

$$\begin{aligned} H &= (h - k) \frac{r}{2} + (h + k) \frac{s}{2} \\ K &= (h - k) \frac{s}{2} + (h + k) \frac{r}{2} \end{aligned} \quad (6-56)$$

对图 6-19(c), 左侧(Ⅱ)(或图 6-19(b)上部晶体):

$$\begin{aligned} H &= (h-k) \frac{r}{2} - (h+k) \frac{s}{2} \\ K &= (h-k) \frac{s}{2} + (h+k) \frac{r}{2} \end{aligned} \quad (6-57)$$

对(Ⅰ)或(Ⅱ)均有 $L=1$ 。

在晶体由同种原子组成的假设下, 将公共原子散射因子略去, 即得晶界重位点阵单胞的结构因子表达式如下:

$$F(HKL) = \sum_q \cdot \sum_p \exp[-2\pi i(Hx_{pq} + Ky_{pq} + Lz_{pq})] \quad (6-58)$$

式中 x_{pq} 、 y_{pq} 、 z_{pq} 表示第 q 层与晶界平行的原子面上 p 原子的坐标。假设原子弛豫使得 q 层中各原子均具有相同的 z_q 值, 则(6-58)式可改写为:

$$F(HKL) = \sum_q \left\{ \sum_p \exp[-2\pi i(Hx_{pq} + Ky_{pq})] \right\} \exp(-2\pi iLz_q) \quad (6-59)$$

作上述运算时, 重位点阵单胞的选择, 注意单胞厚度应考虑两侧晶体在界面处会合时有原子位置弛豫的平面之间的距离。实际上 CSL 模型本身就已考虑了位置弛豫这一点。

只要单胞内各原子位置已知, 就可根据公式(6-58)或(6-59)式求得界面倒易点(HKL)的结构因子, 从而计算出此点的运动学强度。图 6-20 是 Guan 等^[84]1973 年计算 FCC 中扭转晶界结构因子一例。图 6-20(a)是对 FCC 晶体以[001]为扭转轴, 扭转 $\theta = 9.5^\circ$ 所计算的 $(HK0)^*$ 倒易面上各倒易点的结构因子分布图。其它参数如下:

$$\begin{aligned} d_D &= 6|b_0| \approx 1.7 \text{ nm}, \\ r &= 12, s = 1, \Sigma = 145 \end{aligned}$$

图 6-20(b)是从图 6-20(a)中挑选出结构因子值较大者画出的倒易点, 界面很薄, 倒易点拉长成垂直于界面的倒易杆。

扭转晶界两侧原子位置和不存在晶界时相比, 在垂直于界面的 z 方向位移甚小, 故界面两侧倒易阵点在 z 方向与完整晶体倒易点阵有相同的周期性。

由上述计算可以得出:

(1) 晶界结构的周期性, 可提供能反映这种周期性的衍射谱。由衍射斑点间距, 可推算出构成扭转晶界的螺位错的间距 d_D , 并由此求出 CSL 单胞大小, 其边长等于 $(r^2 + s^2)^{1/2}|b_0|$ 。衍射谱还可给出不是扭转晶界时的其它晶界周期性信息。

(2) 界面衍射斑点结构因子计算, 在决定 CSL 单胞大小和单胞中原子位置时, 要考虑两侧原子位置的弛豫, 这可以参考 Van der Merwe 所提供的由螺位错列阵所推导的原子弛豫表达式^[85], 按一定的弛豫模型算出原子位置的位移, 据此便可计算出结构因子, 并进

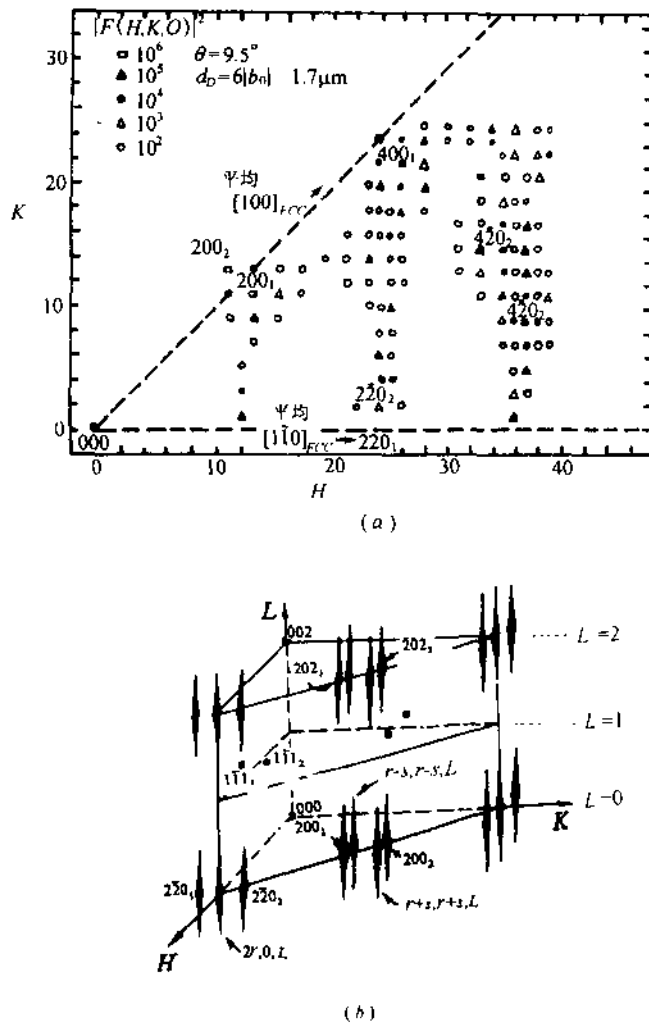


图 6-20 (a) 螺位错间距为 1.7nm 的扭转晶界 $(HKL)^*$ 倒易面上各倒易阵点的结构因子
(b) 为从 (a) 挑选出强反射作出的倒易杆, 它们垂直于界面

而求出衍射运动学强度。当计算结果与实验结果不符时, 应考虑调整原设定的弛豫模型, 直至二者吻合。

(3) 界面衍射倒易杆垂直于界面, 倒易杆长度反比于界面厚度, 由倒易杆长度可以半定量地估计界面的厚度。

2. 晶界周期结构正空间与倒空间的关系

图 6-21 表示晶界周期性正倒空间的关系。

(1) 图 6-21(a) 中, 试样膜面法线 N , 界面法线 n , 界面本身有周期性, 其周期为 d_0 , 周期延伸方向为 P ; 基体晶粒周期延伸方向为 M , 其周期为 M_D 。

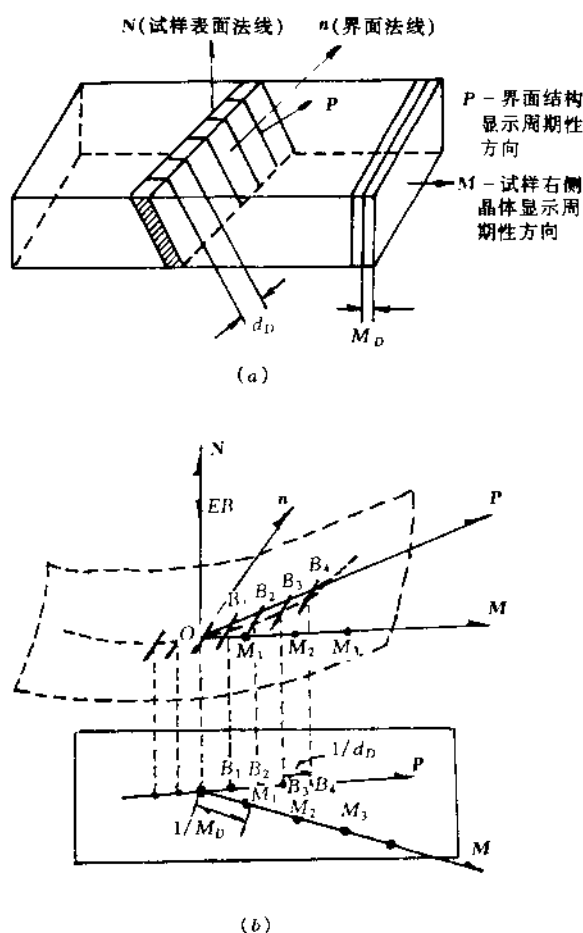


图 6-21 晶界正空间周期性(a)与对应的倒空间衍射斑点周期性分布的对应关系(b)

(2)图 6-21(b)中,可以看出基体衍射斑点列(它反映了基体晶体结构周期性)对应的倒易杆 $O, M_1, M_2 \cdots M_n$ 垂直于试样表面。晶界区周期性提供的晶界衍射斑点对应的倒易杆列 $B_1, B_2, B_3 \cdots B_n$, 垂直于界面(平行于 n), 它们的排列方向则沿周期性延伸方向 P_n 。

(3)基体周期性(面间距) M_D 小, 故对应于基体的斑点列 $O, M_1, M_2 \cdots$ 间距大; 而晶界区周期性 d_D 大, 故反映晶界周期性的晶界斑点列 $O, B_1, B_2 \cdots$ 间距小, 斑点密集。

图谱中照片[47]提供了晶界衍射研究的实例。

3. 电子衍射方法所能获得的晶界结构信息

(1)判断晶界结构周期性。

跨越晶界区进行电子衍射, 在主反射周围沿一定方向出现密集衍射斑点, 通过适当实验手段, 排除了它们来自第二相或其它结构因素以后, 即可判断晶界具有周期性。

(2)晶界弛豫研究。

包括研究晶界两侧原子弛豫方式及其定量估计,以及形成晶界时原子弛豫的大小。可测弛豫范围的尺寸,是晶体学上确定晶界区尺寸的依据。一般根据设定参数,如 Σ 、 θ 、 r 、 s 、 $[uvw]$ (旋转轴指数)等,可计算并绘出投影到垂直于 $[uvw]$ 的面上,含界面上、下各两层的原子的投影图。参考原子位置弛豫数据,即可确定 CSL 单胞大小,对结构因子进行计算。反过来,从晶界超点阵衍射和主反射的结构因子以及倒空间资料也可提供晶界区原子弛豫的有用信息。

(3) 测量晶界厚度

“厚度”,在这里指晶界附近那些偏离两侧完整晶体理想位置的原子层数目。若构成晶界区的这些原子层间距相等,且以等强进行散射,原则上可将它们的衍射振幅写成干涉函数的形式,并通过测量衍射强度峰的半高宽,计算出晶界厚度。当然,直接通过测量晶界衍射倒易杆长度,也可以半定量推算出晶界厚度。

6.3.4 背散射电子衍射——取向成像电子显微术(EBSP)

基于背散射电子衍射原理建立起来的取向成像电子显微术,是近些年来发展并日益完善的一种新技术。它扩大了扫描电镜的功能,使研究块状材料表层下一定深度的微结构,特别是微区域的取向变化、多晶试样的界面取向分布(Σ 分布),增加了一种新的手段。

工作原理简述如下^[4]:

电子束入射到试样上,除产生弹性散射以外,还产生非弹性散射。参看图 6-22(b),对试样中一点 p ,向四周 360° 空间发射无定向、能量损失仅几十电子伏特(相对于 200kV 加速电压电镜的电子源来说是很小的)的非弹性散射电子。这些从各个方向入射到晶体中某一 (hkl) 面的射线中,总有一些射线对 (hkl) 的入射角 θ 是满足布拉格条件 $2d\sin\theta = \lambda$ 的,于是在 (hkl) 和 $(h\bar{k}\bar{l})$ 两侧,形成了两个半顶角为 $(90^\circ - \theta)$ 的衍射圆锥。这两个衍射锥在衍射模式下,经透镜的放大交于荧光屏上便是一对双曲线,但由于电子波长很短,厄瓦球半径很大,这对双曲线看起来像是一对平行直线,被称为菊池线(Kikuchi line)。平行线的中线 AB 就是衍射平面在荧光屏上的投影迹线。不难想像,对应于试样表面一点处的不同 (hkl) 和 $(h\bar{k}\bar{l})$ 面,可以获得许多对菊池线,利用三对交叉的菊池线,可以求得该点的精确取向。比起通常的单晶衍射谱,由许多菊池线对组成的菊池谱对取向的微小改变,要敏感得多,这使得利用菊池谱一直成为精确测定取向的有效方法。

在扫描电镜上配备上一种与电子束在试样上扫描同步的接收装置和可以快速计算处理不同部位菊池谱,进而逐点求出晶体学取向的装置,以快速获得大块试样表面逐点的取向信息的愿望在计算机技术高度发展的今天,已成为现实,这就是这里介绍的背散射取向成像技术。这个装置(图 6-20(a))除了接受单元外,还配有一套电子计算机数据处理和图像转换系统,它有很高的计算速度,除了能通过菊池谱分析,给出取向面分布外,还有十分完善的将取向分布转换为图像的功能,可以用不同的灰度或色彩显示出晶体表面层一定深度范围内因取向改变而揭示的各种微结构变化,如微孪晶形成、裂纹萌生处的早期取向微小变化、裂纹扩展过程沿裂纹途中的取向变化、晶面的扭转与畸变,乃至以取向差反映出来的晶界 Σ 值分布。分析功能反映在一套专门开发的软件中,不同厂家提供的软件

第七章 材料中的第二相 及其电子显微分析方法

7.1 引言

晶界模型也适用于相界,相界作为一种周期结构,原则上也可以用重位点阵来描述。这是由于相界面两侧晶体,虽然晶体结构不同,但都有其自己的周期性。因此分别来自两相的原子在界面处相遇,在原子位置弛豫的协调下,可以周期地出现“重位”,构成一种超点阵周期结构。除这种两相原子配合得“好”的区域之外,也存在着原子排列紊乱、非共格的“坏”区域,当这种区域足够宽时,经过局部调整原子位置,可以形成界面位错。除界面位错外,还有一种台阶结构。它可以是结构性的即点阵匹配的自然结果,也可以是相界运动迁移的结果。了解台阶的形成,对于了解相界的形成机制和发源于界面的相变机制是十分重要的。无论界面位错和台阶都受制于界面的能量,形成位错和台阶都有利于降低界面能量。从整个系统来讲,界面相对于晶内是高能 and 亚稳的区域。因此第二相在相变过程中,优先在界面上析出是降低系统能量所要求的。

上面我们说“原则上”也可以用晶界重位点阵来描述相界,是指在相界情况下,无法像处理晶界那样,通过两个晶体点阵的相对旋转来找到重位点阵和相应的 DSC 点阵,但是 Balluffi 和 Brokman^[94]与 Bonnet 和 Durand^[95]分别通过作图和分析方法在已构成实际界面的贯穿点阵中找到了形状、尺寸和位向都很接近的重位点阵单胞。Balluffi 等还成功地用作图法求解了钢和黄铜中 FCC/BCC 相界面在 N-W 和 K-S 取向关系下的重位点阵及由此建立起来的 DSC 点阵的基矢。有意义的是各基矢的大小和方向都随两相晶格常数及取向关系而变化,并由此解释了两相错配位错的一些问题^[53]。以上说明,尽管还不能简单地照搬晶界点阵模型的运算程序来处理相界结构,但相界亦具有周期性则是无疑的。

工程材料问题:一是合金化问题,二是生产工艺问题,三就是界面问题,包括界面结构、第二相在界面上析出以及材料服役过程中界面的运动、界面位错与第二相的关系等等。

7.2 电镜工作研究第二相的哪些问题

首先是第二相的形核以及它和母相的界面结合状态及晶体学取向关系。界面由于相对于晶内是高能 and 比较不稳定的状态,它是相变时析出第二相的最优先地点。第二相在界面的形核率随界面自由能的升高而增加。如 18-8 型不锈钢中的 $M_{23}C_6$ 碳化物,优先

在 α -铁素体/奥氏体界面析出,其次才是奥氏体晶界、非共格孪晶界和共格孪晶界。界面的晶体学取向对第二相的惯习取向有直接关系。如果晶界平面正好或接近于析出相所要求的取向时,第二相析出的几率将大为提高,而且将维持稳定的取向关系。如果晶界一侧晶粒满足上述条件,而另一侧不满足这种条件,则第二相往往形核于满足条件的一侧,且保持共格或部分共格关系,并向不满足条件另一侧不共格地长大。

晶内形核的优先地点通常是那些在相变过程中不改变空间位向的所谓“不倾转晶面”(Untilted plane)上,而这些不倾转晶面往往含有一个或多个“不倾转晶向”(Untilted Direction),这种不倾转晶面和不倾转晶向便成了两相取向关系中母相一侧的参数。当然,由于第二相和母相晶体结构上的巨大差异,出现第二相与母相无确定取向关系的情况也是常有的。

合金早期时效过程中,小尺寸(一般小于10nm)的第二相粒子往往优先在界面缺陷包括界面位错处形核,这也是由于这些缺陷处的高能不稳定状态所决定的。

材料工作者关注的另一个问题是第二相析出在基体中引起的应变状态,这是一个和两相界面结合方式有关的问题。共格或部分共格在基体中引起的应变场的性质和大小,以及它们在电镜观察中表现的衬度效应和特征等,这些都为电镜工作者所关注,并为此建立了定量和半定量的分析方法。

第二相在电镜下观察到的衬度还有来自第二相本身位向的取向衬度以及来源于组成第二相物质原子性质的结构因子衬度。这些也都是电镜工作者所关心的。

7.3 由第二相引起的衬度类型

合金中第二相的衬度由下述因素决定:它和母相基体的晶格匹配情况是共格、部分共格或是完全不共格;第二相的组成元素以及第二相的几何形状:圆盘状、片状、球形还是针状。这些不同情况在电子衍射谱和图像衬度上都会反映出来。

有第二相和基体(母相)晶体结构相同者,但晶体结构和点阵常数均相同却不多见。第二相和基体界面匹配情况概括起来有共格、部分共格和不共格三类,示意如图7-1。共格又分为两种情况:共格无错配,如图7-1(a);共格,但在某一界面上有错配,如图7-1(b)。部分共格,如图7-1(c),图中上下界面是共格的,而左右界面则不共格。第三类是完全不共格,如图7-1(d)。

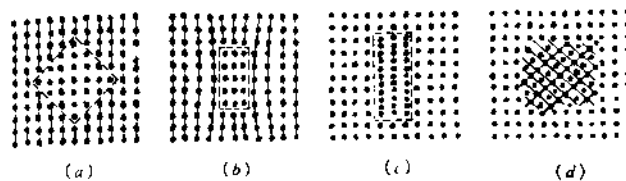


图 7-1 两相界面匹配的三种类型

(a)(b) 共格关系 (c) 部分共格关系 (d) 不共格关系

7.3.1 基体应变衬度

这种衬度来源于第二相和基体的界面点阵共格,但匹配界面的点阵常数略有差别,存在一定错配度,如图 7-1(b)。这就势必在界面附近的基体中造成应变场,即点阵畸变。电子束经过此狭窄畸变区时,波的相位发生改变,从而显示出不同于远离界面处的基体衬度,这就是应变衬度。图谱中照片[30]就是 Ni 基高温合金中 γ' 相(Ni_3Al)在基体中显示的应变衬度,它说明了 γ' 相有强化基体的作用。一方面它可阻碍位错的运动,同时它也增强了基体本身抗形变的能力,包括室温形变和高温抗蠕变的能力。下面我们分析一种比较典型的微小球形第二相粒子的应变衬度。

设无限大各向同性基体中,镶入一个各向同性的错配球,四周均与基体点阵共格,但都有一定程度错配,错配度 δ :

$$\delta = \frac{2(a_1 - a_2)}{(a_1 + a_2)} \quad (7-1)$$

a_1 、 a_2 分别为第二相和基体在界面处的点阵间距。

粒子为球形,它对包围它的基体形成有一定厚度的应变场壳层,如图 7-2 所示。第二相在基体中引起的位移 $\mathbf{R}$ 是纯径向的。设 r_0 为粒子半径, r 为表征应变场中某一点位置的矢量, ϵ 为描述应变场强度的参数,则粒子在基体中引起的位移场矢量可表示为:

$$\text{在基体壳层中: } \mathbf{R}_r = \frac{\epsilon r_0^3}{r^3} \mathbf{r} \quad (7-2a)$$

$$\text{在第二相粒子中: } \mathbf{R}_r = -\epsilon \mathbf{r} \quad (7-2b)$$

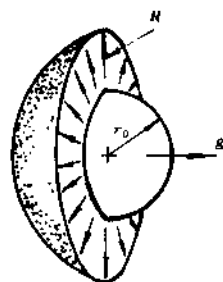


图 7-2 第二相粒子在基体中引起的径向应变场壳层(剖面)

引入 K : 粒子体弹性模量, E : 基体杨氏模量, ν : 基体泊松比, 则错配度 δ 和应变场强度参量 ϵ 的关系是:

$$\epsilon = \frac{3K\delta}{3K + 2E/(1 + \nu)} \quad (7-3)$$

(7-3)式认为:粒子的应变是纯径向应变,基体应变为纯切应变,假定基体和第二相的模量相等即 $K = E$;对一般材料取 $\nu = \frac{1}{3}$,则近似有:

$$\epsilon \approx \frac{2}{3} \delta \quad (7-4)$$

计算第二相粒子在基体引起的应变场衬度,仍应用在第二章给出的计算含有缺陷晶体的衍射振幅的公式(2-18)。公式中的 R 用(7-2a)式的 R_p 代入即可。

主要结果如下:

1. 球对称粒子在基体中引起蝶形轮廓衬度

图 7-3 为计算所得的相对背景强度为 2%、20%、50% 的衬度轮廓,这是一种蝶形对称的衬度分布,图中心实线圆圈是质点的大小。这种衬度特征已经为实验结果所证实。图谱照片[7]、[27]即是这种衬度的例子。

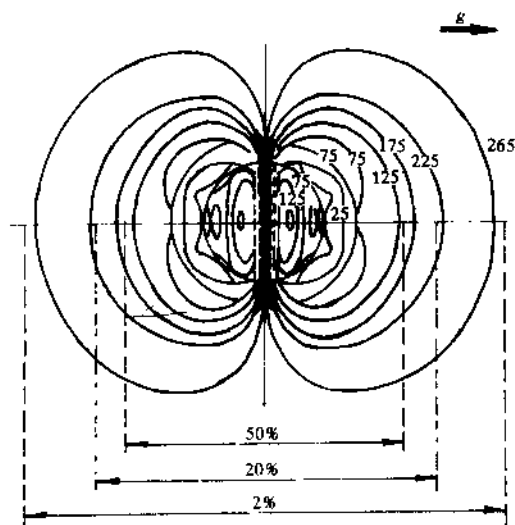


图 7-3 球对称应变场衬度像的强度轮廓(引自 Ashby M F)

2. 蝶形衬度两翼的特征

随粒子在膜中的深度变化,蝶形衬度两翼的强度分布发生变化,如图 7-4。主要结果是:

(1)暗场像:质点在膜上下表面附近衬度相同;明场像:上下表面附近衬度相反。

(2)在中心处(图 7-4 的 2.5 倍 ξ_g 处),明场像对称,暗场像不对称。

(3)上表面附近,明暗场像衬度轮廓相似;而下表面附近,衬度轮廓相反。这是由于子吸收对入射束和衍射束作用的结果。

(4)除上下表面附近外,试样中其余各处,像宽度大致相同。据此可以定性估计质点在试样中的粗略深度。当图像上质点像很多时,可根据蝶形衬度两翼的对称与否,定性判断质点在膜中的分布情况。

以上是球形小粒子应变衬度的计算例子。其它外形质点应变衬度的研究甚少。但如果它们的尺寸很小,可视为球形粒子,上述分析结果,依然定性适用。

3. 零衬度线

小尺寸质点应变场衬度轮廓,存在一根“零衬度线”。参看图 7-2,易知质点引起的球形径向向外辐射应变场中,总可以找到一个垂直于操作反射 g 的应变场平面,例如图

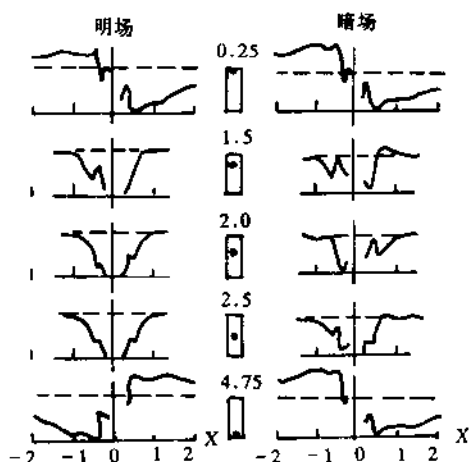


图 7-4 质点应变场衬度轮廓随其在膜中深度而变化,

中间一行数表示所在处深度为消光距离 ξ_g 的多少倍。

计算时设试样厚度为 $5\xi_g$ 。质点半径为 $0.25\xi_g$ (引自 Ashby M F)

7-2 壳层的剖面。此平面上从球心出发的向外辐射的各 R , 总是与 g 正交的, 因此必有 $g \cdot R = 0$, 使此平面处不显示衬度, 在图像上显示一条无衬度的白线, 即“零衬度线”。参看图谱照片[7]、[44]、[45]。当膜面受弯曲, 使各处取向有微小变化, 这时可看到不同部位质点像零衬度线取向亦略有改变, 但它们与相应部位的 g 总是垂直的。

7.3.2 第二相衬度

第二相衬度有两类, 一是结构因子衬度, 二是取向衬度。

1. 结构因子衬度

第二相和基体组成物质不同, 因而结构因子不同。结构因子不同则操作反射下的消光距离不同, 从而显示出基体和第二相的不同像衬。电子束分别经过基体和第二相, 若厚度 t 相同, 结构因子差异可以换算成存在一个厚度差 Δt :

$$\Delta t = \xi_g^m t \left(-\frac{1}{\xi_g^p} - \frac{1}{\xi_g^m} \right)$$

式中 ξ_g^p 、 ξ_g^m 分别表示第二相和基体的消光距离。正是这个 Δt 决定了同厚度的第二相和基体的衬度差异。

当第二相与基体组成原子的原子序数差别较大时, 第二相粒子将在基体背景上显示出对比度非常好的衬度。早期时效研究中, 往往利用这一点发现尺寸很小的第二相粒子。如果采用弱束暗场成像技术, 还可清晰地观察到附于位错线上的纳米尺寸的第二相粒子。衍衬观察时, 应通过缓慢倾斜试样, 跟踪运动低指数的消光轮廓(峰值处相应于 $s=0$), 注意轮廓附近的衬度变化, 往往正是在衬度变化的瞬间发现了细小第二相粒子的存在。

2. 取向衬度

小心倾斜试样,使第二相处于准确布拉格衍射条件,基体偏离布拉格条件。这样,明场下第二相粒子有深的衬度,与浅的基体背景衬度形成强烈对比。暗场像衬正好反过来,较大尺寸的第二相片状沉淀显示这种衬度时,往往还可观察到其中许多结构细节,如位错、孪晶等。取向衬度的优越性是第二相轮廓清晰,较少其它附加效应,这给图像分析带来方便。这种衬度机制下,利用暗场像鉴别两相间存在多种取向关系时的相分布,有其独到之处,是其它衬度机制成像所不能代替的。

应当指出,实际衍衬观察时,总是多种衬度效应同时存在。例如第二相尺寸较大,且所含原子序数又较基体为高时,则吸收效应不可忽略,往往看到深而暗的衬度。

7.3.3 两相界面衬度

当第二相尺寸较大,且和基体存在明显的界面时,界面处将产生一些特征衬度,它们是界面处的第二相和基体共同作用于电子束的结果。这类衬度有界面错配位错、位移条纹和波纹图三种类型。

1. 错配位错

错配位错产生于部分共格界面处(图 7-1(c)),容易识别。例如图谱照片[50]所示,在 Ni 基高温合金中 $\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al})$ /基体界面处观察到典型的错配位错,它们与小角倾斜晶界的位错组态相似。不同之处是小角晶界位错列两侧由于取向差小而无明显衬度差。而第二相/基体界面处的错配位错旁边却总可以观察到第二相的轮廓。

2. 位移条纹

出现这种衬度的条件是:第二相 S 尺寸比较大,且和基体 M 间存在着明显的共格或部分共格界面 B,而这个界面相对于入射电子束倾斜一定角度。如图 7-5 所示。S 的存在,使紧贴着它的基体向相反方向位移,如箭头所示。位移量用 R 表示。由于 B 是共格或部分共格关系,因此 R 可表示为:

$$|R| = \Delta t \cdot \delta - n |b_n| \quad (7-5)$$

式中 Δt 为第二相厚度, n 是部分共格界面上错配位错的数目。 R 由两部分组成:一是两相界面处点阵错配度 δ ,它反映界面处两相点阵匹配的好坏;二是界面上错配位错布氏矢量 b_n 的大小以及它在界面上的投影分量。若是完全共格但有微小错配的共格界面,则 R 中无此项,只有含 δ 项 b_n 。 R 表示第二相对基体形变的影响,当界面相对于入射电子束倾斜时,就像一个倾斜层错面对电子束相位的影响一样,在试样下表面引起周期变化的强度分布,这就是位移条纹衬度。它和层错条纹在外观上的不同之处是:它的条纹可能是弯曲的,依第二相边沿的外形而异,

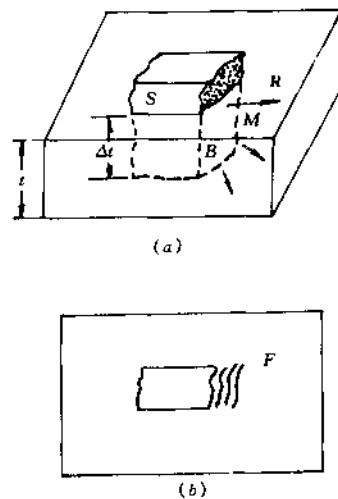


图 7-5 第二相(S)在基体(M)中引起的位移条纹(F)衬度示意图

层错条纹只能是直而平行的。位移条纹的弯曲走向和分布,在一定程度上反映了第二相在基体中引起的 $\mathbf{R}$ 场分布;在部分共格情况下,由于界面上可能存在着错配位错的干扰,使得电子束通过界面时的相位改变复杂化,这就是为什么位移条纹只能是大体平行,有时还出现折断现象。

位移条纹的强度计算,仍可采用计算层错像的方法,只需将位移参量 $\mathbf{R}$ (7-5) 式代入动力学衍射振幅的公式(见第二章),求得振幅,再由振幅乘其共轭,即得强度:

$$I = \cos^2\left(\frac{\alpha}{2}\right) \cos^2\left(\frac{\pi t}{\xi_g}\right) + \sin^2\left(\frac{\alpha}{2}\right) \cos^2\left(\frac{2\pi z}{\xi_g}\right) \quad (7-6)$$

式中 $\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, t 是试样厚度, $\mathbf{R}$ 使得下表面处强度随倾斜界面的深度变化而周期变化,即位移条纹衬度。当 $s = 0$ 时,周期为 $\frac{\xi_g}{2}$, 当 $|s\xi_g| \geq 1$ 时,周期等于有效消光距离:

$\xi_g^{\text{eff}} = \frac{\xi_g}{(1 + \omega^2)^{1/2}}$ 。由此可见,衬度计算时层错和位移条纹并无不同之处,只是层错计算时不考虑层错的厚度,仅仅把它看做是镶入基体中的一个“界面”,而位移条纹则要考虑第二相本身的厚度 Δt 。因此也可以说层错是 $\mathbf{R} - \mathbf{R}_F = \frac{a}{3}[111]$ 的一类特殊位移条纹。两相界面和层错面均属于 α 界面,只是 $\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ 中的 $\mathbf{R}$ 取不同值而已。

位移条纹衬度特征和层错也有相似之处,如明暗场条纹衬度互补性和外侧条纹的明暗性质,二者规律相似。对薄试样,运动学条件能很好满足,这时可不考虑吸收,明暗场条纹衬度互补,且相对于膜中心强度对称互补。厚晶体条纹强度不对称。和层错条纹一样,也可以利用这一性质确定膜的上下表面或沉淀片的顶面和底面。正片上,明场外侧为亮纹时, $\alpha > 0$; 反之,外侧为暗纹时, $\alpha < 0$ 。

3. 波纹图(Moiré patterns)

当两片薄晶体重叠在一起,在电镜中透射成像,常可以观察到一种特殊的类似高分辨晶格条纹像的图像,这是一种特殊的相位相干衬度。称为波纹图(Moiré patterns)。典型的波纹图如图 7-6 所示。

波纹图的形成可以从纯几何的格栅重叠时的调制予以解释,也可以从衍射的相位相干角度予以解释。下面先从几何角度予以说明。日常生活中往往就能观察到这种现象:将两张画有不同条纹间距格栅的透明纸对着阳光重叠在一起,适当缓慢相对平移或旋转,在某一位置停下来,即可观察到一种间距不同于原来格栅、被放大的新的格栅。上述使二格栅相对平移或旋转,实际是在寻找合适的调制位置,在此位置下,将周期地出现二者密集重叠的区域,密集区与密集区之间的距离便是放大的新的格栅间距 D 。

(1) 平行波纹图:图 7-6(a) 是平行波纹图。条件是两片晶体面间距略有不同, $d_1 \neq d_2$, 得到的波纹图周期:

$$D = \frac{d_1 d_2}{d_1 - d_2} \quad (7-7)$$

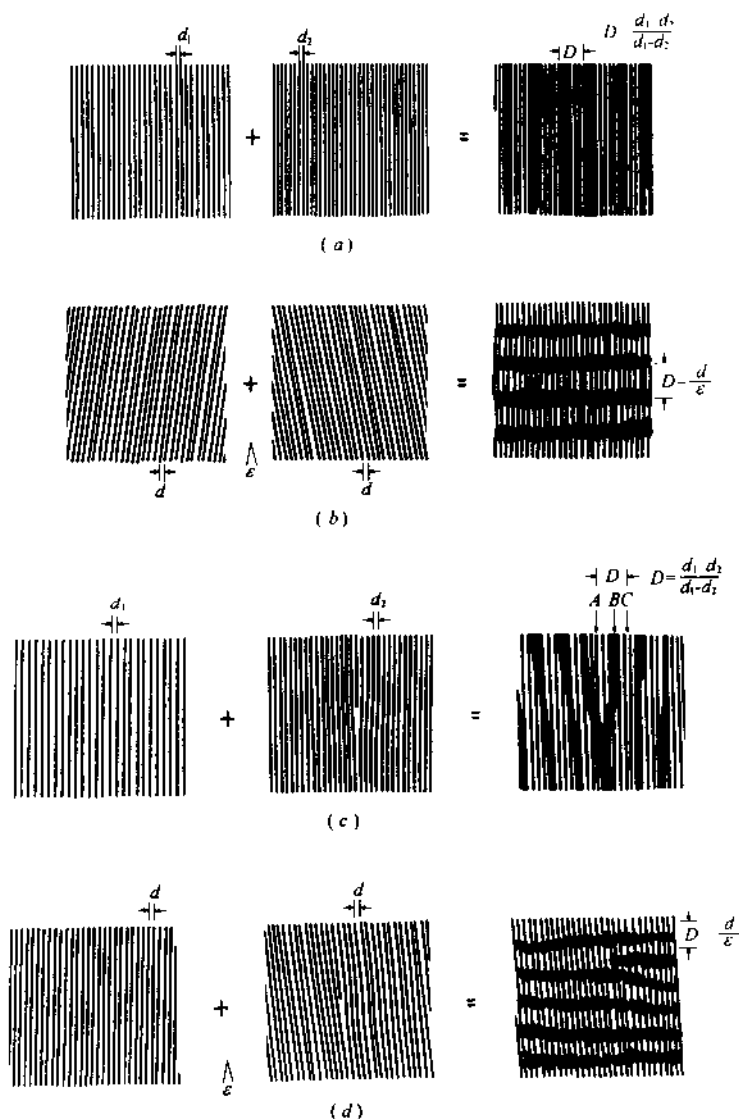


图 7-6 几种波纹图的形成示意图

(2) 旋转波纹图: 图 7-6(b) 是旋转波纹图。有两种情况, 一种情况是 $d_1 = d_2 = d$ 。但二者对称倾斜成一小角度 ϵ , 波纹图周期为:

$$D = \frac{d}{2\sin\left(\frac{1}{2}\epsilon\right)} = \frac{d}{\epsilon} \quad (7-8)$$

另一种情况是 $d_1 \neq d_2$, 形成旋转波纹图时, 周期近似为:

$$D = \left[\frac{d_1 d_2}{(d_1 - d_2)^2 + d_1 d_2 \epsilon^2} \right]^{1/2} \quad (7-9)$$

(3)含位错平行波纹图:图 7-6(c)是含位错的平行波纹图。 D 的计算公式同(7-7)式,此时波纹图上的半原子平面与原晶体中的半原子平面平行。

(4)含位错旋转波纹图:如图 7-6(d),两片晶体互成小角度 ϵ 。 D 的计算公式同(7-8)式($d_1 = d_2 = d$ 时)或(7-9)式($d_1 \neq d_2$ 时),此时波纹图上的半原子平面近似与原晶体中的半原子平面垂直。

不论何种波纹图,其总的效果是放大了原有面间距,因此波纹图可以在电镜分辨率不够高时,通过调制放大,揭示出晶体中的缺陷或畸变。

从衍射相位相干的角度,也可以说明波纹图的形成。参看图 7-7。这时可将波纹图看作是上一片晶体产生的强衍射 g_1 ,作为下一片晶体的人射束,在下一片晶体产生二次衍射 g_2 ,若将物镜光栏同时围住透射束 T 和二次衍射斑点 g_2 成像,便得波纹图的明场像。此时波纹图的合成间距 D 是透射束 O 和 g_2 相干的结果。如果围住 g_1 和 g_2 成像,即得平行和旋转波纹图的暗场像,视原始两片晶体晶面平行放置或旋转一个角度而异。

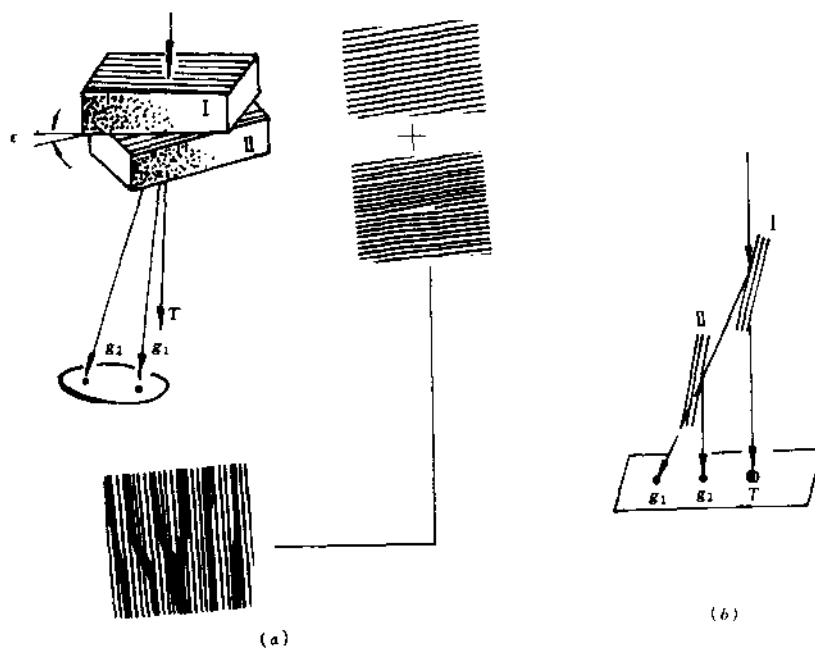


图 7-7 (a)形成波纹图明场像 (b)衍射相干解释
 $T + g_2$ —明场像, $g_1 + g_2$ —暗场像

(5)波纹图特征及应用。

下面的小结对于理解、分析、应用波纹图是有益的:

- ①平行波纹图条纹平行于晶体反射平面,旋转波纹图若 ϵ 很小,波纹图条纹近似垂直于晶体反射平面。
- ②倾动试样或样品本身有弯曲时,条纹的强度、位置与条纹衬度均发生连续变化。
- ③试样表面若有台阶,但台阶高度为该反射下消光距离的整数倍时,则此台阶对条纹

位置和方向无影响。若台阶高度不为消光距离整数倍时,则对条纹位置和衬度有严重影响,有时甚至使条纹终止于台阶处。

④借助波纹图可显示晶体缺陷和界面(包括外延生长界面)的错配情况,这是一种可取的方法。

⑤波纹图可用于精确测量点阵间距。若合金第二相为薄片状,且它与基体点阵常数十分接近时,可利用波纹图的放大作用,检测两相的点阵常数,并且有相当高的精确度。测量点阵间距时,应先拍得重叠晶体的选区域衍射谱并正确标定,确定斑点所对应的二晶体的晶面族,然后根据放大的平行波纹图条纹间距 D 便可计算出两相平行晶面的面间距 d_1 (第二相某 (hkl) 的面间距)与 d_2 (基体同指数面间距)的差值。例如 Heimendahl^[88]曾测得 Al-0.2% Au 合金中亚稳第二相 η' 和基体 Al 二者的(200)面间距差,达到 $0.0047 \pm 0.0005\text{nm}$ 的极高精度。这是一般别的方法所无法做到的。

⑥一般不会将位错线和波纹图条纹衬度(特别是短的平行波纹图)相混,其主要区别在波纹图的条纹间距和方向随所选反射 g 的不同而改变,而位错的数目和方向是不会随 g 的不同而改变的。

7.4 第二相和其它特殊结构的电子衍射谱特征

当试样中存在第二相,而选区域电子衍射又同时覆盖基体和第二相时,则衍射谱是厄瓦球同时和两相的两套倒易点阵相截的结果,衍射谱同时含基体和第二相的两套斑点。可以通过计算并附加第二相斑点的精细结构,获得关于第二相及其母相关系的许多重要资料:

关于基体:基体相结构及其晶体结构和取向。

关于第二相:鉴定第二相及其结构,以及两相取向关系、相的形态和分布等。

处理复合电子衍射谱的步骤是先按常规方法分别计算和标定基体和第二相的斑点,再通过计算分析获得其它资料。

7.4.1 衍射物质的形状效应

根据正、倒空间互为倒易的原理^[4],若第二相为非常弥散的细小粒子,且取向确定,则倒易阵点周围有一弥散壳层,衍射斑点周围可记录到晕环状漫散带;若取向分散则形成多晶德拜环花样。若第二相为薄的圆盘或片状,则倒易阵点为垂直于盘或平面的杆,视这些杆相对于入射电子束的方向不同情况而在衍射谱上记录到小的圆形斑点(当盘、片平面垂直于电子束方向时),或漫散条纹(当盘、片平面平行于电子束方向时)。

后一种情况如图 7-8。合金中溶质原子富集区如 GP 区,薄片状碳化物,乃至其它薄片状显微结构,如密集的李晶片或滑移带薄片等,都可能产生这种漫散衍射效应。例子见图谱

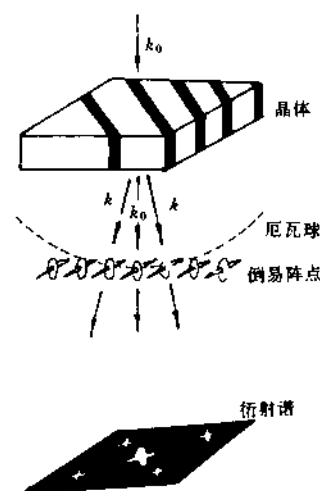


图 7-8 片状和盘状第二相引起的漫散衍射条纹
(片平面平行于电子束方向时)

中照片[21]。

7.4.2 第二相和某些特征结构引起的衍射效应

1. 有序超点阵结构

例如 Ni 基高温合金中的 γ' 相 ($\text{Ni}_3\text{Al}(\text{Ti})$), 这是一种面心有序结构, 它和基体 (γ 相) 二者的点阵常数极为相近, 衍射谱上将在两个强基体反射之间出现指数奇偶混合的斑点, 如在 (000) ~ (220) 之间出现 (110) 斑点, 如图 7-9(a)。表 7-1 给出了常见的超点阵结构和衍射谱特征。

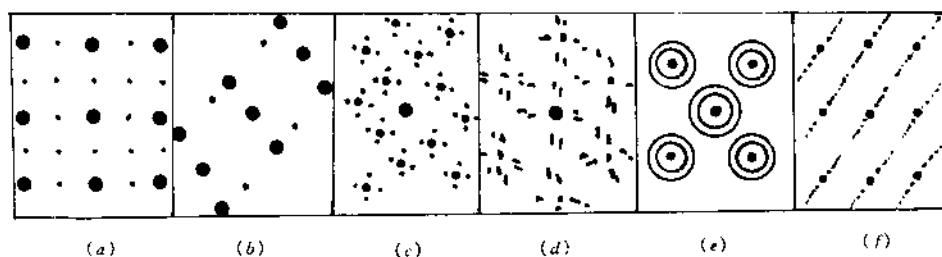


图 7-9 特征衍射谱示意图

- (a) 面心有序 γ' 相在 γ 基体衍射谱显示的超结构斑点
- (b) 立方晶系孪晶衍射谱的三等分孪晶斑点
- (c) 主反射 (基体) 加由微孪晶反射和二次衍射组成的“卫星”斑点
- (d) 多层膜产生的多重衍射,
- (e) 单晶膜加多晶膜产生的复合衍射谱
- (f) 长周期结构衍射谱

2. 孪晶衍射

立方晶系的孪晶衍射在基体衍射谱上呈现特定的斑点分布, 其典型特征是当 $ph + qk + rl = 3n$ ($n = 0, 1, 2, 3 \cdots$ 整数) 时, 孪晶斑点与基体斑点相重。[pqr], (hkl) 分别为孪晶轴方向指数, 和与基体反射同名的孪晶斑点指数。当 $ph + qk + rl = 3n \pm 1$ (n 值同上) 时, 孪晶斑点位于两基体斑点的某三等分点处, 如图 7-9(b)。

3. 二次衍射

当电子束经过基体产生强的衍射束, 此强衍射束又可作为下面薄片第二相或孪晶的入射束, 产生二次衍射, 在最终衍射谱的主反射 (来自基体) 斑点周围形成对称分布的“卫星”斑点, 如图 7-9(c)。

4. 多重衍射

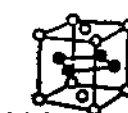
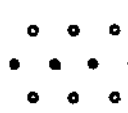
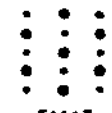
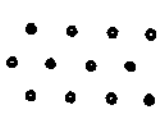
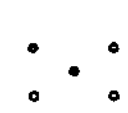
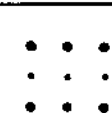
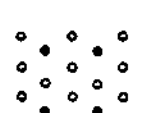
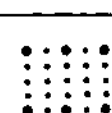
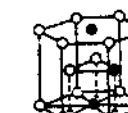
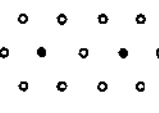
在底衬金属上蒸发沉积上多层另一种金属薄层时, 可能产生多重衍射, 叠加在基体主反射上, 形成有序而复杂的复合衍射谱, 如图 7-9(d)。

5. 单晶膜叠加在多晶膜面的衍射

上层为单晶膜, 下层为多晶膜, 则来自上层每一衍射束, 均可作为下层多晶膜的入射束, 从而形成单晶斑点谱加每一斑点周围的衍射环的复合衍射谱, 如图 7-9(e)。

6. 长周期结构

表7-1 常见的超点阵结构及其衍射谱特征^[9]

结构符号	结构图象	特征截面	衍射谱特点	分子式 (代表物)
L1 ₀	 (代表物) (Al) (CuAuI)	 分子式 AB	 [111]	AB (CuAuI)
L1 ₂	 (Al) (Cu ₃ Au)	 A ₃ B	 [111]	A ₃ B (Cu ₃ Au)
B ₂	 (Al ₂) (GaCl)	 AB	 [110]	AB (GaCl)
DO ₃	 (FeAl) (FeAl)	 A ₃ B AB	 [110]	A ₃ B (Fe ₃ Al)
L2 ₁				AB (FeAl)
DO ₁₉	 (Mg ₁₃ Cd)	 A ₃ B	 [001] [*]	A ₃ B (Mg ₁₃ Cd)

基体点阵上叠加一个新的更长的周期的结构,称为长周期结构。若基体点阵在一个方向上的周期为 a , 则它的倒易点阵周期为 $\frac{1}{a}$, 衍射斑点间距正比于 $\frac{1}{a}$ 。若叠加的新结构周期为 Na , 则它提供间距正比于 $\frac{1}{Na}$ 的很密的弱斑点, 分布在基体的二强斑点之间。由长周期斑点间距与基体斑点间距的比值, 可以计算出长周期结构的周期, 如图 7-9(f)。

7.5 两相取向关系测定

7.5.1 概述

实际材料中, 单相材料极少, 大多为多相。因为利用第二相强化合金基体是最有效的提高材料力学性能的途径。第二相总是沿基体的一定晶体学平面上的一定晶体学方向生长的。如低碳钢中的著名 K-S (Kurjumov-Sachs) 关系:

$$\begin{cases} (111)_\gamma // (111)_\alpha \\ [1\bar{1}0]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha \end{cases}$$

和西山关系(Nishyama 关系):

$$\begin{cases} (1\bar{1}\bar{1})_\gamma // (1\bar{1}0)_\alpha \\ [0\bar{1}1]_\gamma // [001]_\alpha \end{cases}$$

注意取向关系中平行晶面和平行晶向均尽可能用低指数表示。此外,同一取向关系总存在若干同类型不同变态,例如奥氏体(γ)有四个 $\{111\}_\gamma$ 面,每个 $\{111\}_\gamma$ 面上又有三个 $\langle 111 \rangle_\gamma$ 方向。所以不论是K-S关系,还是西山关系,都存在12种取向变态。为了使电子束入射方向更接近于衍射谱所表示的晶带轴方向,应通过微调试样取向,使所有基体斑点尽可能以(000)为对称中心呈等强分布,即让倒易面尽可能垂直于电子束方向。只有这样,所测得的取向才与计算结果相差不大,不会超过 $\pm 2^\circ$ 。不呈等强分布时,误差甚至可高达 $\pm 15^\circ$ ^[89]。

两相取向关系是材料物理工作者十分关心的问题。它是合金相变研究的重要内容之一。它直接关系到合金的性能,特别是力学性能。

在电子显微镜出现以前,两相取向关系的研究主要靠X-射线衍射和光学显微镜方法。近代电子显微镜技术由于可以将形貌观察和物相结构分析结合起来,它已成为研究两相取向关系的主要方法。在一台电镜上,可以同时第二相和基体的形貌、两相分布和晶体学取向以及晶体缺陷与第二相的交互作用等进行直接观察和分析。

取向关系有两种表示方法:

$$\begin{cases} (h'k'l')_s // (hkl)_m \\ [u'v'w']_s // [uvw]_m \end{cases} \quad (7-10)$$

$$\begin{cases} (h'_1k'_1l'_1)_s // (h_1k_1l_1)_m \\ (h'_2k'_2l'_2)_s // (h_2k_2l_2)_m \\ (h'_3k'_3l'_3)_s // (h_3k_3l_3)_m \end{cases} \quad (7-11)$$

脚标 s, m 分别代表第二相和基体。上述两种表示方法是等效的,可以从一种形式转换成另一种形式。方法如下:

已知取向关系表示如

$$(h'_1)_s // (h_1)_m \quad (7-12)$$

$$[u'_2]_s // [u_2]_m \quad (7-13)$$

由 $\begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} = G \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}$, 可以将(7-13)式变成

$$(h_2' k_2' l_2')_s // (h_2 k_2 l_2)_m \quad (7-14)$$

由 $\begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix} = G^{-1} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$, 可以将(7-12)式变成

$$[u_1' v_1' w_1']_s // [u_1 v_1 w_1]_m \quad (7-15)$$

再由(7-13)、(7-15)式,得

$$\left. \begin{aligned} [u_1' v_1' w_1']_s \times [u_2' v_2' w_2']_s &= (h_3' k_3' l_3')_s \\ [u_1 v_1 w_1]_m \times [u_2 v_2 w_2]_m &= (h_3 k_3 l_3)_m \end{aligned} \right\} \quad (7-16)$$

由(7-12)、(7-14)、(7-16)式即得同一取向的另一表现形式:

$$\left\{ \begin{aligned} (h_1' k_1' l_1')_s &// (h_1 k_1 l_1)_m \\ (h_2' k_2' l_2')_s &// (h_2 k_2 l_2)_m \\ (h_3' k_3' l_3')_s &// (h_3 k_3 l_3)_m \end{aligned} \right. \quad (7-17)$$

G 、 G^{-1} 为晶面指数/晶向指数的互换矩阵,对立方晶系恒有 $[G] = [G^{-1}] = 1$,对非立方晶系相应的互换矩阵见附录[I],其意义参看文献[4]第四章。

7.5.2 电子衍射测定两相取向关系的一般步骤

选择第二相分布比较分散(分离较远)的区域,用视场光栏围住基体和单个第二相,拍摄第一张选区衍射照片,分别标定基体和第二相的衍射谱,取平行的两相晶带轴指数作为平行晶向:

$$[u_1' v_1' w_1']_s // [u_1 v_1 w_1]_m$$

在衍射谱上取同一倒易方向上分别属于两相的面指数作为平行晶面:

$$(h_1' k_1' l_1')_s // (h_1 k_1 l_1)_m$$

于是得到第一组取向关系数据:

$$\left\{ \begin{array}{l} (h_1' k_1' l_1')_s // (h_1 k_1 l_1)_m \\ [u_1' v_1' w_1']_s // [u_1 v_1 w_1]_m \end{array} \right.$$

依次找外形相似的若干质点,仿上述步骤逐个分析,测得一系列取向数据:

$$\left\{ \begin{array}{l} (h_2' k_2' l_2')_s // (h_2 k_2 l_2)_m \\ [u_2' v_2' w_2']_s // [u_2 v_2 w_2]_m \\ \vdots \\ (h_{10}' k_{10}' l_{10}')_s // (h_{10} k_{10} l_{10})_m \\ [u_{10}' v_{10}' w_{10}']_s // [u_{10} v_{10} w_{10}]_m \end{array} \right.$$

对这 10 组数据的初步分析,可能出现几种情况:

第一,第二相和母相,本无固定取向关系,则数据分散无规律。

第二,两相间有一定取向关系,各组数据通过坐标变换后,大多数将趋于一致,个别例外,属于偶然现象,舍弃之。

第三,坐标变换后,除占优势的取向关系外,尚有次要取向关系。

坐标变换的意义是:取自同一种类,但属于不同质点拍摄的两张复合衍射谱,由于取自不同的倒易截面,表观上看来不一致,实质上反映的是同一取向关系。坐标变换的意义就是通过数学运算找到联系这两个本质上相同的衍射谱(即倒易截面)的变换矩阵 $[T]$ 。设第二相 S 和基体 M 有如图 7-10 所示的固定取向关系,这时从倒易面 D_1 找到联系 S 和 M 的 $[T_1]$,再从 D_2 找到联系 S 和 M 的 $[T_2]$,必有:

$$[T_1] \equiv [T_2] = [T] \quad (7-17)$$

这就说明,虽然由于入射束方向 B_1 , B_2 不同,使得倒易面 D_1, D_2 上的斑点指数和配置不同,实质上仍反映了同一取向关系。反之,若两张衍射谱本来就不属于同一取向关系,则由它们各自算出的 $[T_1]$ 和 $[T_2]$ 是独立的,不存在(7-17)式的关系。

近来文献上亦常看到用变换矩阵 $[T]$ 来表示所研究材料中的两相取向关系。

7.5.3 取向关系衍射数据分析

1. 极图法

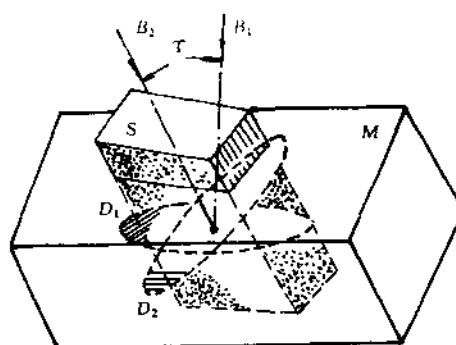


图 7-10 同一取向关系,不同电子束入射方向(B_1, B_2)所获得的不同倒易截面(衍射谱 D_1 和 D_2)

(1) 参看图 7-11, 先将各组数据从衍射谱图 7-11(a) 上转移到极图 7-11(b) 上。因此先要找到一张合适的立方晶系的标准极图和一张六方晶系标准极图, 因两相之一为立方晶系, 另一相为六方晶系。并将它们用透明纸描下来。从图 7-11(a) 上 α 的衍射谱可知 $[2\ 1\ \bar{1}]_{\alpha}^* \perp [1\ 1\ 0]_{\alpha}^*$ (后者为带轴), 而 $[2\ 1\ \bar{1}]_{\alpha}^* // [\bar{1}\ 1\ 0\ 1]_{\alpha}^*$ ($s: \text{Fe}_2\text{Nb}$), 可见选择 $[1\ \bar{1}\ 1]_{\alpha}$ 和 $[1\ 1\ \bar{2}\ 0]_{\alpha}$ 极图是合适的。将这两张极图适当旋转, 使 $[2\ 1\ \bar{1}]_{\alpha}^*$ 与 $[\bar{1}\ 1\ 0\ 1]_{\alpha}^*$ 两点重合 (如图 7-11(b) 之“ p ”点), 固定之, 并重叠起来, 这就是图 7-11(b), 它正好反映了衍射谱 7-11(a) 的两相取向关系。图 7-11(a) 和图 7-11(b) 是等价的。

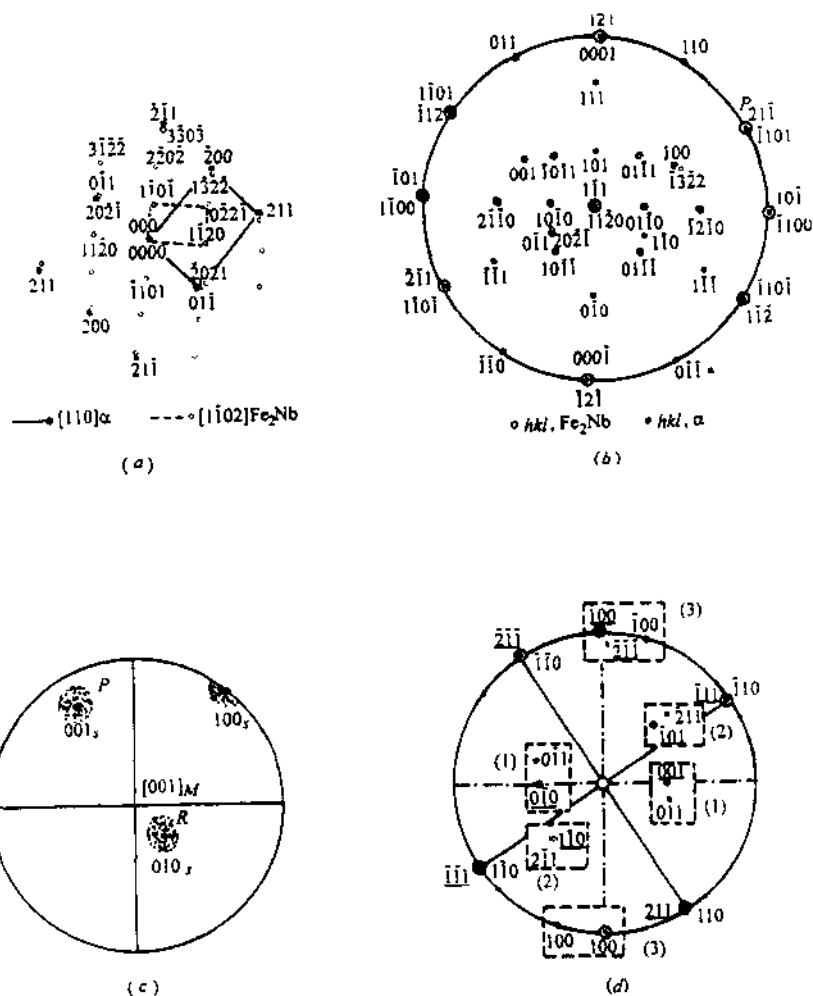


图 7-11 取向关系衍射数据的分析

- (a) 含 Nb 钢中 α -Fe 和第二相 Fe_2Nb 的衍射谱指标化图
 (b) 将 (a) 图转移到一个极图上
 (c) 最终合成两相复合极图的取向极点分布
 (d) 钢中取向关系西山关系测定结果一例

(2)如拍 10 张两相复合衍射谱,可以绘成如图 7-11(b)那样的 10 张复合极图。下一步便是按下述步骤将这 10 张复合极图再重叠起来。以图 7-11(b)为例,使基体 α 的一个基矢极点,如将图 7-11(b)的 $(100)_\alpha$ 移至中心,整个极图上两相各点均同步转移。其它各衍射谱的复合极图均仿此操作,也将 $(100)_\alpha$ 移至中心。于是第一次得到的 10 张复合极图被改造成 10 张新的以 $(100)_\alpha$ 为中心的复合极图。最后将它们重叠起来,如果两相确实存在确定的取向关系,就会得到如图 7-11(c)那样的极点分布极图,即第二相的三个基矢极点或其它低指数极点将会聚集在基体的三个极点 $P(h_1k_1l_1)_m$ 、 $Q(h_2k_2l_2)_m$ 和 $R(h_3k_3l_3)_m$ 周围,从而得到取向关系如下:

$$\begin{cases} (h_1'k_1'l_1')_s // (h_1k_1l_1)_m \\ (h_2'k_2'l_2')_s // (h_2k_2l_2)_m \\ (h_3'k_3'l_3')_s // (h_3k_3l_3)_m \end{cases}$$

三极点常常只是在一定误差角度范围 $\Delta\theta$ 内重合,在表述上述取向关系时,可予以说明。图 7-11(d)是钢中取向关系西山关系测量结果一例,其最大误差约为 9.4° 。

合成后的图 7-11(c)上,也可能出现少数极点落在 P 、 Q 、 R 为中心的误差范围以外,作为偶然现象予以舍弃。

2. 矩阵法

参看图 7-10 建立基体和第二相的正倒坐标系统,如表 7-2。

表 7-2 两相正空间、倒空间坐标系统

	基 体	第二相
正空间	$a_1, a_2, a_3 (a_i)$	$a_1', a_2', a_3' (a_i')$
倒空间	$a_1^*, a_2^*, a_3^* (a_i^*)$	$a_1'^*, a_2'^*, a_3'^* (a_i'^*)$

它们的联系是:

$$\left. \begin{aligned} [a_i'] &= A[a_i] \\ [a_i] &= A^{-1}[a_i'] \end{aligned} \right\} \quad (7-18)$$

$$\left. \begin{aligned} [a_i'^*] &= B[a_i^*] \\ [a_i^*] &= B^{-1}[a_i'^*] \end{aligned} \right\} \quad (7-19)$$

利用正倒空间变换公式^[4],可以证明:

$$\left. \begin{aligned} A^{-1} &= \tilde{B}, & (\tilde{B})^{-1} &= A \\ B^{-1} &= \tilde{A}, & (\tilde{A})^{-1} &= B \end{aligned} \right\} \quad (7-20)$$

设基体和第二相取向关系为:

$$\left. \begin{aligned} (h_1' k_1' l_1')_s // (h_1 k_1 l_1)_m \\ (h_2' k_2' l_2')_s // (h_2 k_2 l_2)_m \\ (h_3' k_3' l_3')_s // (h_3 k_3 l_3)_m \end{aligned} \right\} \quad (7-21)$$

令

$$\begin{aligned} G_1'^* &= h_1' a_1'^* + k_1' a_2'^* + l_1' a_3'^* \\ G_i^* &= h_i a_1^* + k_i a_2^* + l_i a_3^* \end{aligned}$$

则(7-21)式可改写成:

$$\left. \begin{aligned} \frac{1}{G_1'^*} [h_1' a_1'^* + k_1' a_2'^* + l_1' a_3'^*] &= \frac{1}{G_1^*} [h_1 a_1^* + k_1 a_2^* + l_1 a_3^*] \\ \frac{1}{G_2'^*} [h_2' a_1'^* + k_2' a_2'^* + l_2' a_3'^*] &= \frac{1}{G_2^*} [h_2 a_1^* + k_2 a_2^* + l_2 a_3^*] \\ \frac{1}{G_3'^*} [h_3' a_1'^* + k_3' a_2'^* + l_3' a_3'^*] &= \frac{1}{G_3^*} [h_3 a_1^* + k_3 a_2^* + l_3 a_3^*] \end{aligned} \right\} \quad (7-22)$$

(7-22)式可写成:

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} h_1' & k_1' & l_1' \\ h_2' & k_2' & l_2' \\ h_3' & k_3' & l_3' \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1'^* \\ a_2'^* \\ a_3'^* \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} G_1'^*/G_1^* & 0 & 0 \\ 0 & G_2'^*/G_2^* & 0 \\ 0 & 0 & G_3'^*/G_3^* \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1^* \\ a_2^* \\ a_3^* \end{bmatrix} \\ &= \begin{bmatrix} d_1/d_1' & 0 & 0 \\ 0 & d_2/d_2' & 0 \\ 0 & 0 & d_3/d_3' \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1^* \\ a_2^* \\ a_3^* \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (7-23)$$

式中 d_1, d_2, d_3 分别为平行取向中母相的 $(h_1 k_1 l_1)$ 、 $(h_2 k_2 l_2)$ 和 $(h_3 k_3 l_3)$ 的晶面间距。 d_1', d_2', d_3' 分别为平行取向中第二相的 $(h_1' k_1' l_1')$ 、 $(h_2' k_2' l_2')$ 和 $(h_3' k_3' l_3')$ 的晶面间距。为方便将(7-23)式简记作:

$$\begin{aligned} [h'] \cdot [a_i'^*] &= [D] \cdot [h] \cdot [a_i^*] \\ [a_i'^*] &= [h']^{-1} \cdot [D] \cdot [h] \cdot [a_i^*] \end{aligned} \quad (7-24)$$

比较(7-24)和(7-19)式,可得:

$$B = [h']^{-1}[D][h] \quad (7-25)$$

利用(7-20)式,可得:

$$A = (\tilde{B})^{-1} = \widetilde{[[h']^{-1}[D][h]]^{-1}} \quad (7-26)$$

(7-25)和(7-26)式便是联系正、倒空间两套基矢的变换矩阵。

通过:

$$\left. \begin{aligned} [h] &= \tilde{B}[h'] \quad \text{或} \quad [h'] = [\tilde{B}]^{-1}[h] = \widetilde{B^{-1}[h]} \\ [u] &= B^{-1}[u'] \quad \text{或} \quad [u'] = [B^{-1}]^{-1}[u] = B[u] \end{aligned} \right\} \quad (7-27)$$

利用(7-25)式即可将所得结果和文献上报道的同一第二相与母相的取向关系作比较。

(7-25)式也是当取向关系(7-21)式已知,求变换矩阵 B 的公式。7.5.1 节曾提到由 10 张复合衍射谱得到 10 组取向数据,这 10 组数据的各自对应的变换矩阵 B ,就可利用(7-25)式求得。对这 10 个 B 矩阵中的元素,进行比较分析,便可判断所测取向的集中程度,并找出占支配地位的取向关系。

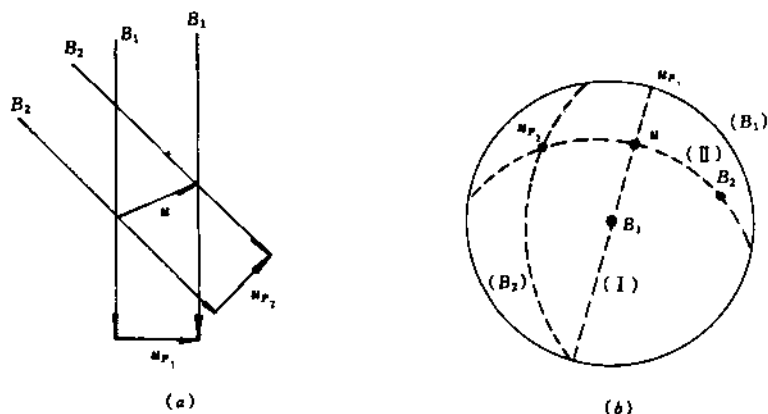
7.6 迹线分析方法

材料的电子衍射研究中,往往需要对某些微观结构特征进行晶体学分析。这种结构特征大体分为两类,一是线状结构特征,如滑移线、位错线、针状沉淀第二相等;二是面状结构特征,如层错面、滑移面、薄片状沉淀第二相等。总的要求是通过电子衍射,从它们在照片(二维平面)上留下的投影迹线,推算出它们的空间(三维空间)真实晶体学数据。由于迹线分析要将电子衍射谱和衍射显微图像联系起来,而这两者之间又存在磁旋转效应。近代新型电镜已在电镜光路设计上对此予以考虑,无须电镜工作者再对磁转角进行校正。若是出厂较早的电镜,设计上未考虑这一点,则应在迹线分析以前予以校正。下面讨论均认为已作过校正。

7.6.1 线状结构特征的取向分析

1. 两次投影极图法

以位错线空间真实方向的分析为例。参看图 7-12(a), u 为位错线空间方向,使试样倾斜两次(相当于试样不动,入射电子束由 B_1 改变到 B_2),得到两张衍射像,第一张照片上位错线投影为 u_{p_1} ,第二张照片上位错线投影为 u_{p_2} ,可见 B_1, u, u_{p_1} 和 B_2, u, u_{p_2} 分别组成两个平面,它们的交线便是 u 。 B_1, B_2 为试样倾转前后两次所得衍射谱的带轴方向指数; u_{p_1}, u_{p_2} 是经过磁转角校正后,前后两次将衍射谱重叠在显微图像上求得的位错投影方向指数。

图 7-12 两次投影极图法测线状特征的空间方向 u

(a) 试样倾斜两次(电子束入射方向分别为 B_1 、 B_2), 获得位错线的两次投影 u_{p1} 、 u_{p2} (b) 通过极图操作, 由 B_1 、 B_2 大圆交点求 u

因 $B_1 \perp u_{p1}$, $B_2 \perp u_{p2}$, 故 u_{p1} 、 u_{p2} 应分别落在以 B_1 、 B_2 为极轴的大圆上。参看图 7-12(b), 先选 B_1 为中心的极图(如没有合适极图, 可找一含有 B_1 极点的极图, 经吴氏网操作旋转, 使 B_1 移至中心), 在圆周(B_1)上必可找到 u_{p1} 点。然后在此极图上找到 B_2 点, 再作对应于 B_2 的大圆(B_2), 此大圆上找到 u_{p2} 点。连 B_1 与 u_{p1} 得过圆心的直径(I), 此即由 B_1 、 u 和 u_{p1} 组成之平面在极图上的投影。过 B_2 和 u_{p2} 作大圆(II), 此即由 B_2 、 u 、 u_{p2} 组成之平面在极图上的投影。显然, (I) 和 (II) 的交点即 u 极点, 它就是位错线的空间方向。

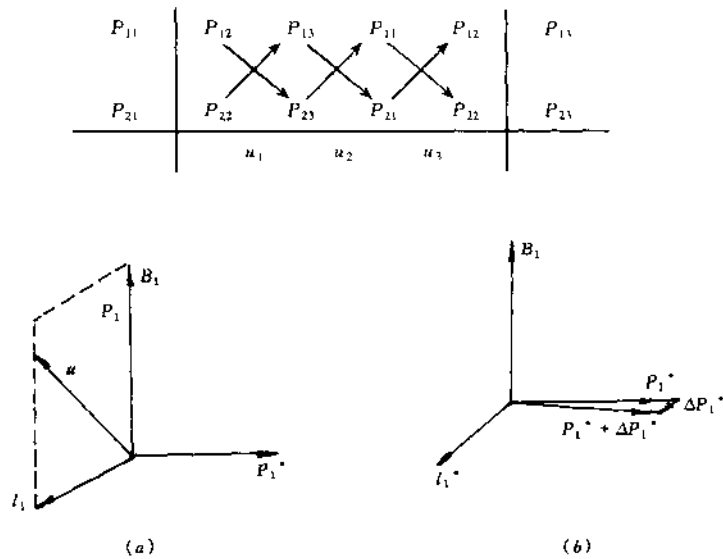
2. TEM 精确测定位错线方向的一种简便方法——两次投影解析法^[90]

(1) 测试原理

参看图 7-13(a), 在电子束方向为 B_1 和 B_2 时, 分别获得相应的衍射谱和位错衍衬像(其方向为 l_1 和 l_2), 在衍射谱上可测得与位错像垂直的倒易矢(p_1^* 和 p_2^*)。所以, 位错线 u 必处在分别以 p_1^* 和 p_2^* 为法线的平面内, 即 $u \parallel p_1^* \times p_2^*$ 。设 a 、 b 、 c 为正空间单胞矢量, p_{11} 、 p_{12} 、 p_{13} 和 p_{21} 、 p_{22} 、 p_{23} 分别为 p_1^* 和 p_2^* 在(衍射谱上标定的)倒空间坐标分量, 则位错线的空间方向为:

$$u = \begin{vmatrix} a & b & c \\ p_{11} & p_{12} & p_{13} \\ p_{21} & p_{22} & p_{23} \end{vmatrix} \quad (7-28)$$

在实际运算时, $u = [u_1 \ u_2 \ u_3]$

图 7-13 两次投影测位错线方向 u 的方法(a) B_1 , u , l_1 及 p_1^* 间几何关系示意图(b) 测量误差 Δp_1^* 与 p_1^* 和 l_1^* 的关系示意图. l_1^* (或 l_2^*) 为与 l_1 (或 l_2) 平行的倒空间单位矢量

(2) 测量精度的保证。

B_1 、 B_2 的误差以及衍射谱上 p_1^* 和 p_2^* 的测量误差 (角度误差记为 δ_1 和 δ_2) 都将导致 u 的误差。为此在采用两次投影法测定位错线方向时应注意以下几点:

- ① 尽量避免对称入射时 B_1 和 B_2 的误差。
- ② B_1 和 B_2 与 u 应有较大的倾角, 以减少测量误差 δ_1 和 δ_2 。
- ③ 第二次投影时, 应当绕近似与 l_1^* 平行的轴旋转。一方面避免 p_2^* 与 p_1^* 靠近, 提高测量精度, 另一方面可保证在 B_1 与 u 有较大倾角时 B_2 与 u 也有较大倾角。

④ 在初步确定 u 后, 多数情况下可根据材料的结构特征进一步确定位错的滑移面, 将滑移面的法线方向作为 p_2^* 的方向 (可认为 $\delta_2 = 0$), 面将前述的 p_2^* 、 p_1^* 分别当作 p_1^* , 并代入 (7-28) 式重新计算 u , 这样位错方向的测量精度将大为提高。

在以 p_1^* 和 p_2^* 测量误差为主的情况下, 位错线方向的最大测量误差为

$$\Delta\theta = \max \{ \Delta\theta(\delta_1, \delta_2), \Delta\theta(\delta_1, -\delta_2), \Delta\theta(-\delta_1, \delta_2), \Delta\theta(-\delta_1, -\delta_2) \}$$

其中

$$\Delta\theta(\delta_1, \delta_2) = \arccos \frac{u^* \cdot u'^*}{|u^*| |u'^*|} = \arccos \frac{u^* \cdot u'^*}{|u'^*|}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{u}' &= \mathbf{u} + \Delta \mathbf{u} = -\frac{1}{|\mathbf{p}_1^* \times \mathbf{p}_2^*|} [(\mathbf{p}_1^* + \Delta \mathbf{p}_1^*) \times (\mathbf{p}_2^* + \Delta \mathbf{p}_2^*)] \\ &= -\frac{1}{|\mathbf{p}_1^* \times \mathbf{p}_2^*|} [(\mathbf{p}_1^* + \delta_1 \mathbf{l}_1^*) \times (\mathbf{p}_2^* + \delta_2 \mathbf{l}_2^*)] \end{aligned}$$

$\mathbf{p}_1^*$ 、 $\mathbf{p}_2^*$ 为单位矢量。以 $\mathbf{p}_1^*$ 为例, 各矢量间的关系如图 7-13(b) 所示。

7.6.2 平面结构特征的晶体学分析

平面结构特征如层错面、滑移面、相界面、惯习面以及晶界平面等的晶体学分析是衍射工作遇到的另一类迹线分析。各种界面对材料力学性能的影响是人所共知的, 而界面的晶体学特性尤为重要。面状结构特征的晶体学分析是一件十分细致的工作。新相从母相中萌生和长大的惯习面测定是相变研究中的重要课题。然而这个问题迄今为止不能算已经很好解决。文献上报道过不少惯习面测定结果, 但其中有些测定方法不够严格, 因此结果可信度值得怀疑。本节对此着重予以介绍, 举一反三, 亦可推广到其它面状特征的分析, 原理是相通的。

1. 常规迹线分析方法求平面指数

如图 7-14(a), 求斜躺在晶体中平面 p 的指数, p 两侧分别为取向不同的晶粒 I 和 II。它和试样上表面的交线为 AA' , 投影在照片上为 aa' ; 和试样下表面交 BB' , 投影在照片上为 bb' 。通过平面附近的等厚条纹和 g 反射, 求得试样厚度为 $t = n\xi_x$ (n 为从边缘数起的暗纹根数), 在照片上测得 a b 间的垂直距离为 S , 则平面在试样中的倾斜角为

$$\varphi = \arctan \frac{t}{S}$$

平面 P 的法线方向 $\mathbf{N}_p$ 投影到显微图像 (图 7-14(b)) 上, 应是同时垂直于 aa' 和 bb' 的直线。这个方向在衍射谱上, 即 $\mathbf{N}_p' = [\mathbf{hkl}]_I' \perp [\mathbf{hkl}]_{II}'$ 。注意此 $\mathbf{N}_p'$ ($[\mathbf{hkl}]_I'$ 或 $[\mathbf{hkl}]_{II}'$) 并非 $\mathbf{N}_p$, 而只是 $\mathbf{N}_p$ 在衍射谱上的投影方向。 $\mathbf{N}_p'$ 和 $\mathbf{N}_p$ 相差 $90^\circ - \varphi$ 。显然,

$$\begin{aligned} (p) \wedge (uvw)_I &= \varphi \\ (p) \wedge (uvw)_{II} &= 180^\circ - \varphi \end{aligned} \quad (7-29)$$

上式假设 p 平面两侧均为立方晶系, 并应有:

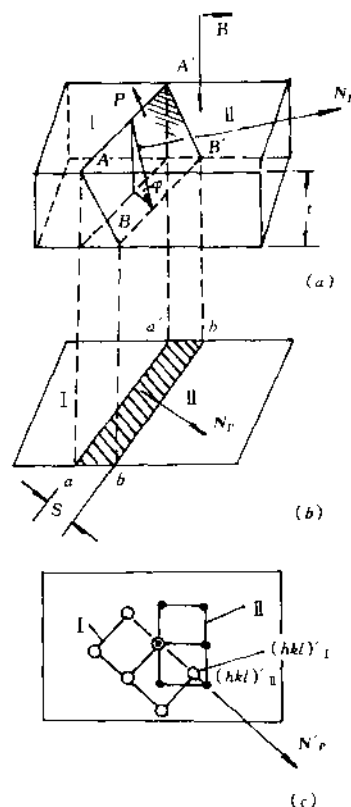


图 7-14 界面指数的一般迹线分析方法
(a) 空间图 (b) 显微像 (c) 衍射谱

$$(hkl)_I \wedge (hkl)_I' = (hkl)_II \wedge (hkl)_II' = N_p \wedge N_p' = 90^\circ - \varphi \quad (7-30)$$

上式中 φ 和 $(uvw)_I, (uvw)_II$ 均为已知, 于是 P 平面指数 $(hkl)_I // (hkl)_II$, 即可利用 (7-29)、(7-30) 借助极图和通过计算求得, 可参考文献 [4] 267 页。

讨论:

(1) 此法最大麻烦是厚度 t 的准确值不易求得, 例如试场区找不到等厚条纹时, 就只能估计 t 值, 而这时由 $\varphi = \arctan \frac{t}{S}$ 求 φ 就很不可靠。

(2) 此处令 I 和 II 彼此取向不同, 可以是晶界也可以是相界。当它斜躺在试样中时, 可能出现晶界条纹, 这时可根据衍射谱上 I 和 II 的操作反射, 借助 $t = n\lambda_g$ 求 t 。

(3) 也可通过倾动试样, 右转 $90^\circ - \varphi$, 使 P 平面平行于电子束方向 B , 这时 P 平面在照片上的迹线将是一条直线。在相应的衍射谱上, 作垂直于此迹线的直线, 落在垂线 (即 N_p) 上的二斑点指数, 就是 $(hkl)_I // (hkl)_II$ 。

2. 双 Edge on 法求惯习面指数^[91]

这个方法是由罗承萍等在 1997 年提出来的。是迄今为止测定惯习面晶体学指数的最为精确的方法之一。此法也适用于测定其它有确定平面与确定方向的界面测定工作。用此法测得的惯习面和界面指数与由有关相变晶体学理论预测的结果符合得很好。

(1) 先用常规方法确定板条的轴线方向, 亦即第二相的生长方向。对 FCC/BCC 或 HCP/BCC 的相变产物, 此轴线平行于相变不变线矢量, 一般偏离两相公共密排方向约 10° 左右。例如 Cu-Cr 合金的富 Cr 析出相, 其轴线偏离两相公共密排方向 $[\bar{1}10]_f // [1\bar{1}1]_b$ 约 9° 。

(2) 以上述两相公共密排方向 N_I 为带轴成像 (图 7-15), 获得第二相的端面图像和相应的衍射谱。这时含公共密排方向 N_I 的公共密排面将处于真正的 edge-on 位置, 称为 edge-on I。而第二相惯习面 $bb'dd'$ 却不准确处于 edge-on 位置, 因此惯习面 H.P 的法线方向的投影将与公共衍射矢量 (即公共密排面的法线) 成 α 角, 尚不能得到准确的惯习面指数。

(3) 为了获得准确的惯习面指数, 需使电子束方向 B 平行于惯习面 H.P, 即应由上述 (2) 的 edge-on I 带轴 N_I 转向能使惯习面处于 edge-on 的新带轴 N_{II} , 此轴显然应包含在 H.P 内。这时 H.P 才真正处于 edge-on 位置, 并得到 H.P 的迹线 bd 。事先准备好包含新/母相晶体学几何关系的极图, 将为找到此新带轴提供方便。找好 N_{II} 后, 拍摄相应于此 edge-on II 的衍射谱并标定之。在磁转角校正后, 将衍射谱重叠到显微图像上, 于是经过对 edge-on I 和 edge-on II 两次图像的综合分析, 即可获得准确的 H.P 的指数。

如果经由 edge-on I 带轴 N_I 倾动试样直接转向新的 edge-on II 带轴 N_{II} 有困难, 也可以在视场中找相变产物的另一个不同变体 (确认它是同种相变产物的变体), 作 edge-on II 分析, 这也是可行的。因同一新相不同变体的 H.P 应是相同的。

这样测得的惯习面指数与理论计算结果符合得很好。操作过程和实例读者可参看文献 [91]。

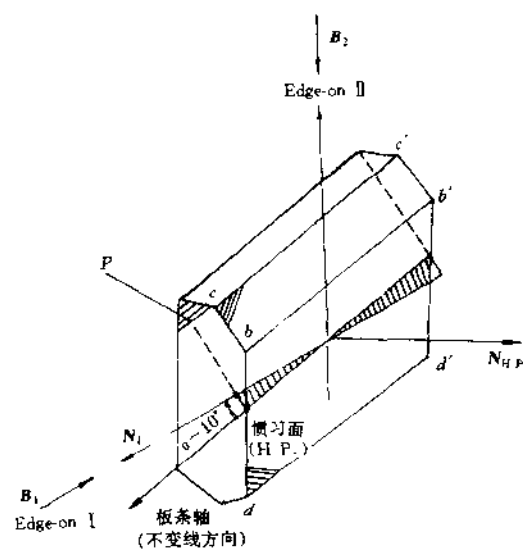
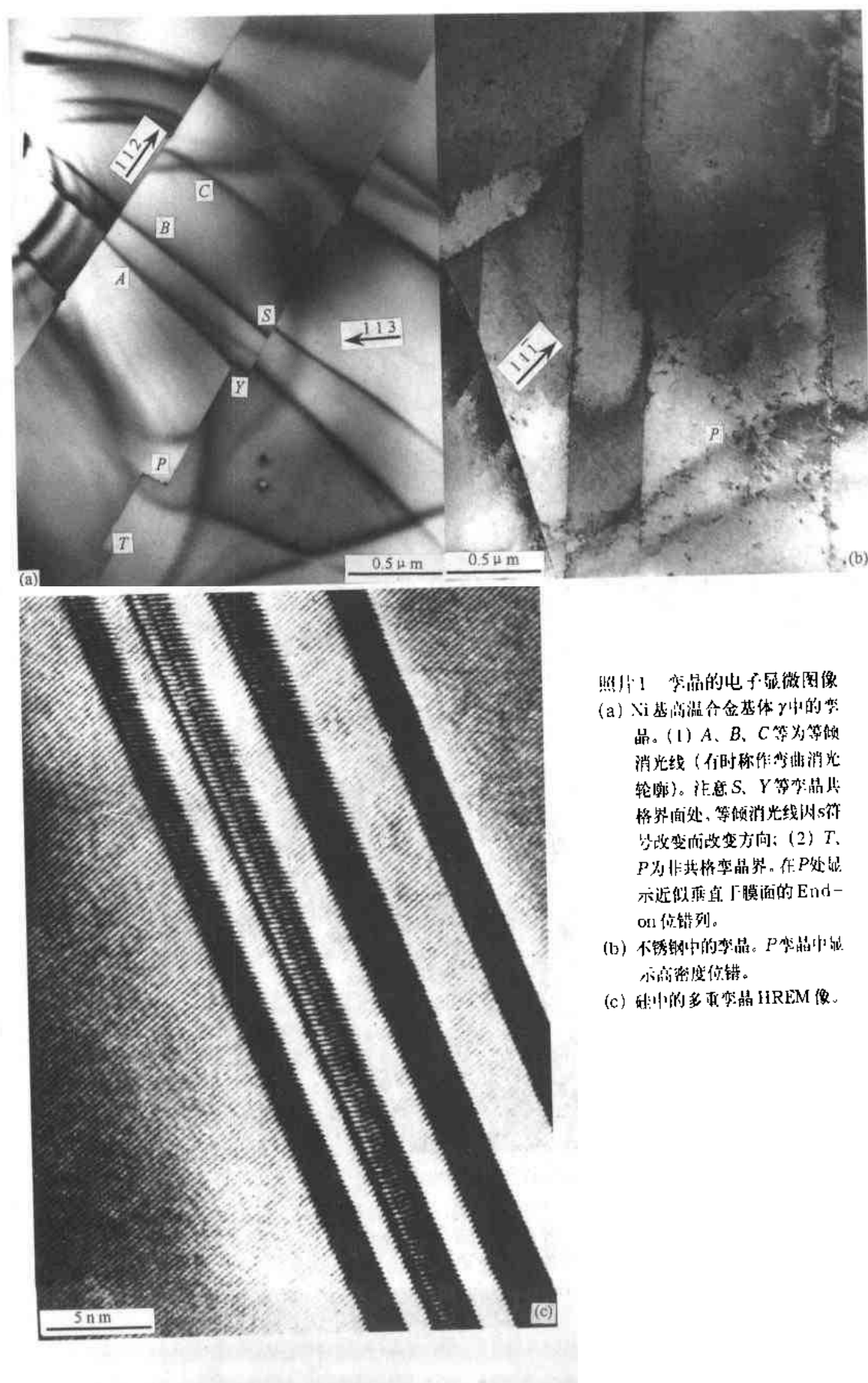


图 7-15 说明用双 edge-on 法测定板条状第二相惯习面时

如何选择两次带轴方向的示意图

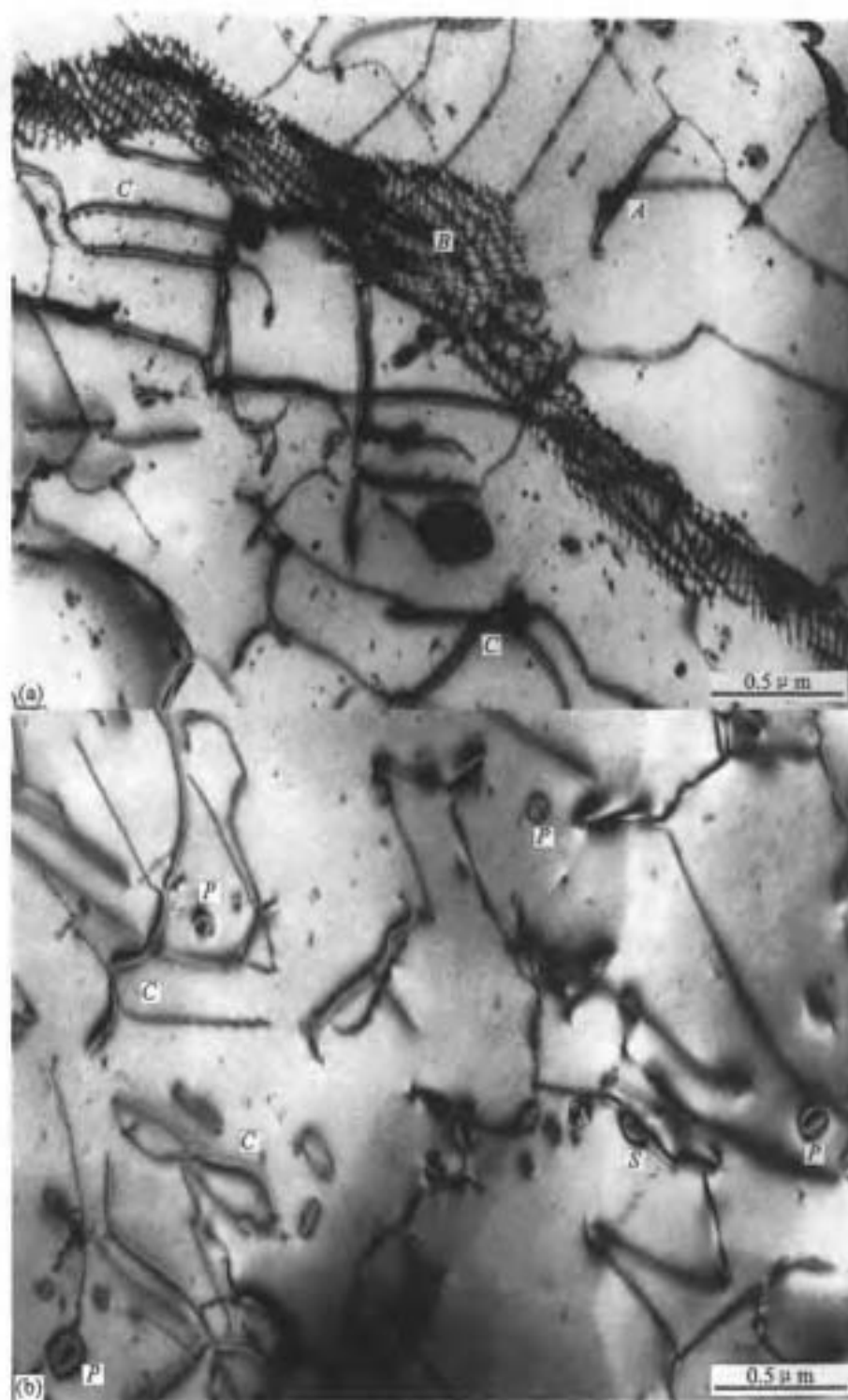
N_{HP} —惯习面法线方向, N_1 —公共密排方向, P —第二相端面, H.P.—惯习面

$abb'c'$ —公共密排面, $B_1 B_2$ —两次 edge-on 方向



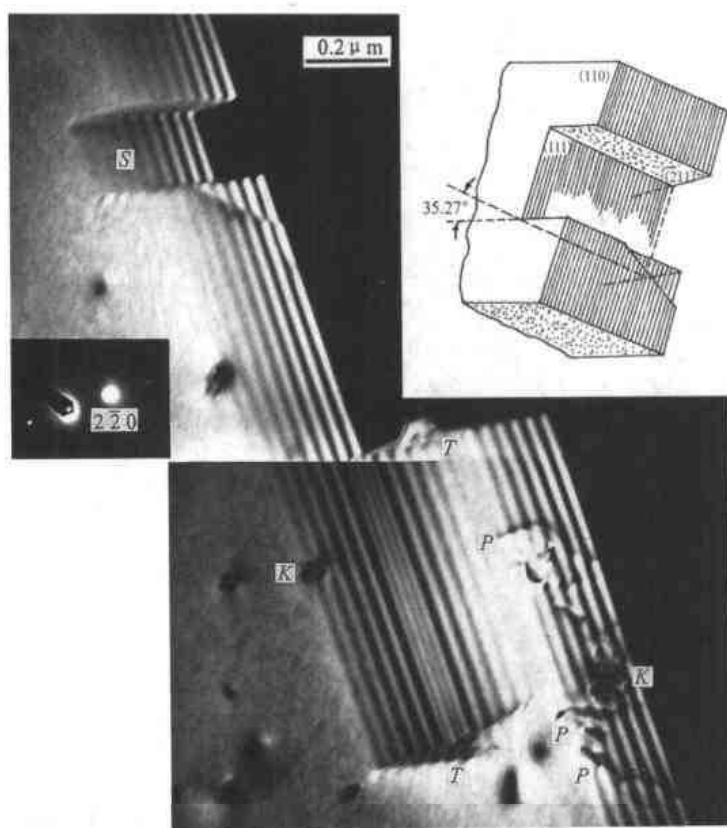
照片1 孪晶的电子显微图像

- (a) Ni基高温合金基体 γ 中的孪晶。(1) A、B、C等为等倾消光线(有时称作弯曲消光轮廓)。注意S、Y等孪晶共格界面处,等倾消光线因 s 符号改变而改变方向;(2) T、P为非共格孪晶界。在P处显示近似垂直于膜面的End-on位错列。
- (b) 不锈钢中的孪晶。P孪晶中显示高密度位错。
- (c) 硅中的多重孪晶HREM像。



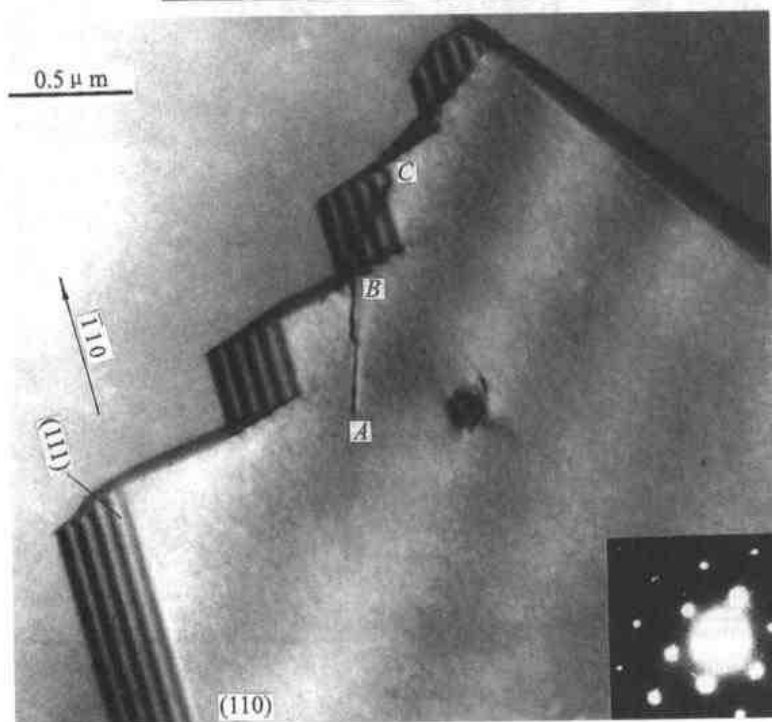
照片2 SiO_2 单晶中的位错组态

- (1) 普遍可见 b 符号相反的位错偶, 如 A、C 等处所示。
- (2) 标 P 各处为运动位错绕过质点后留下的位错环。
- (3) S 处位错即将绕过质点, 形成位错环。
- (4) “B” 处为由位错反应形成的小角亚晶界。



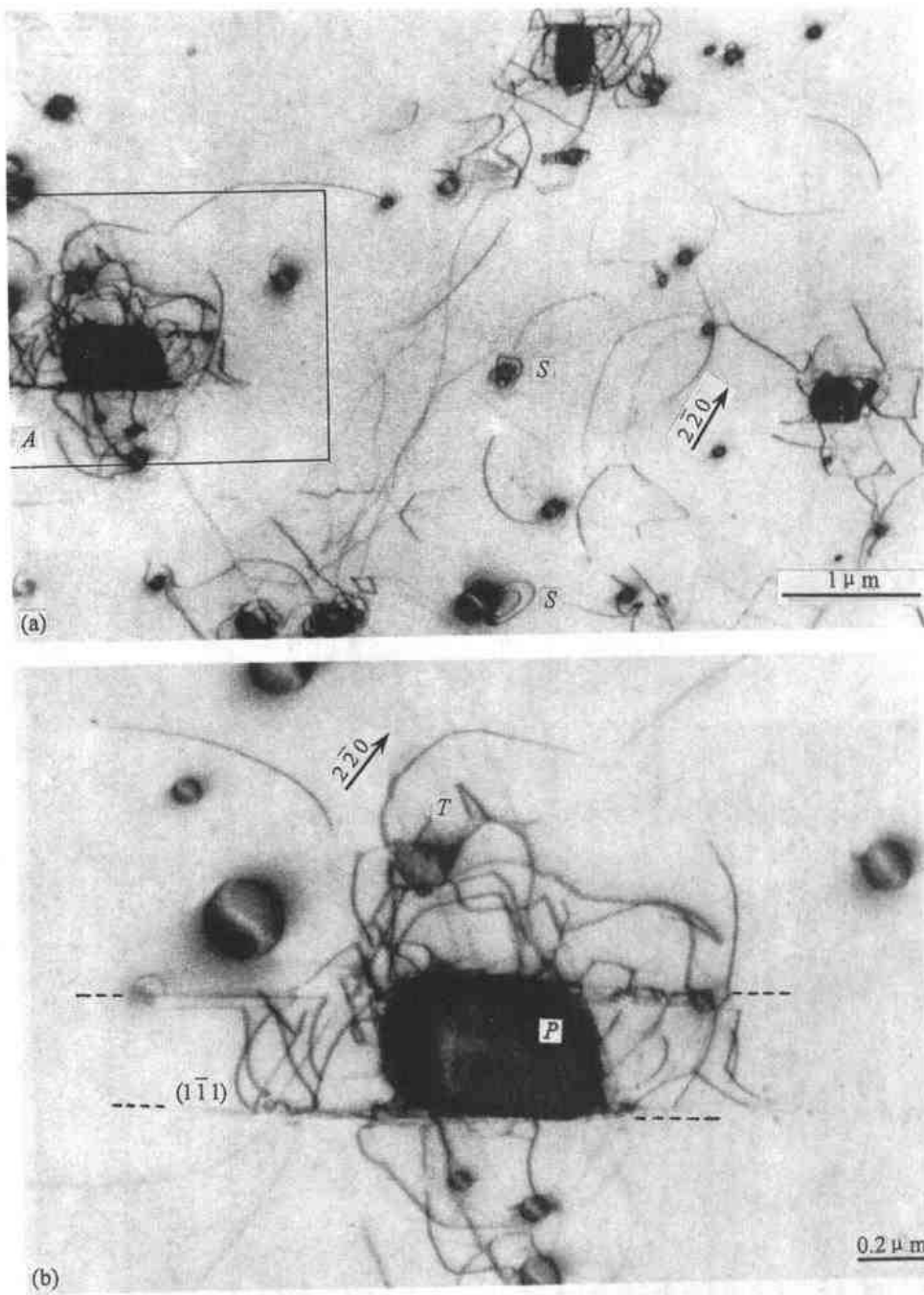
照片5 不锈钢中晶界滑移台阶

- (1) 右方平行条纹为晶界厚度条纹。
- (2) P 处为晶界位错, 注意它对厚度条纹衬度的影响。
- (3) T 处为晶界台阶, S 为滑移台阶, K 为在界面处析出的 M_{23}C_6 。



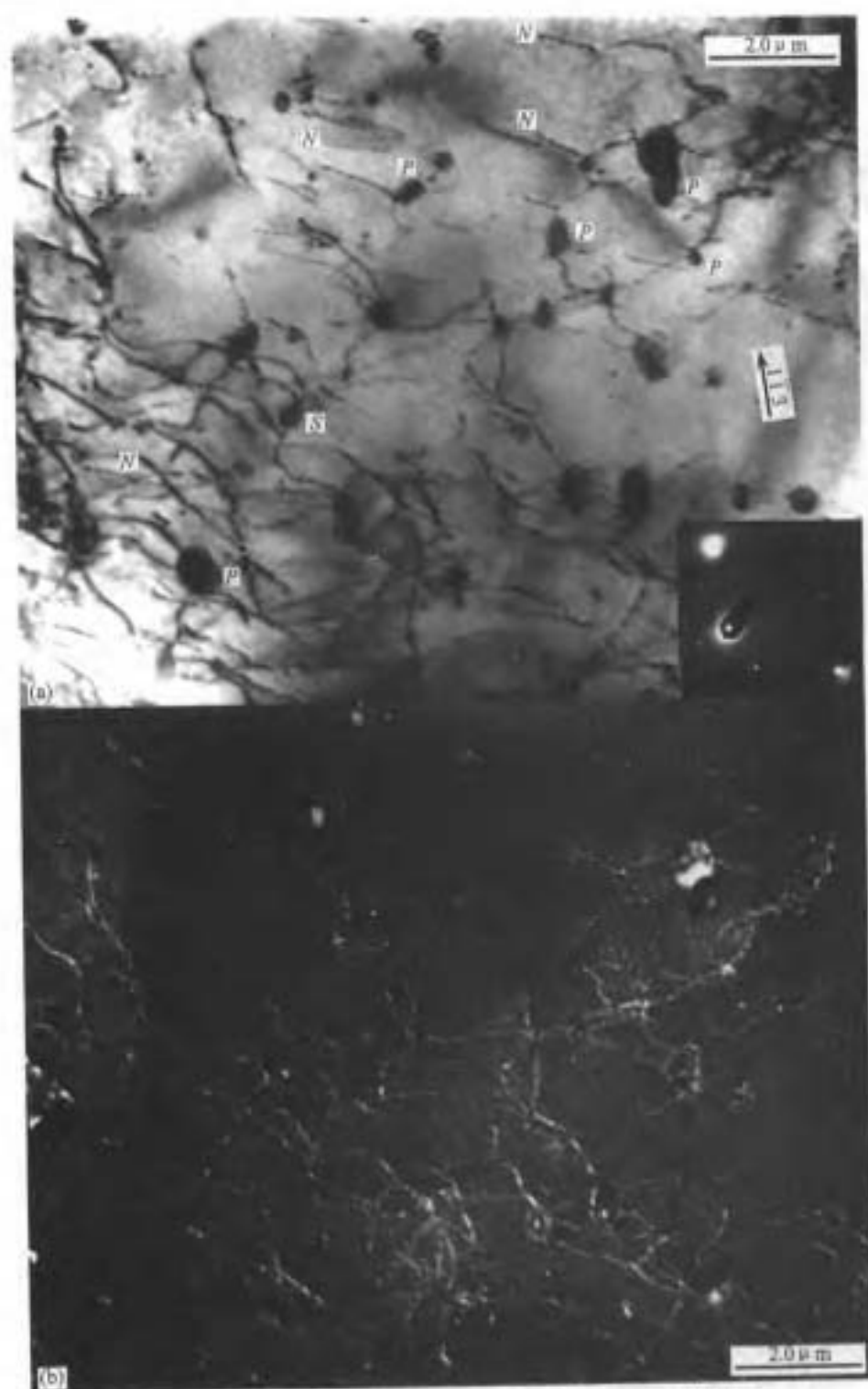
照片6 Ni基高温合金中的晶界滑移

ABC 是一根由晶内 (110) 平面向滑移面 (111) 延伸的位错。注意位错的 BC 段使滑移台阶厚度条纹发生了位移, 说明它确实位于台阶上。



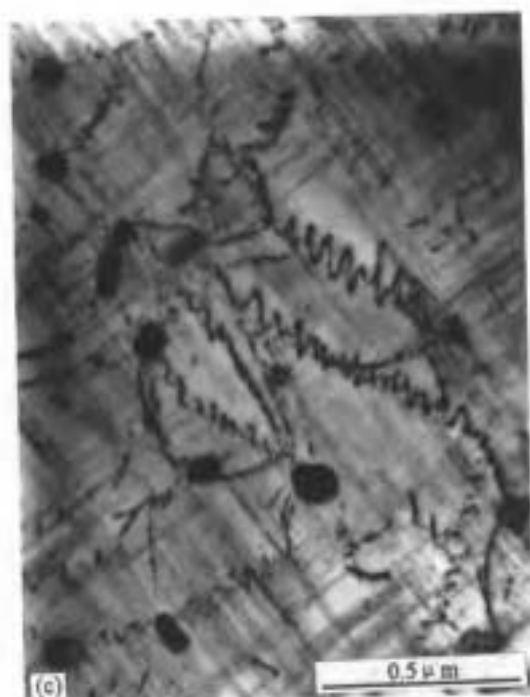
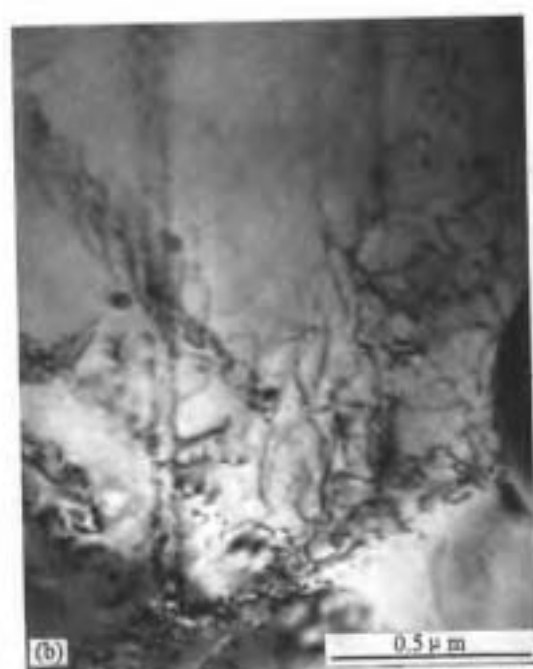
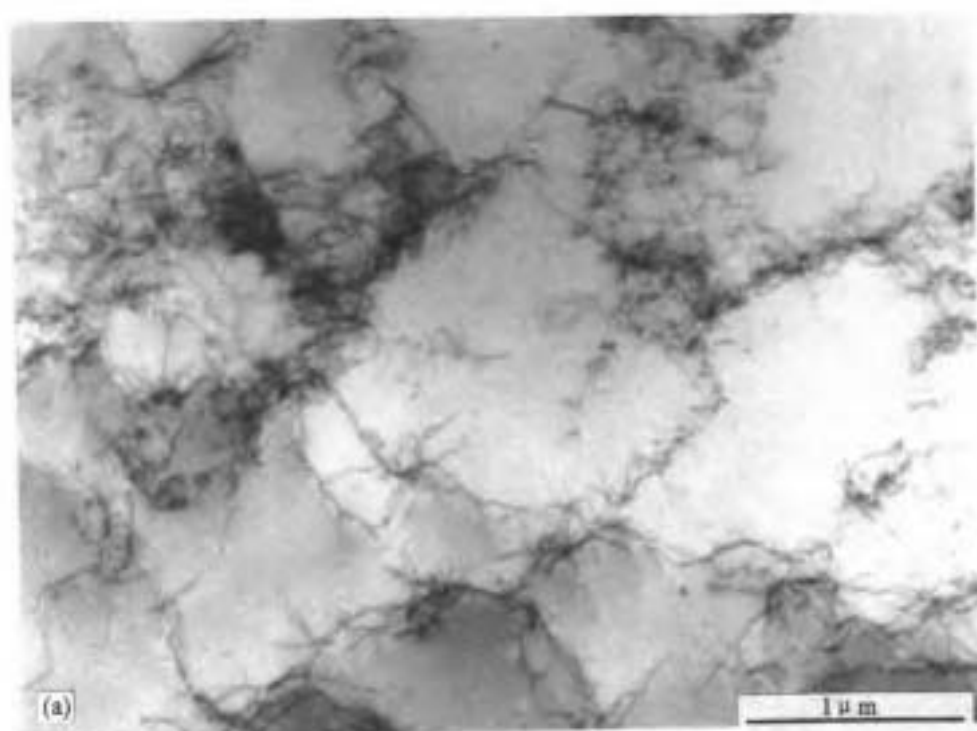
照片7 不锈钢中沉淀相周围的位错缠结

- (1) (b)图是(a)图上“A”区的放大,可看到矩形沉淀相P和T周围基体的应力场诱发了大量位错,它们互相纠结在一起。
- (2) 水平方向诱发的位错沿着 $(1\bar{1}1)$ 面向左右扩展。虚线是 $(1\bar{1}1)$ 面在膜上下表面留下的迹线。
- (3) $g=[2\bar{2}0]$ 垂直于零衬度线,可知沉淀相/基体为共格或部分共格的有应变界面。
- (4) 从(a)图,可见多处第二相对位错的钉扎。
- (5) 两个标有“S”的质点,由于界面应变场向基体发射位错,呈“弓形”半环状衬度。



照片 8 30CrMnSiA 高强度结构钢中的沉淀相 Cr_{23}C_6 与位错
(a)BF。 (b)DF。

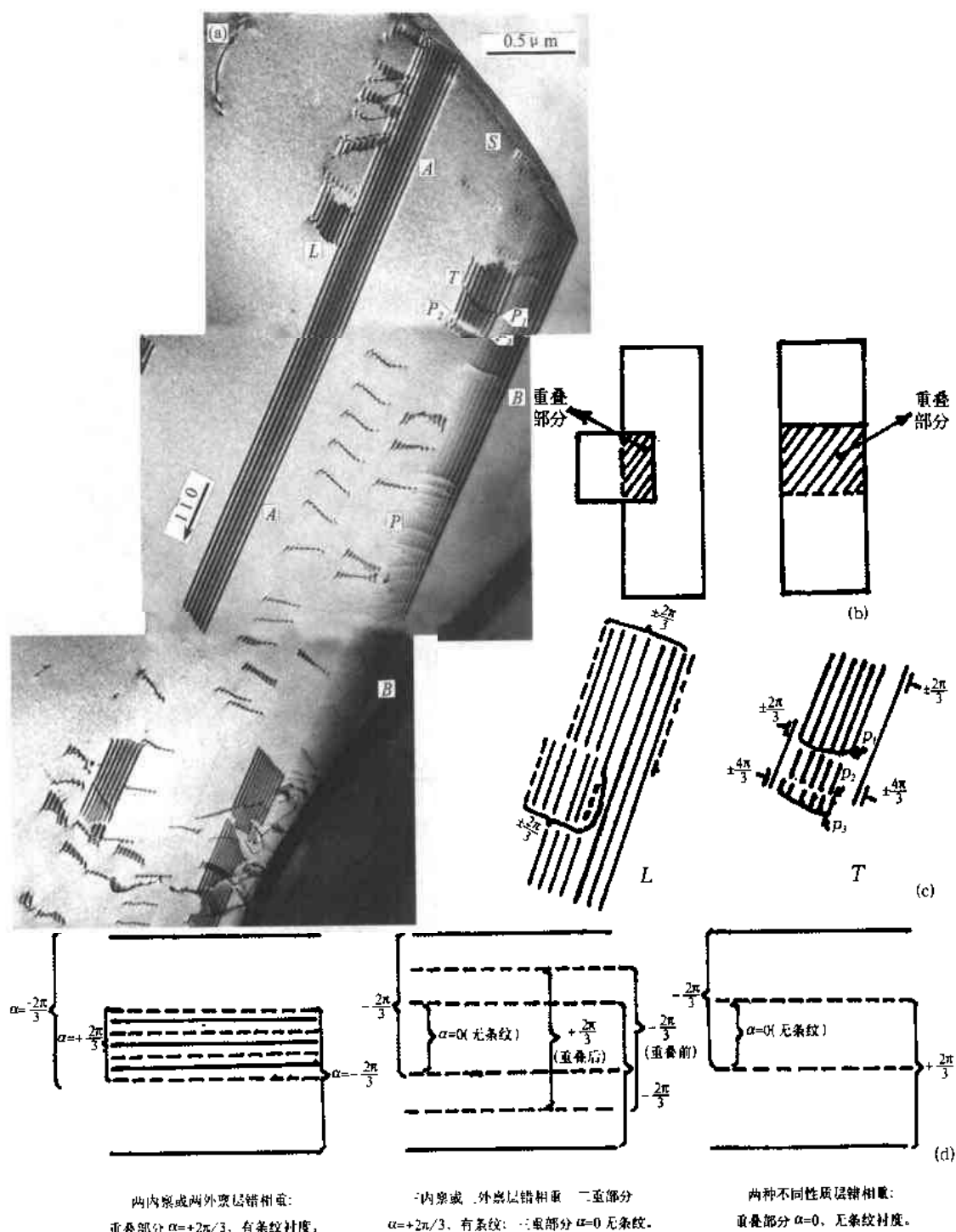
- (1) Cr_{23}C_6 优先在位错线上析出，在随后时效过程中长大。这些长大了的质点，钉扎位错，成为位错运动的障碍，强化了合金。如各“P”点。
- (2) S处，位错切过 Cr_{23}C_6 。
- (3) 多处 (“N” 标记处) 呈现由多束相干动力学效应引起的衬度波动。



照片 10 有色合金中的位错组态

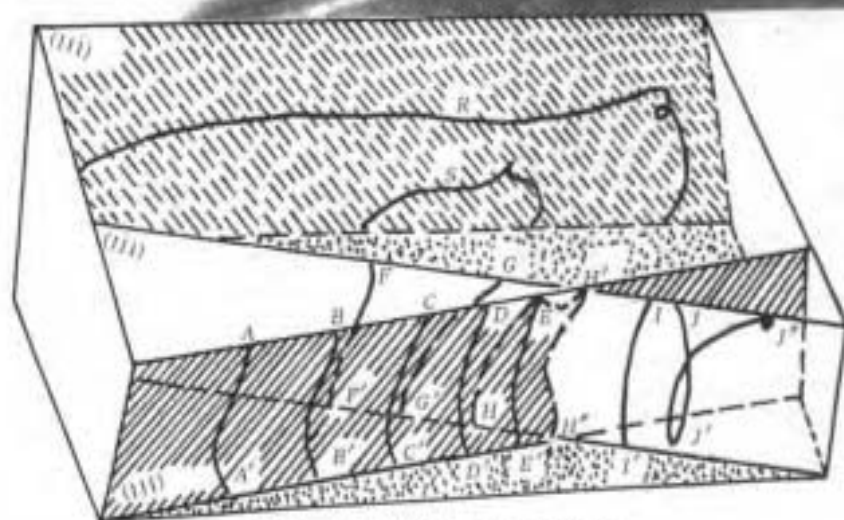
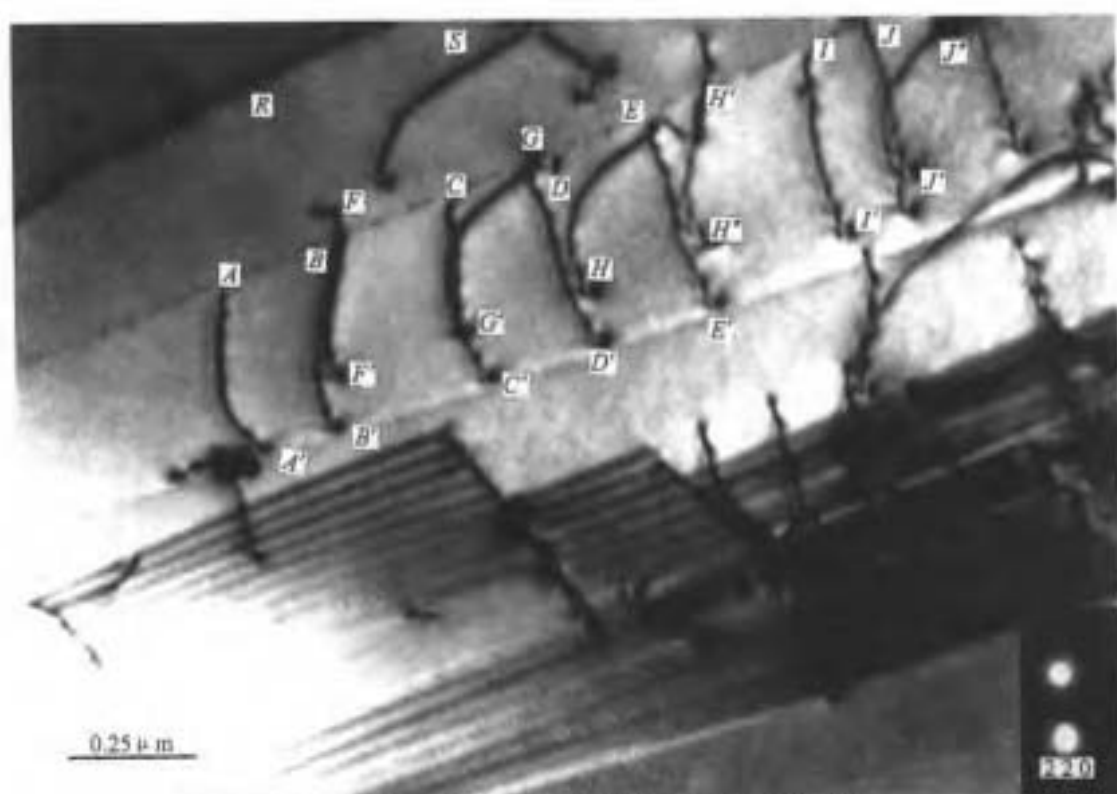
(a) Al-Mg 合金中的位错胞结构。

(b), (c) Al-Mg-Cu 合金中的螺线位错。



照片 11 Cr18Ni5Si1.5Mo2.7-Fe 双相不锈钢中的层错结构

- (1) A-A, B-B 均为条纹衬度, 但前者为层错, 后者为孪晶界厚度条纹。
- (2) P 及其它界面处的白色线条为界面位错。
- (3) 重叠层错衬度的几种情况, 如(d)图所示。
- (4) L、T 处重叠层错衬度分析, 如(b)(c)两图所示。
- (5) S 处为孪晶非共格界面, 此处可见错位位错。

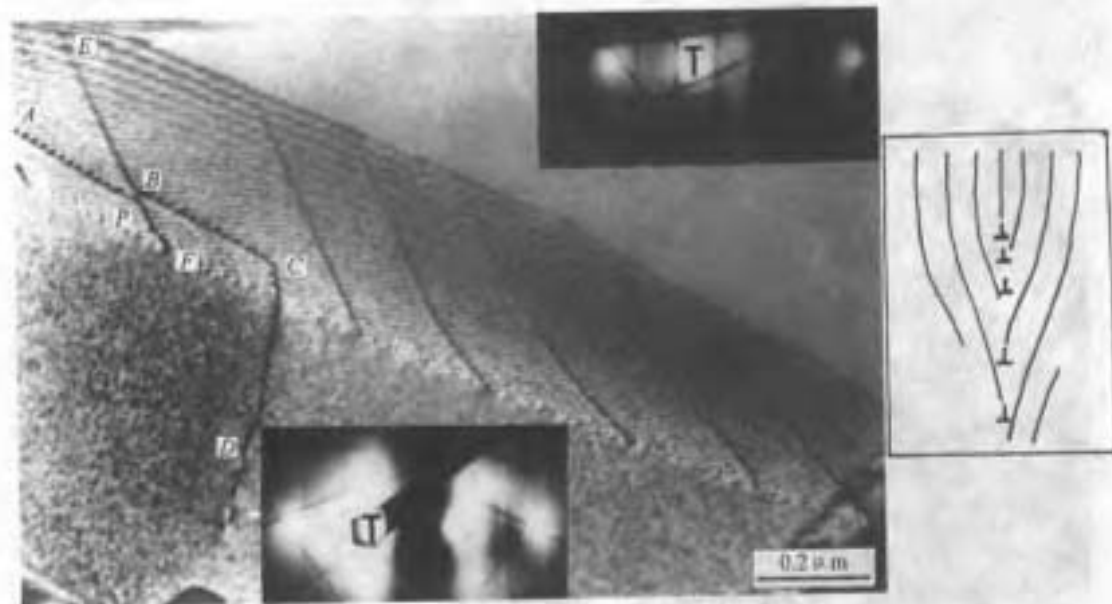


照片 12 Ni 基超合金中的位错组态

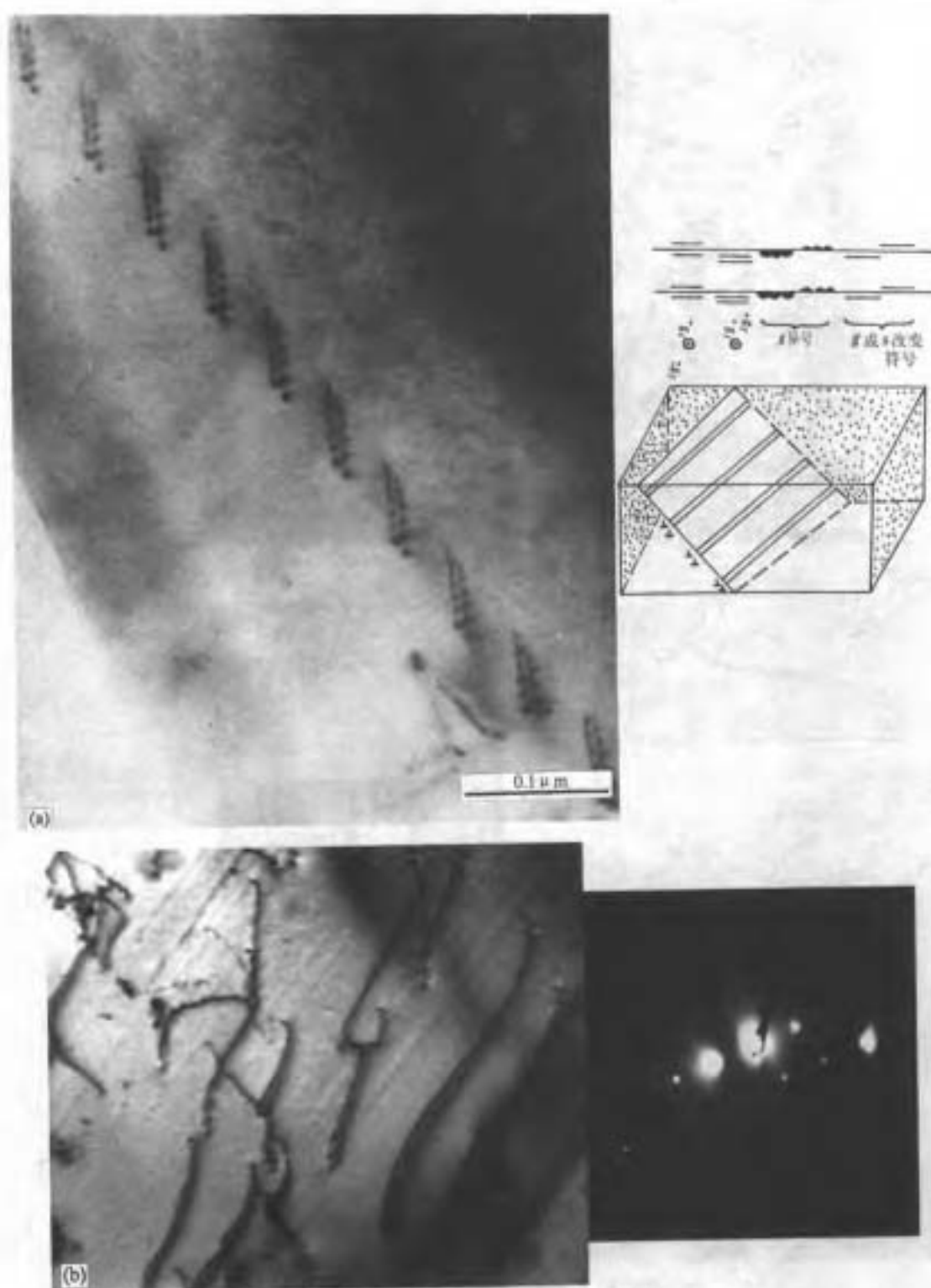
- (1) R, S 为 F-R 源发出的位错, 所在平面为 (111)。
- (2) AA', BB', CC', DD' 所在平面为 (111)。
- (3) FF', GG', HH' TH', II' 和 JJ' 所在平面为 (111)。



照片13 WC-12%Co合金中裂纹扩展过程
在多滑移系统的 β -Co[在合金中作为粘模相(binder)]中, 裂纹呈“Z”字形路径扩展; 在hcp的WC中, 在WC/WC界面, 主要以直线形式传播。左下为裂纹传播路径示意图。



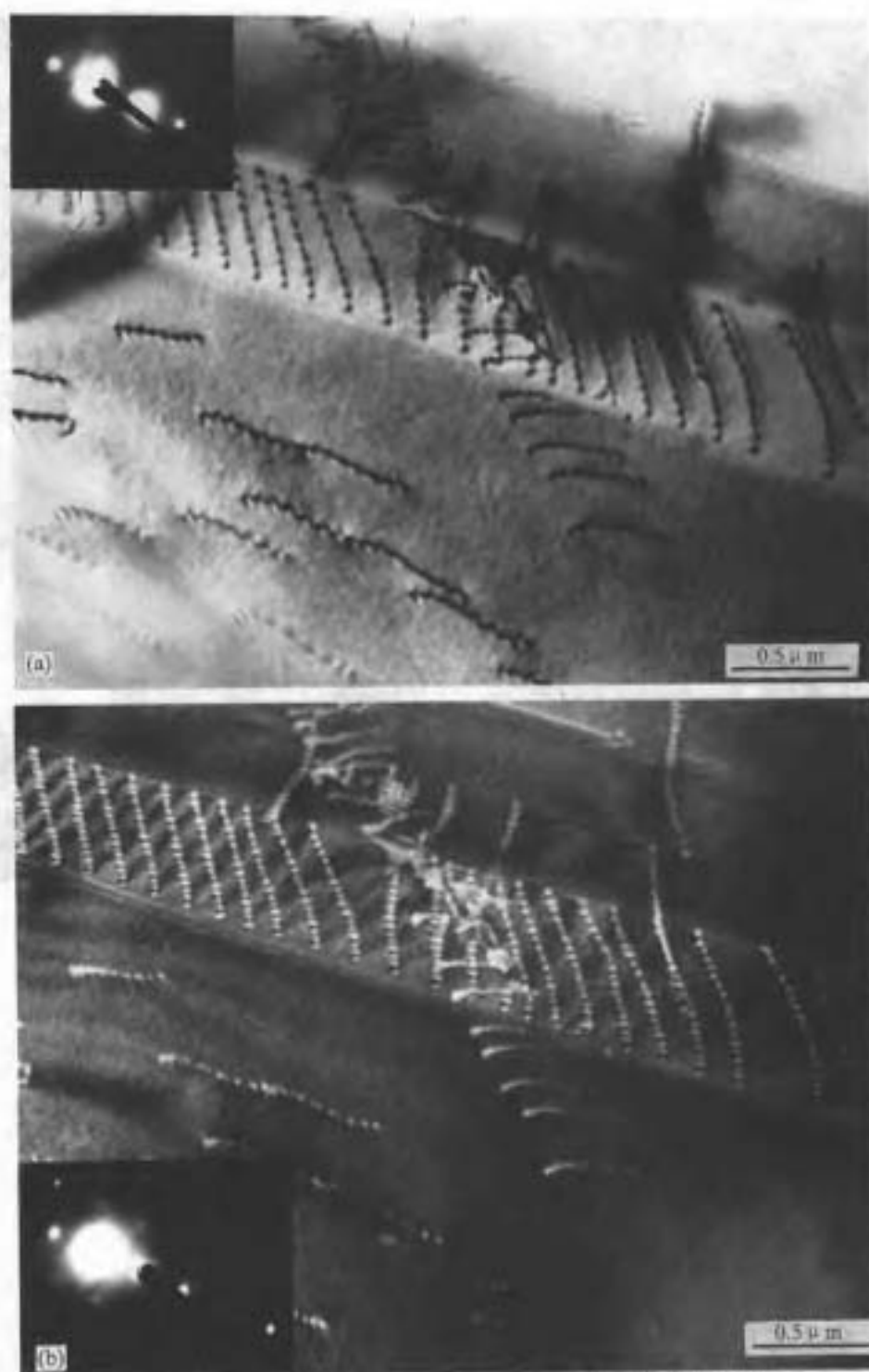
照片14 超塑性变形Al-40wt%Zn合金中的小角晶界
在P处可看到晶内位错(点阵位错)ABCD与界面位错EF的反应:
 $ABCD + EF \rightarrow APF + EBCD$
此图是晶内点阵位错与晶界位错反应的典型例子。注意反应后P、B两处因位错符号相同而相斥。



照片15 高温合金中的超点阵位错和位错双像衬度

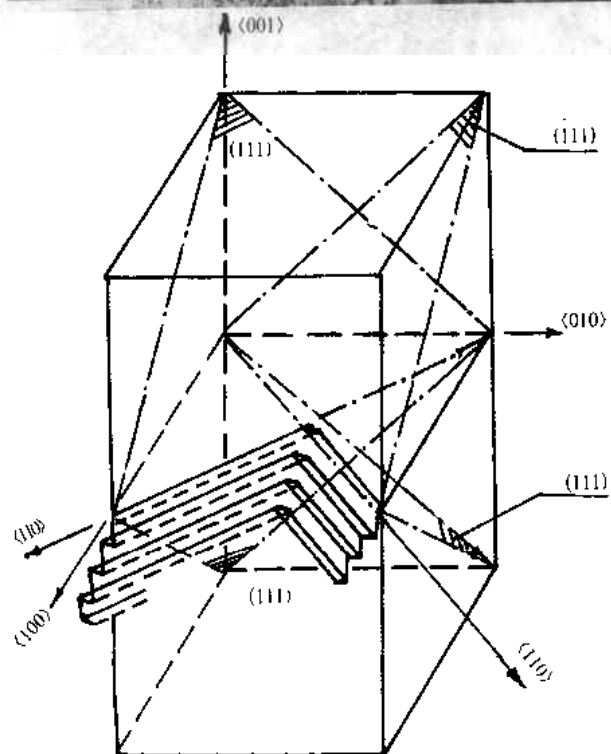
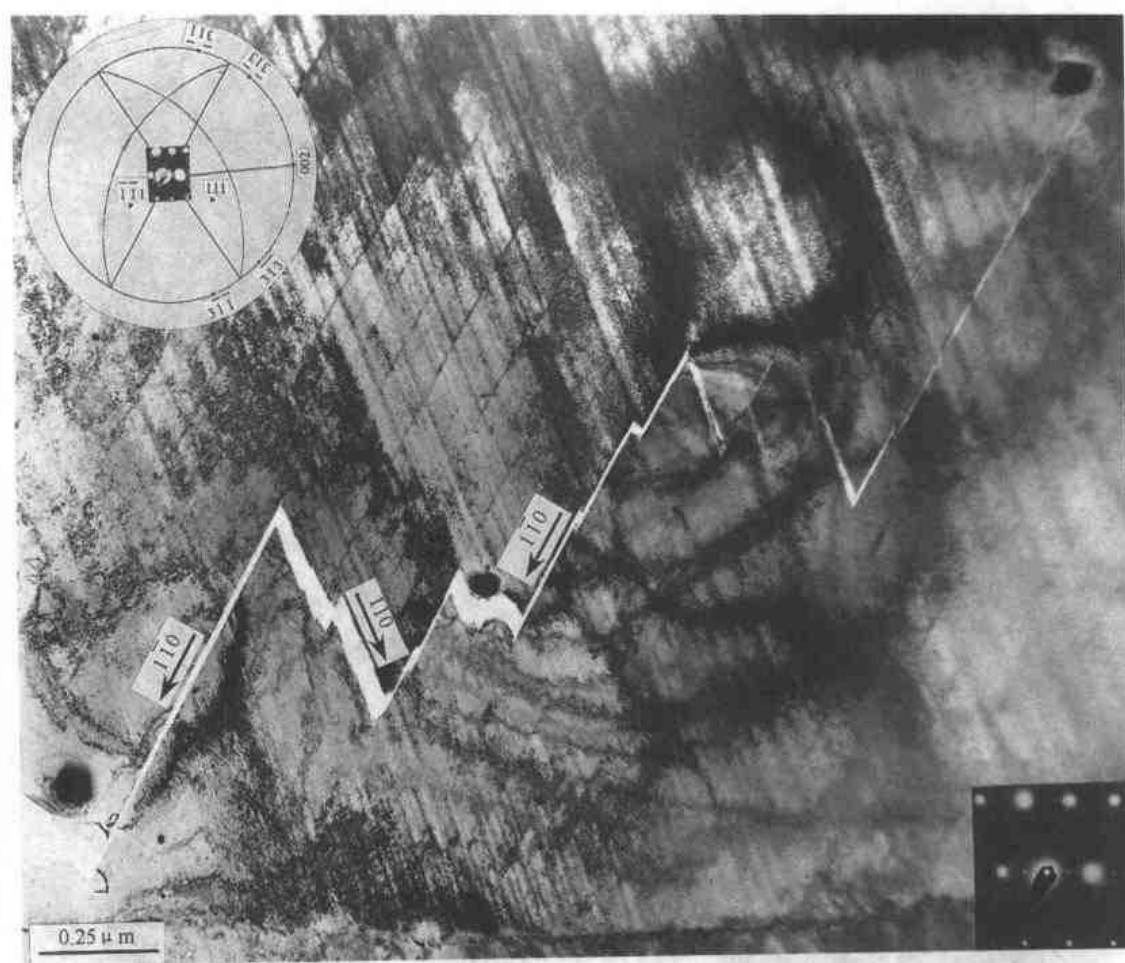
(a) 有序Ni基合金中的超点阵位错，其鉴别方法见右上图。

(b) 钢中由于非双束成像条件而引起的位错双像。改变试样取向，使满足双束条件，双像可消失。



照片 16 18-8Cr-Ni 不锈钢中三组不同 $[111]$ 面上位错列反应
(a)BF。(b)220/660WEDF。

不严格双束衍射条件带来的多束动力学效应，使位错线衬度出现振荡现象。



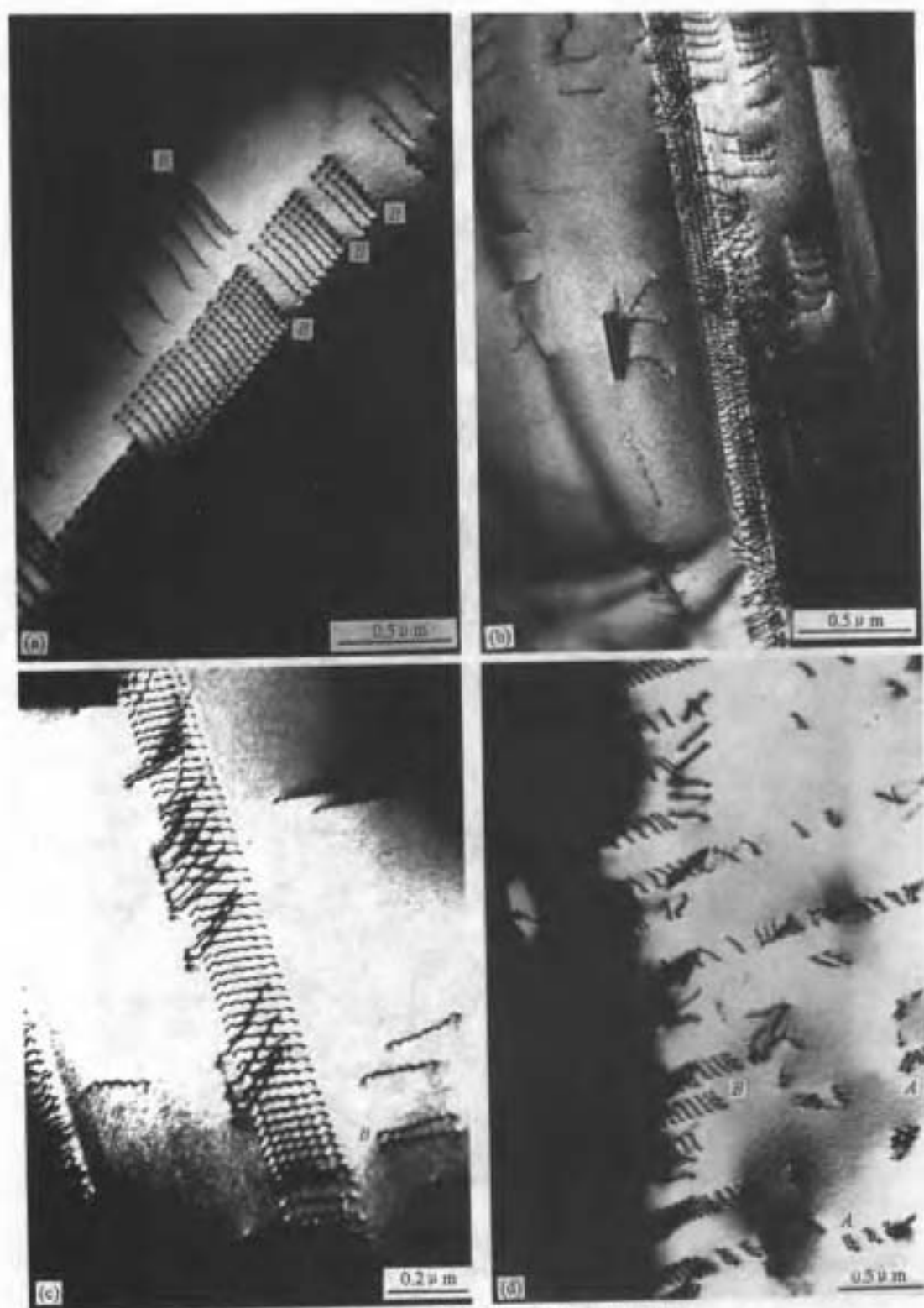
照片17 Ni基高温合金
中疲劳裂纹扩展过程的
迹线分析

裂纹走向严格沿 $\{111\}$
面与试样膜面的交线方向，
说明了裂纹扩展过程中位
错平面滑移的特征。



照片 18 18-8Cr-Ni 不锈钢, 1100° C, 1.5h 水淬, 两组平行滑移面上的位错列
(a) BF. (b) (113) 面视场 DF.

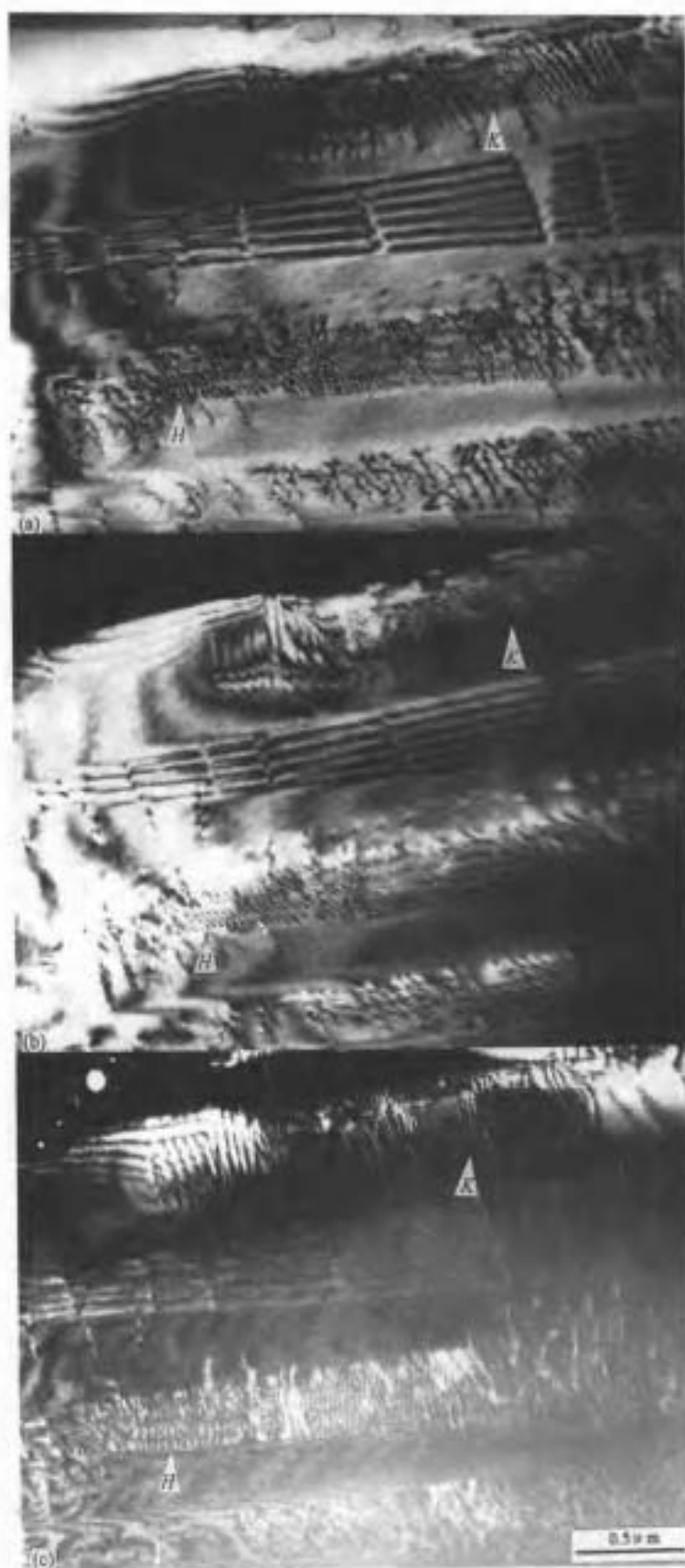
- (1) 位错线在靠近上下表面附近, 显示出衬度振荡效应。
- (2) 从暗场像上, 如箭头处, 看到位错线在接近下表面 "P" 处, 呈现出亮-暗-亮亮-暗-亮亮-暗-有规律的衬度振荡现象 (见(b)图右下角示意图), 而在相应于上表面附近的另一端 "T" 则无此现象, 与多束动力学模拟结果一致。



照片 19 一组 Ni 基高温合金经固溶处理和形变后的位错组态

(a)未形变 (b)200℃, 形变 2% (c)200℃, 形变 2% (d)-196℃, 形变 2%

视场中多处出现成对的位错像, 但从衬度特征看, 它们大多属于超点阵位错, 如“B”处; 但也有分属于平行滑移面的符号相反的位错偶, 如“A”处。



照片20 6.5%Al-Ni基

合金中的位错组态

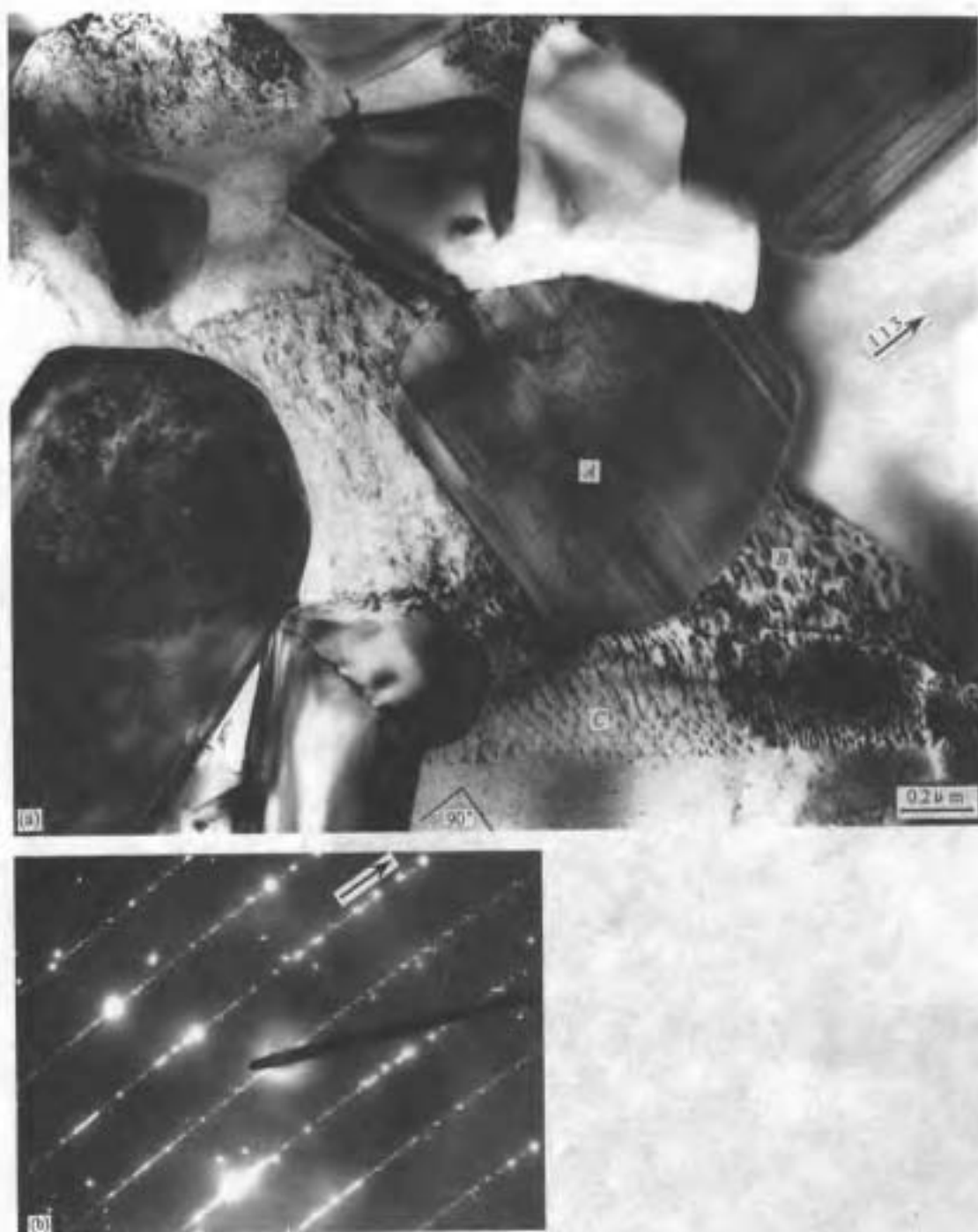
(a) BF, $g=002$;

(b) 中心暗场 CDF;

(c) $002/006$ WBDF

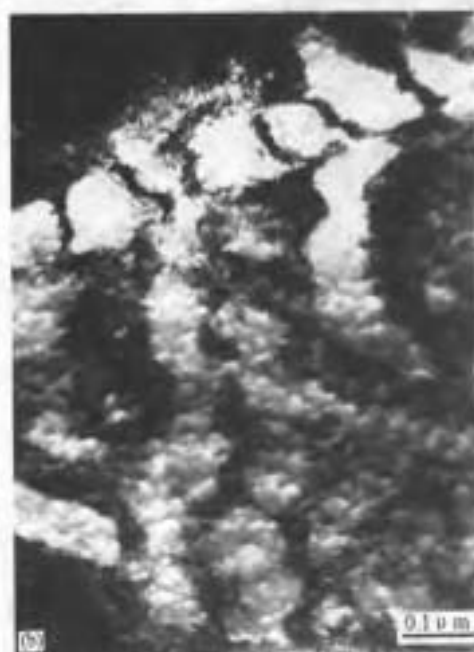
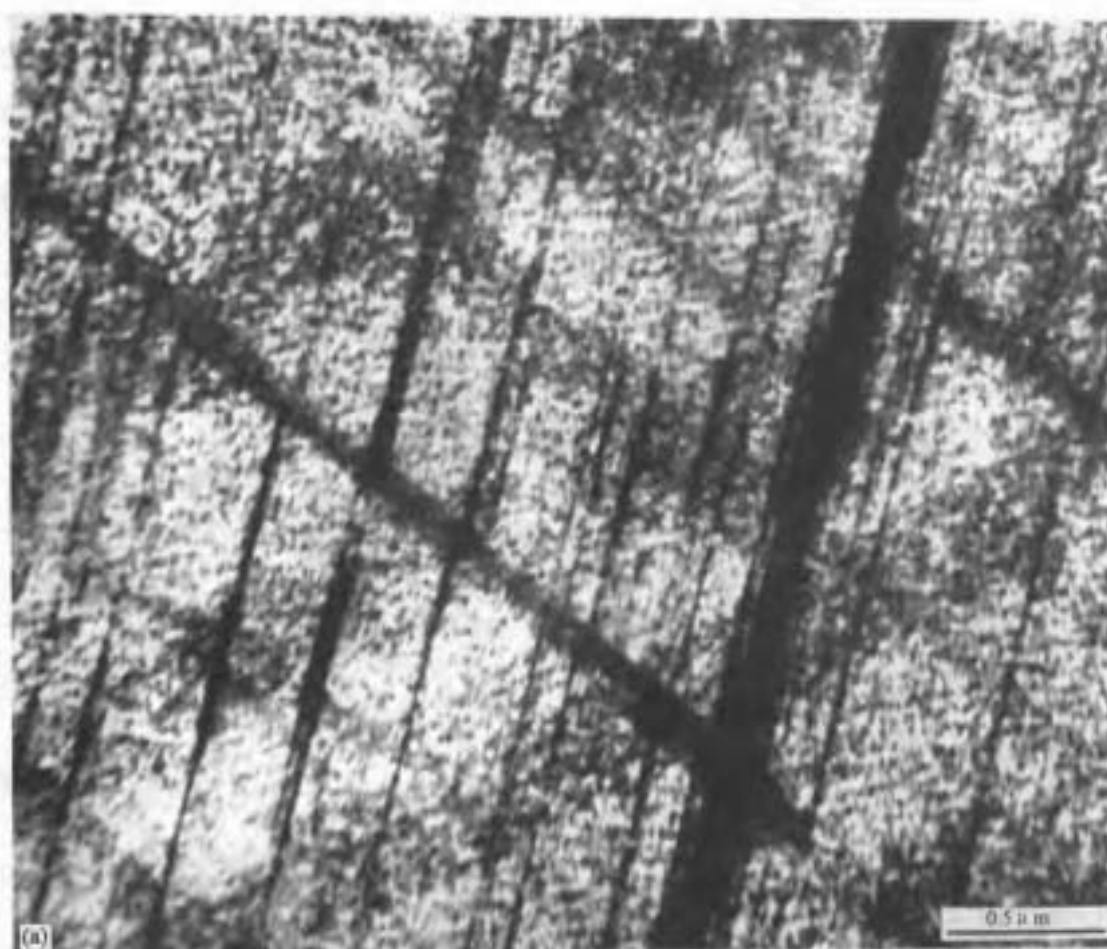
$$(s_{002}=1.8 \times 10^{-3} \text{ nm}^{-2}),$$

比较 H, K 处, $g/3g$
弱束像要比 BF 和 CDF 提
供更多的结构细节。

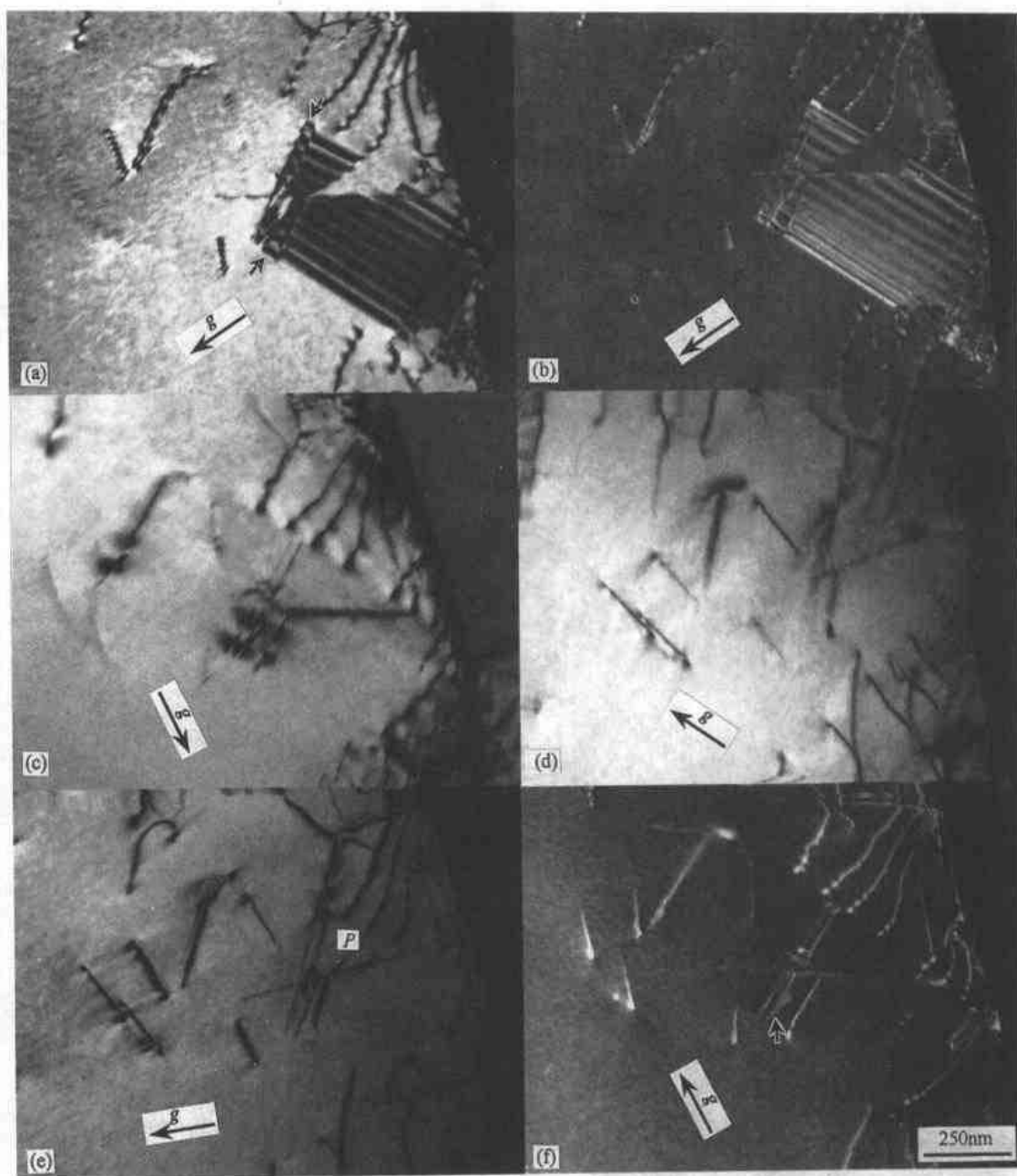


照片 21 45 号钢 NiCrBSi 喷焊涂层的微观结构

(a) 衍射 BF 像, $g=113$, 可看到 Cr_3C_2 (A) 的层状结构和 “B” 处的共格沉淀相应变衬度以及 “C” 的位错网络。
 (b) (a) 的 SAD 谱。多层结构提供的衍射点列方向 (箭头所示) 垂直于片层 “A”。



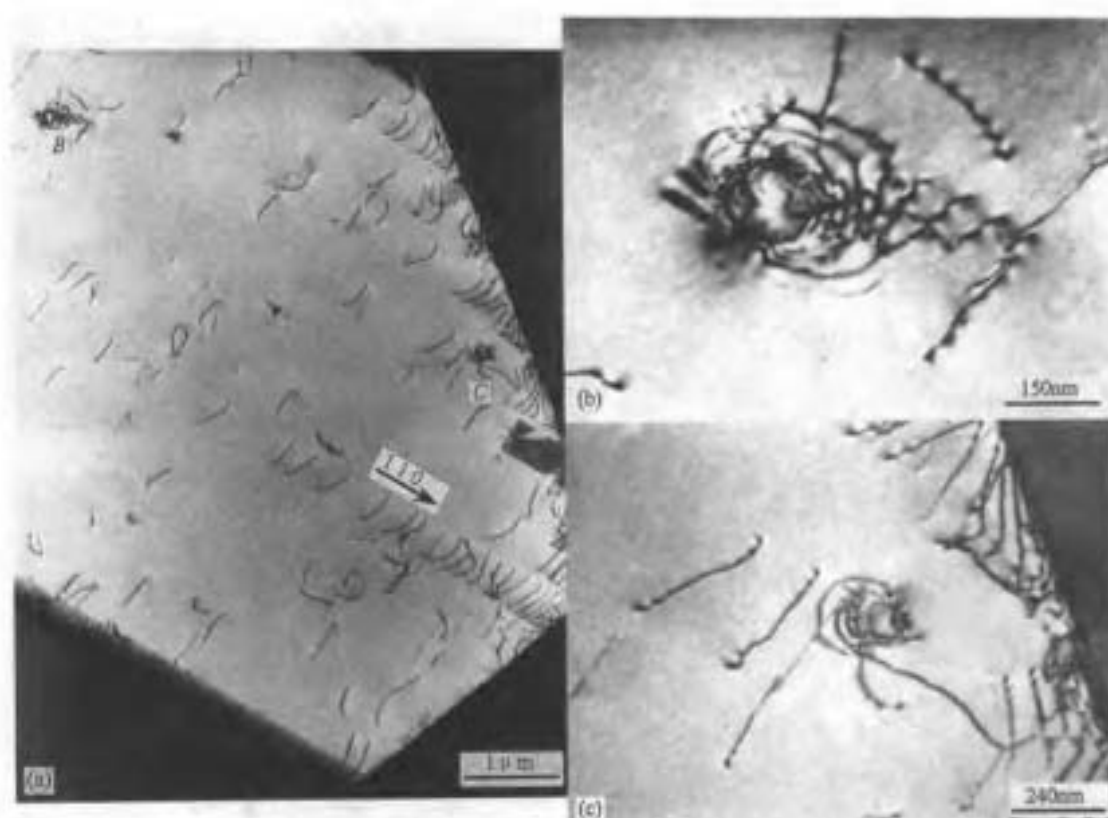
照片 22 Ni基高温合金中驻留滑移带 (PSB)
 高倍下沿 $\langle 121 \rangle$ 观察时可看到 PSB 中的精细的“梯杆状”位错结构, 如 (b) 图。(a) 图是沿 $[101]$ 方向观察得到的衍射像。



照片 23 NiAl(7)合金中层错分析
(1150℃ 2h 固溶 + 0.9% 拉伸 + 580℃ 3h 时效)

(a) $g = 111$, (b) $g = \bar{1}11/3\bar{3}3$, (c) $g = 2\bar{2}0$, (d) $g = 1\bar{3}1$, (e) $g = 13\bar{1}$, (f) $g = 2\bar{2}0$

层错在(c)和(d)中因 $g \cdot R = 0$ 、不显示衬度, 所以 $R \parallel [112]$ 。对照(a)和(b)可知, 主要为内禀层错其 $R = 1/6[112]$ 。(a) 中箭头所指处显示外禀型层错条纹衬度, 实为两个内禀型 $1/6[112]$ 层错在相邻的两个(111)晶面上形成的重叠层错。在(e)中因 $g \cdot R = 1$ (单片层错) 或 2 (重叠层错), 层错不显示衬度, 但不全位错“P”可见, $b_p = 1/6[112]$ 。由(f)可见, 由于复杂的位错反应, 该图中层错边缘除(e)中的“P”外, 并非简单的肖克莱位错, 且有部分位错向别的(111)面扩展, 如图(f)中箭头所指。

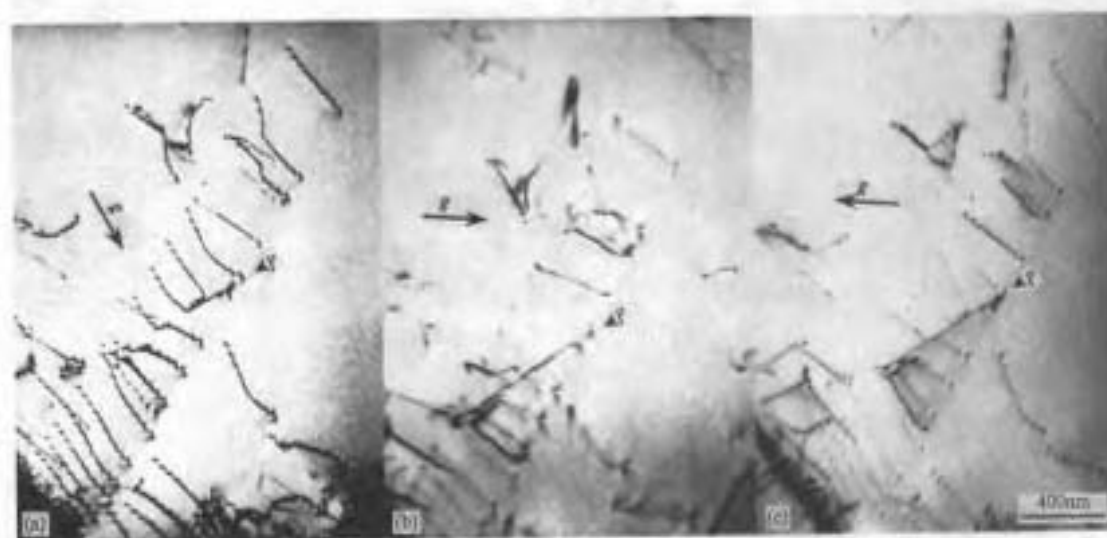


照片 24 NiAl(7)合金中的位错结构

(1150℃固溶+0.9%拉伸+580℃时效)

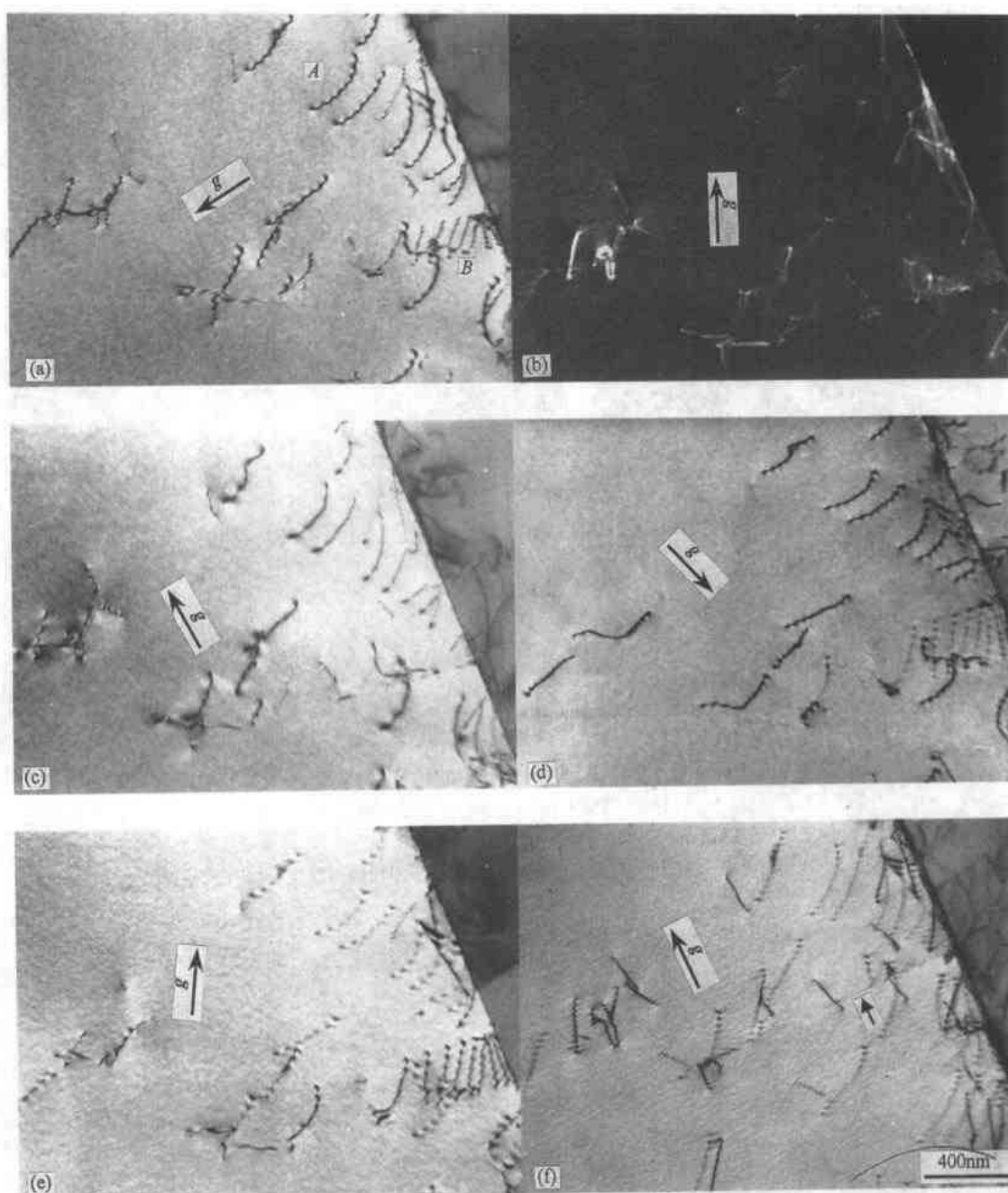
(a) 拉伸变形0.9%后的形变组织;

(b)和(c) 分别为(a)中B和C处的放大像,表明位错在析出物周围缠绕,为析出物钉扎。

照片 25 奥氏体钢中晶界处 $(1/2)[011]$ 位错塞积列(a) $g=111$, (b) $g=200$, (c) $g=311$

(1150℃ 2h 固溶+0.9%拉伸+580℃ 3h 时效)

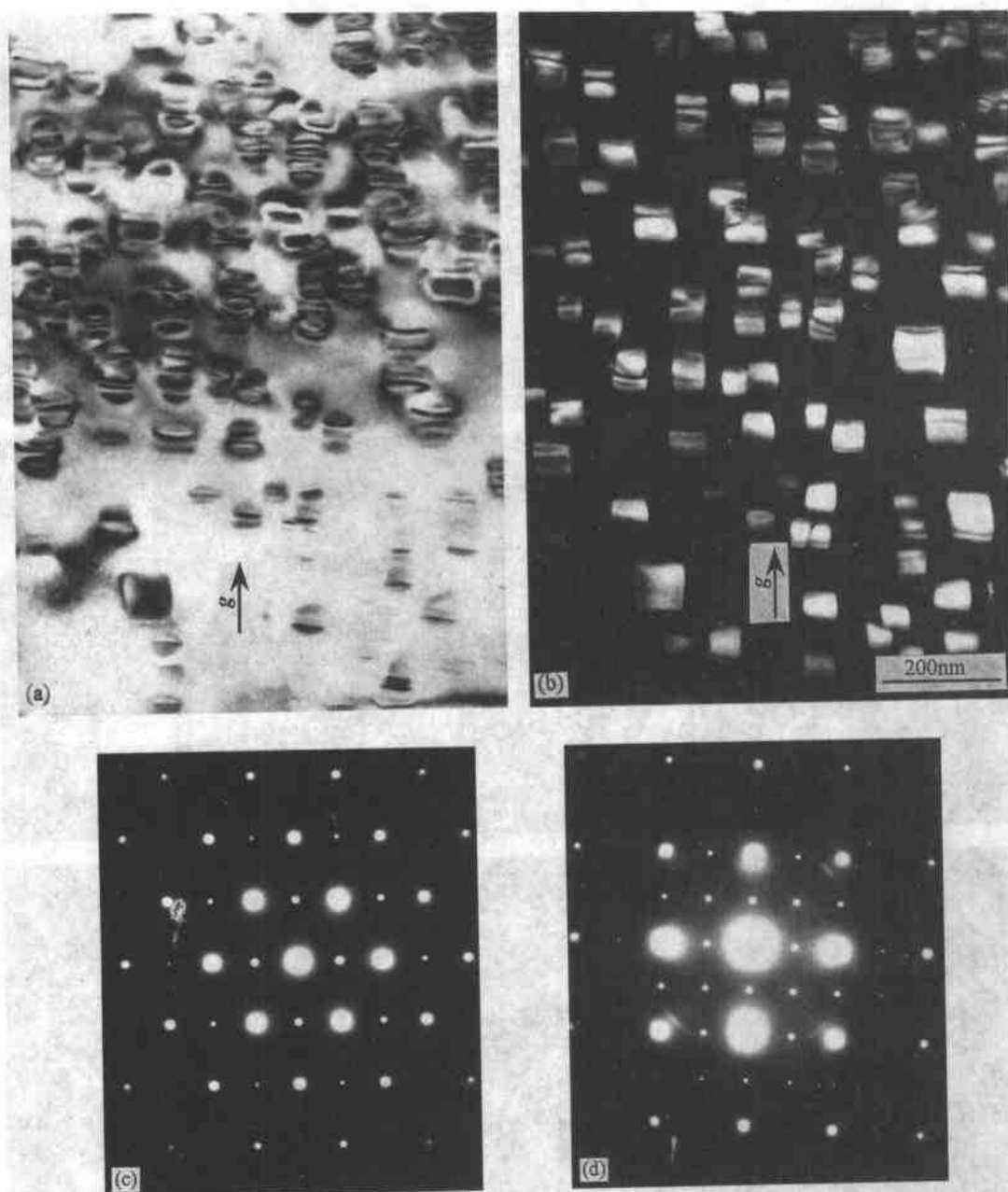
沿“P”所指方向,可看到位错列和另一与之斜交的位错之间的交互作用。



照片 26 NiAl(7)合金中晶界处塞积的两列位错
(固溶后再形变的位错结构)

(a) $g=111$, (b) $g=311$, (c) $g=220$, (d) $g=111$, (e) $g=200$, (f) $g=111$

上方位错列 A 在(b)、(e)和(f)中仅显示残余衬度, 其柏氏矢量 $b=\frac{1}{2}[011]$, (在图(b)中可见其发生分解); 下方位错列 B 在(c)中不可见, 在(d)中显示残余衬度, 在(f)中其所在滑移面与电子束平行仅显示为具有极弱残余衬度的一条直线(如箭头所示), 故其柏氏矢量 $b=\frac{1}{2}[110]$, 滑移面为 $(\bar{1}11)$ 。



照片 27 NiAl(7)合金固溶、形变和 850℃ 3h 时效的析出相

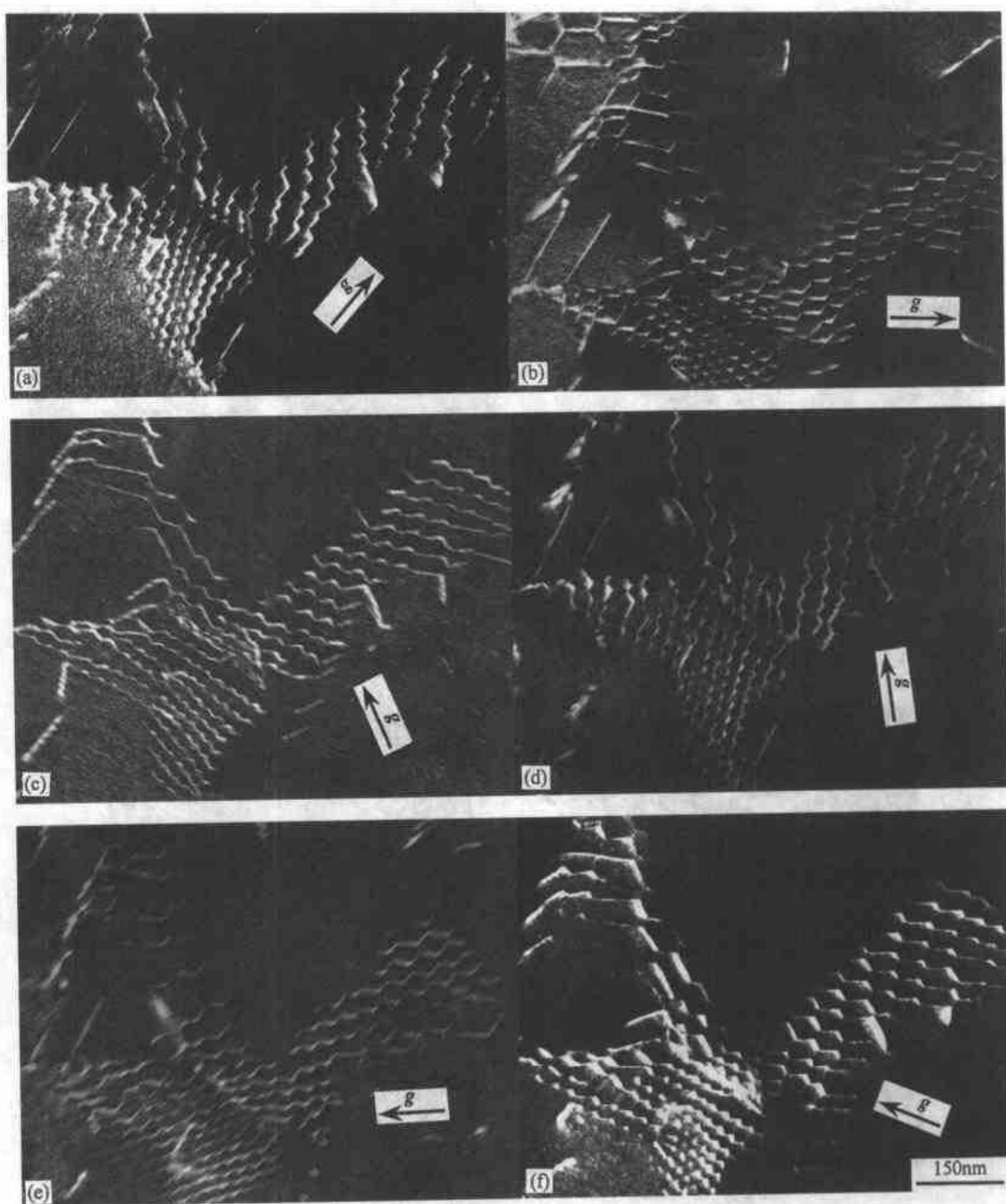
(a) 明场像, $g=220$;

(b) 中心暗场像, $g=110$;

(c) (a) 的 SADP, $B \parallel [110]$;

(d) (b) 的 SADP, $B \parallel [010]$ 。

(a) 上可看到 γ' 在基体中引起的共格应变衬度, 说明了它们的强化效果。(a) 和 (b) 中 g 垂直于零衬度线, 一些零衬度线并非处于质点轮廓 γ' 的中央, 说明它们位于膜中不同深度处。(c) 和 (d) SAD 谱中明显可见 γ' 的超结构衍射斑点。 γ' 属于 L1₂ 面心有序结构。



照片 28 $\text{Ti}_3\text{Al-Nb}$ 合金 α_2 相内的位错网

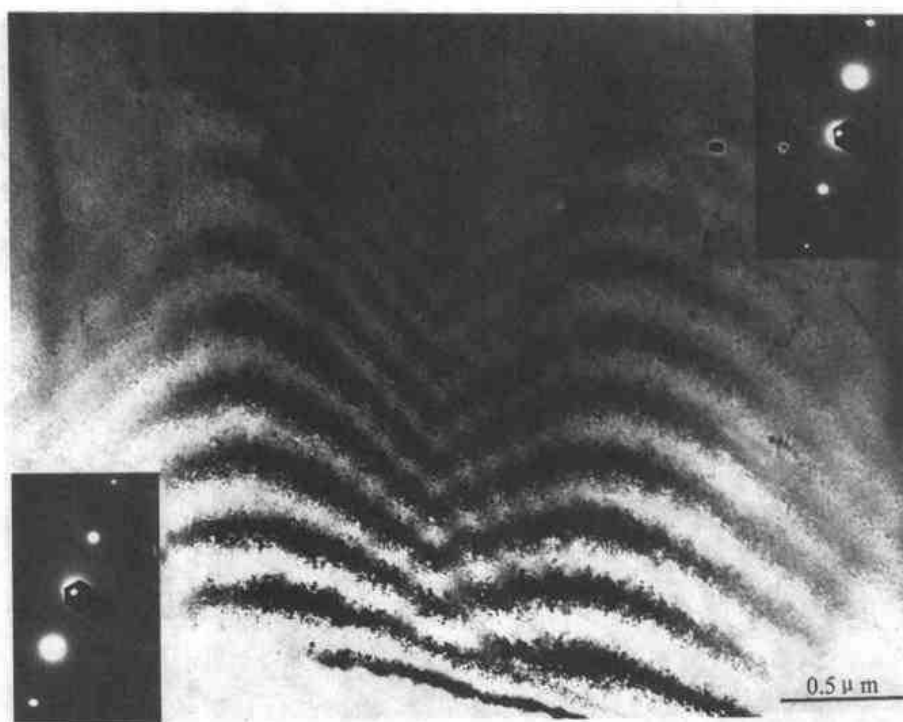
(a) $g=222$, (b) $g=202$, (c) $g=010$.

(d) $g=\bar{1}10$, (e) $g=100$, (f) $g=022$

$b=[110]$ (或 $(1/3)[11\bar{2}0]$)位错在(a)和(d)中不可见,

$b=[010]$ (或 $(1/3)[\bar{1}210]$)位错在(b)和(e)中不可见,

$b=[100]$ (或 $(1/3)[2\bar{1}10]$)位错在(c)和(f)中不可见。



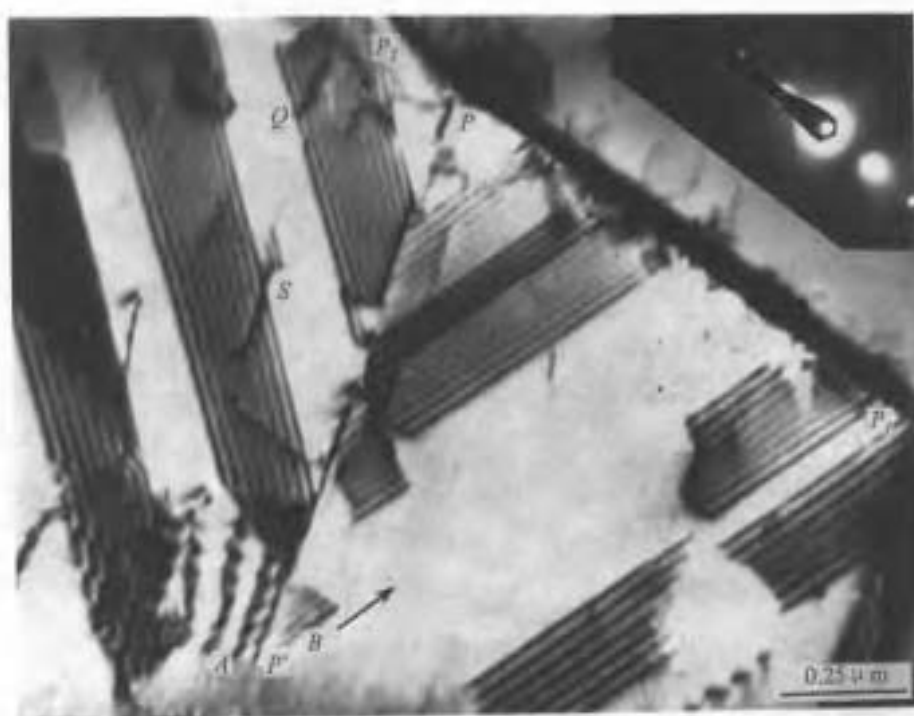
照片 29 等倾条纹（弯曲消光条纹）衍射像

Al 薄膜试样边缘因弯曲而引起的等倾（等 S）弯曲消光条纹。从衍射谱可看出左右两侧弯曲方向相反，右侧向[111]方向倾斜，左侧向 $\bar{[111]}$ 方向倾斜。



照片 30 Nimonic 超合金中的 γ/γ' 基体共格应变衬度

γ' 粒子尺寸的不均匀，说明它们析出于时效的不同阶段，大尺寸者是早期析出的。 γ/γ' 基体应变是合金基体强化的主要机制之一。



照片 31 18-8Cr-Ni 不锈钢中的亚晶微结构

- (1) 亚晶界 PP' 两侧的位错，分别发源于非共格界面 PP_2 和 PP_3 ，终止于 PP' 。
- (2) S 、 Q 处可见到位错与亚晶的交互作用。
- (3) 左亚晶下方 A 处(111)面上的亚晶位错列阻止于 P' 处，并在右侧亚晶 B 处引发新的扩展位错。

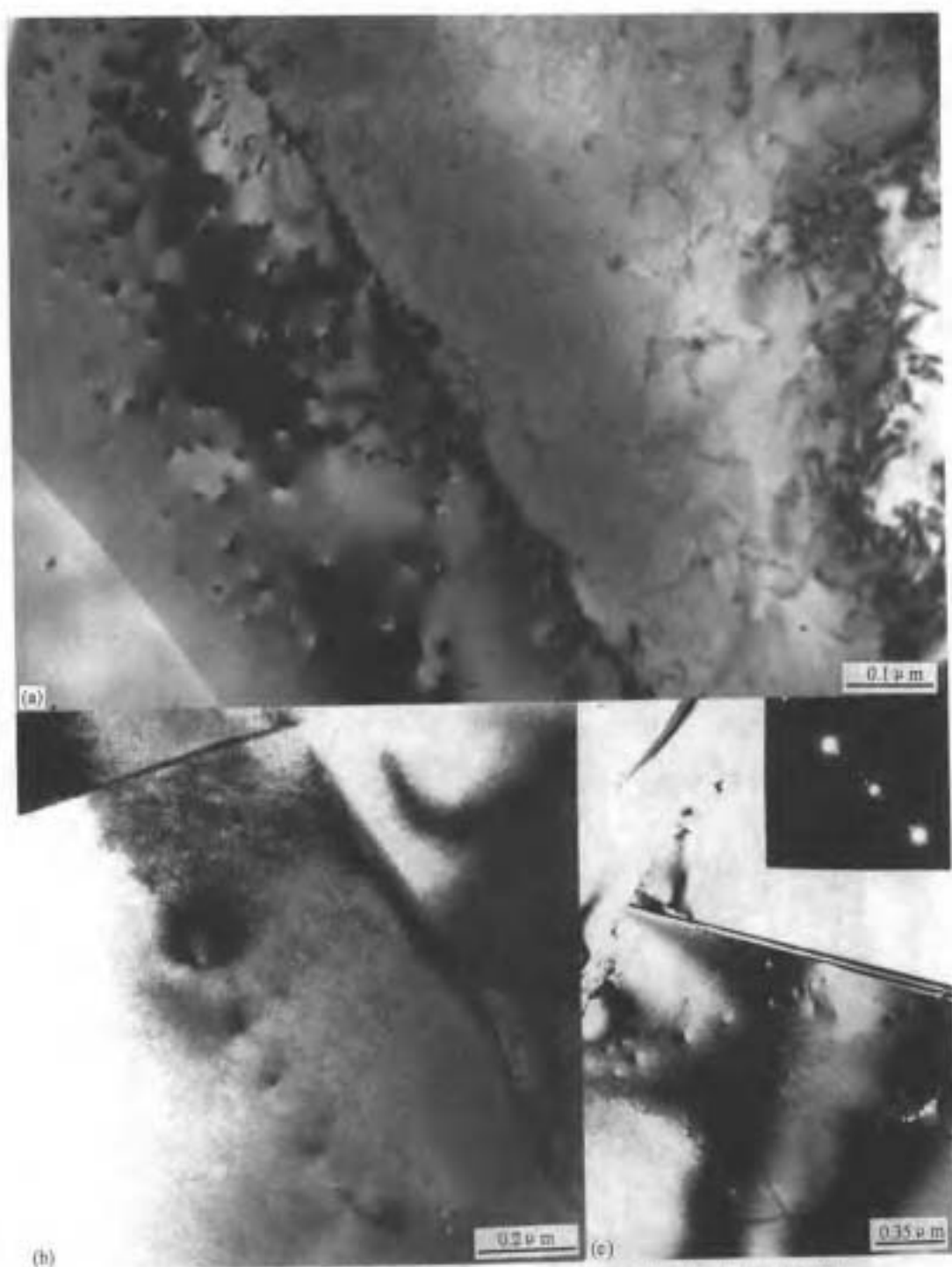


照片 32 超高强度钢 30CrMnSiA 中的蠕变位错结构
照片上可看到位错割阶 (274) 和攀移留下的印迹 (275)。



照片 33 不锈钢中孪晶界及孪晶内的位错组态 (1150℃, 1.5h 固溶后 2.0% 拉伸形变)

(1) 可以看到多滑移系统位错被开动。(2) 孪晶界面“D”处, 从两个方向(箭头所示)发生位错扩展。晶内亦因形变诱发出大量位错扩展。这是低层错能金属的特点。



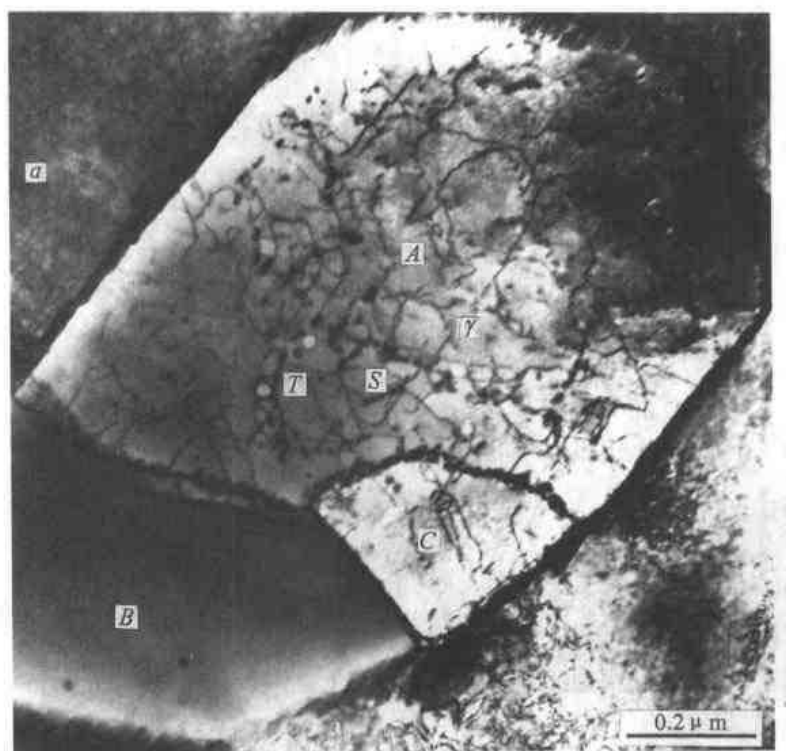
照片 34 垂直位错露头 End-on 衍射像 (电子束方向均近似平行位错线方向)

(a) Nimonic 中的 End-on 位错。

(b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 复合材料中基体 Al_2O_3 中的 End-on 位错。

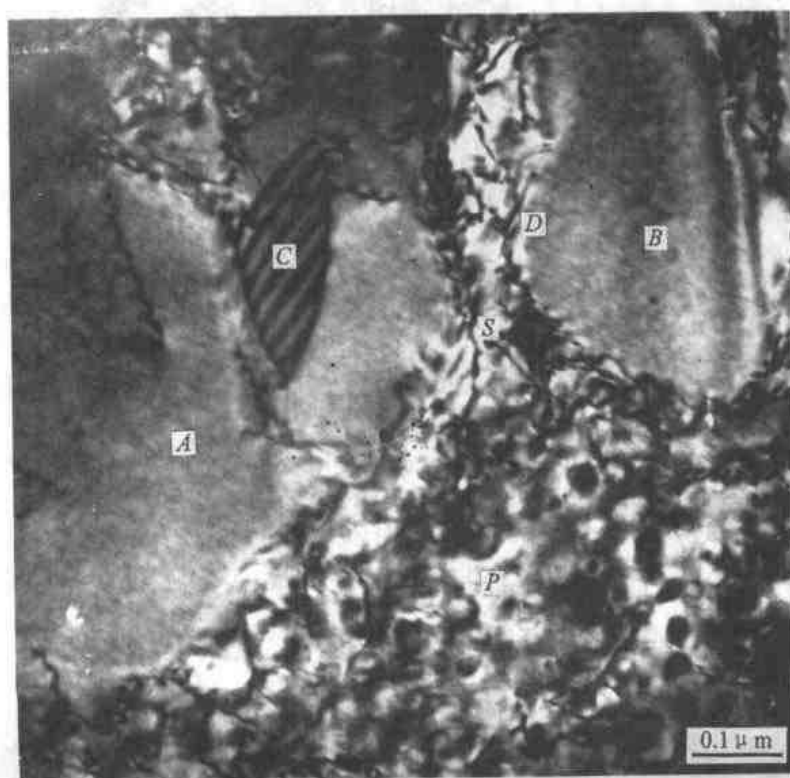
(c) Ti-6Al-4V 中的 End-on 位错。

显示特征的螺旋型黑白衬度，露头处衬度反映表层下一定深度范围内晶体畸变的应力状态。(a)、(c)为刃位错 (黑白对比强烈)，(b)为螺位错。



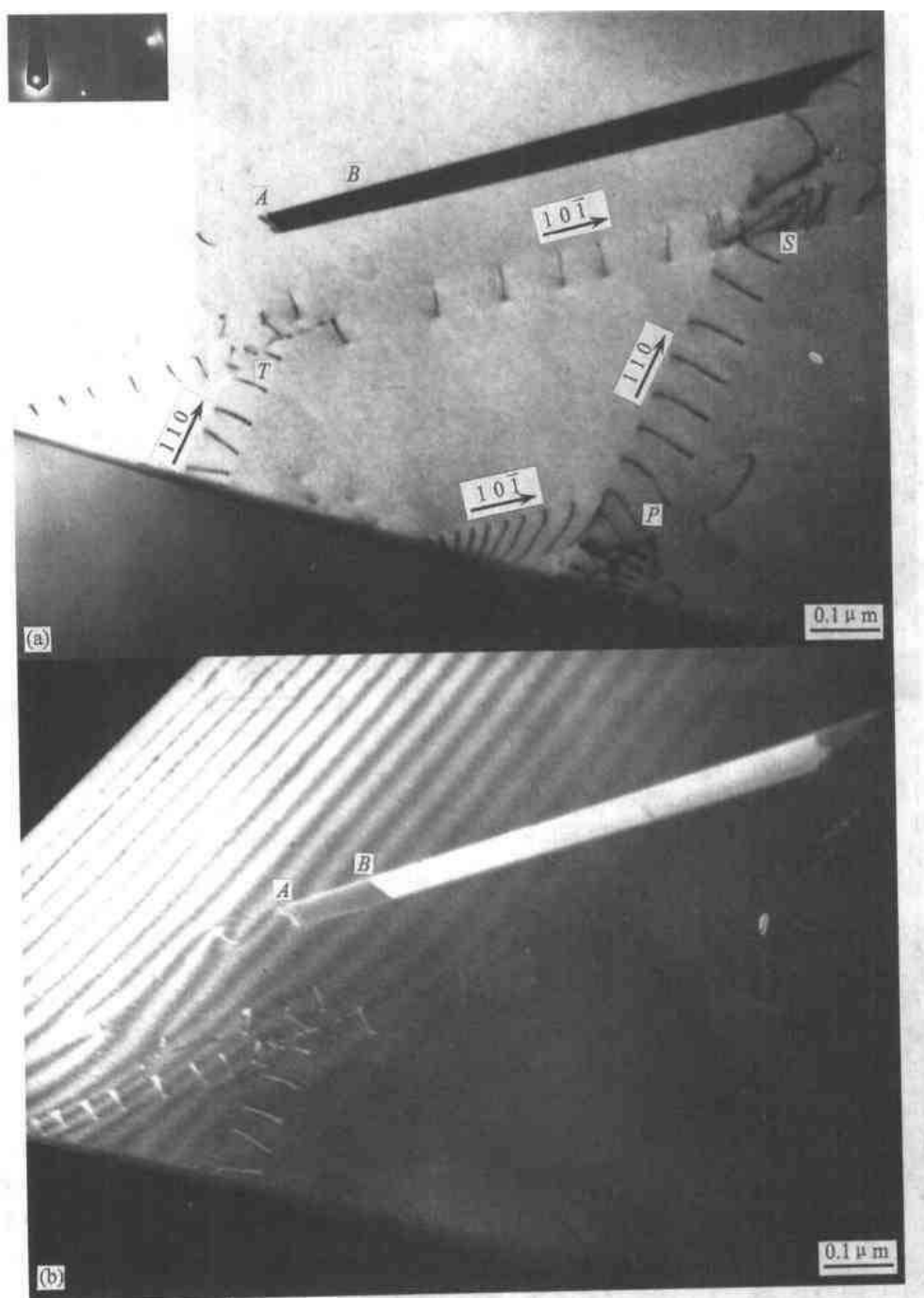
照片 35 双相不锈钢中 γ 岛的位错组态 (1150℃, 2h; 800℃, 1.5h)

- (1) γ 岛内又分为三个亚晶粒, A/B 位向差角 13° ; A/C 4° ; B/C 14° 。
- (2) 大量析出相在位错线上形核。T、S 处成串珠状。
- (3) A/B 和 A/C 亚晶界也是析出相的优先形核地点。
- (4) 亚晶界处均富集大量析出点。



照片 36 Nimonic 耐热合金大 γ' 颗粒中的位错与位错分解

- (1) 超大尺寸 γ' 周围分布着极小尺寸的 γ' 颗粒 (P 处)。
- (2) A、B γ' 颗粒周围出现由应变引起的位错 (D、S)。
- (3) A 颗粒内 C 处出现全位错的分解。



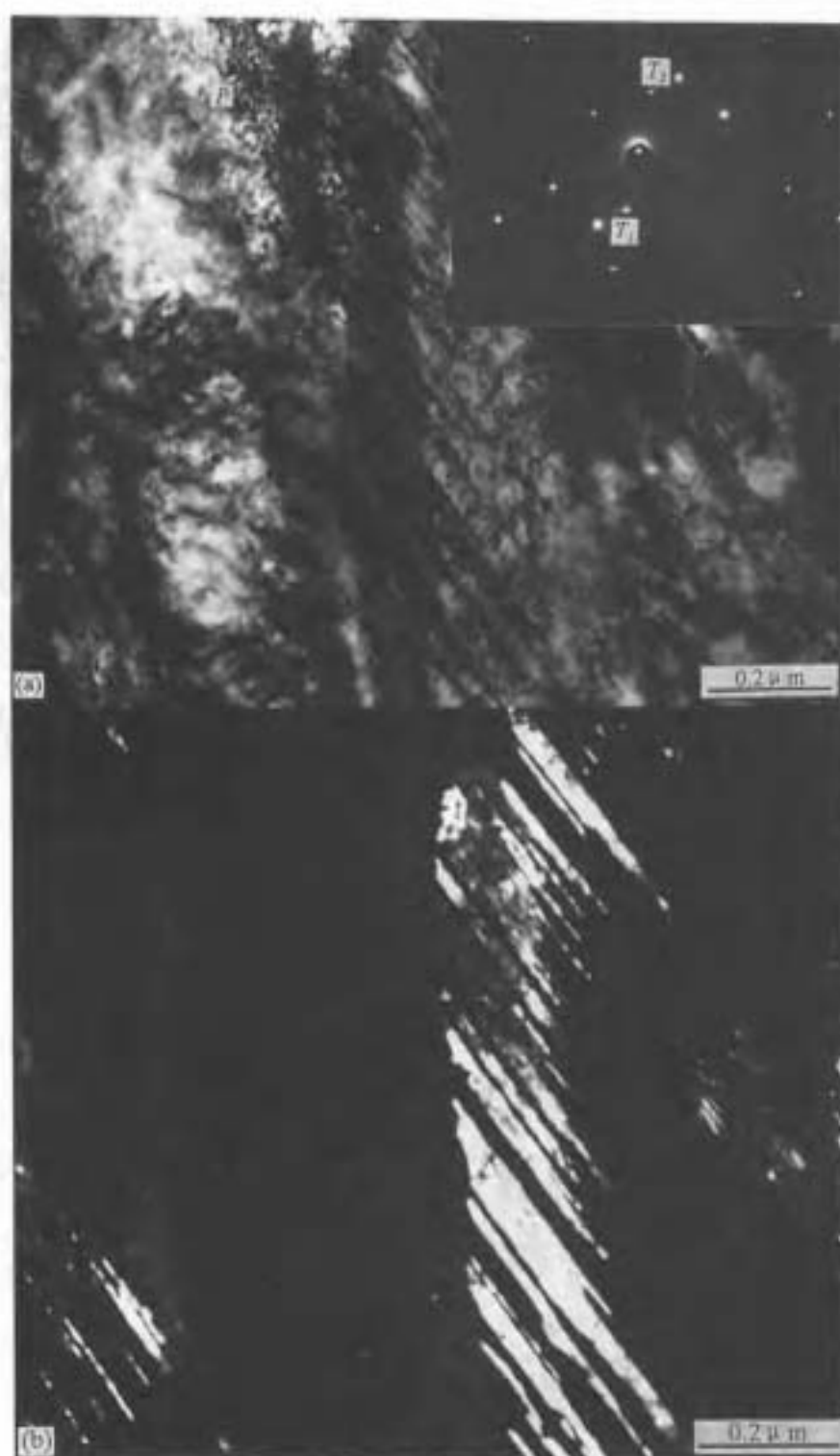
照片 37 Ni 基高温合金中的典型扩展位错

(a)BF (b)DF

(1)从试样边缘厚度条纹甚多且异常清晰,可知处于较准确动力学条件。

(2)(111)[110]和(111)[101]两个滑移系统被开动。在“P”处,(111),(111)相交处,位错运动受阻;在“T”处则在交汇处发生了简单的位错反应,在原有的(111)面上改向运动;在“S”处两组平面运动位错列交互作用,原有的位错运动方向有了较大改变。

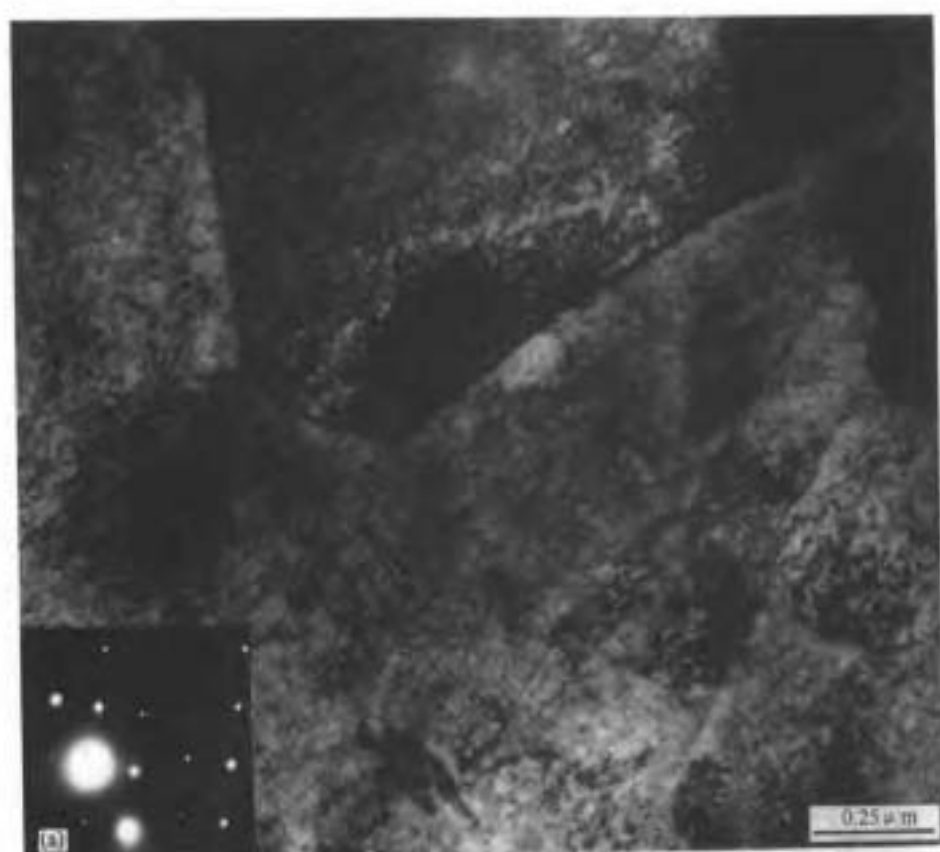
(3)比较BF和DF像衬,上一(111)面上的层错向右运动了AB段,这种运动是从BF → DF 模式转换操作的极短时间内完成的。



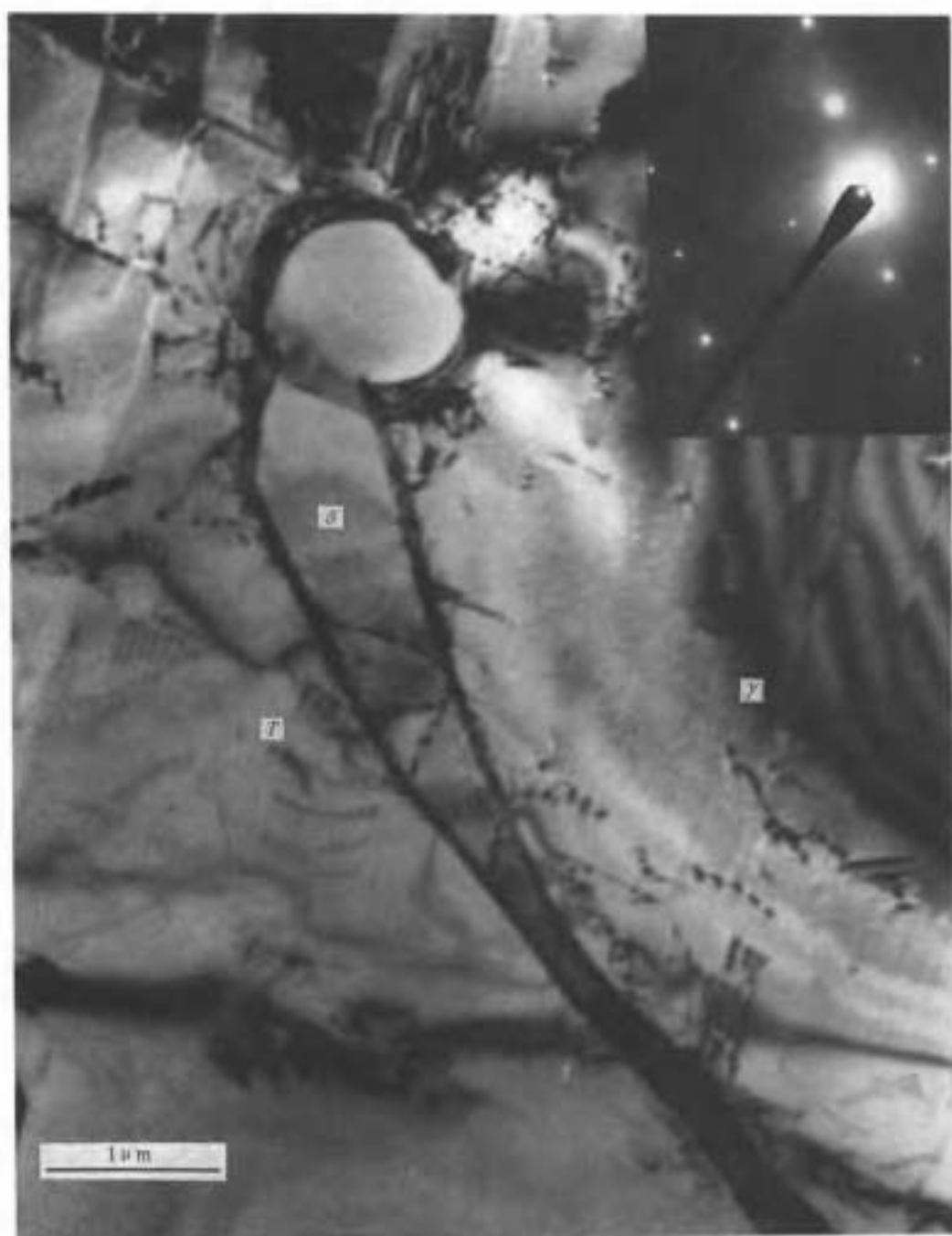
照片 38 普通结构钢中的孪晶马氏体

(a)BF (b)DF

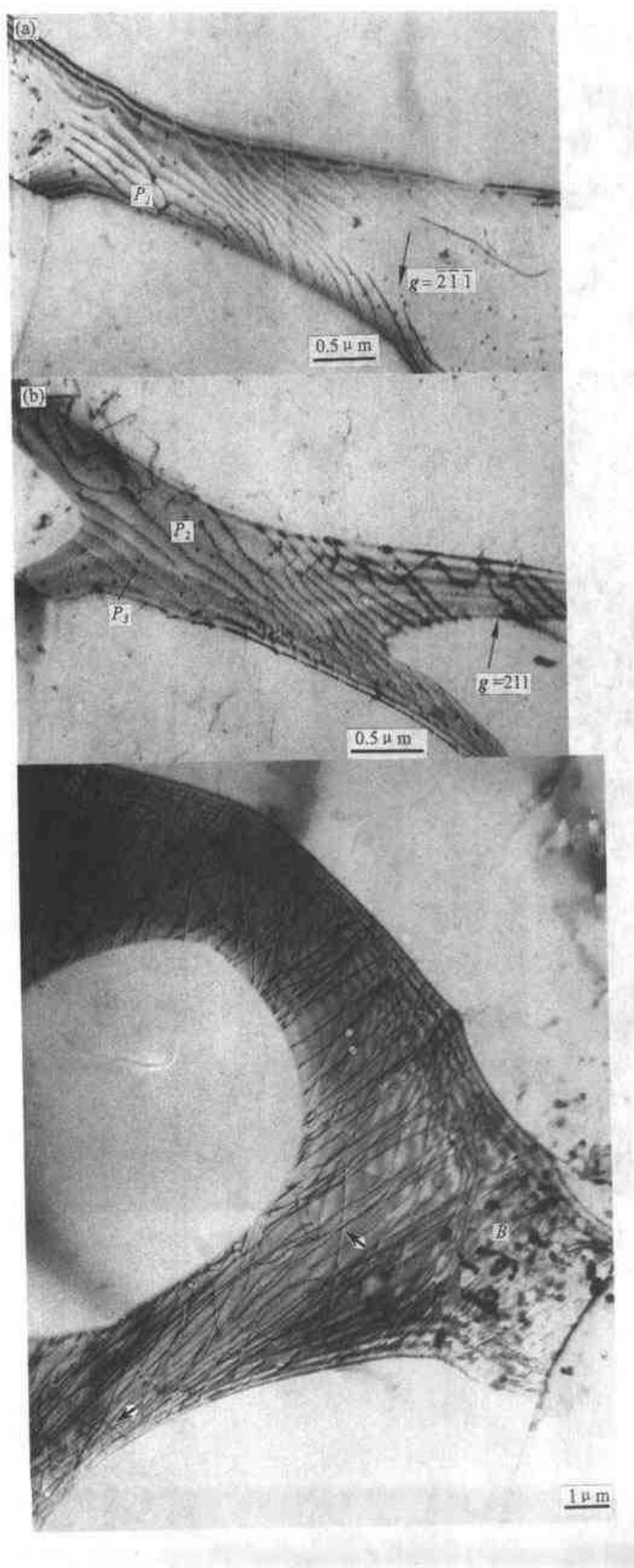
- (1) 从(a)右上角衍射谱上明显可见孪晶斑点“ T_1 ”、“ T_2 ”。(b)图为 T_1 的中心暗场像。
 (2) (a)中“P”处，在孪晶马氏体周围有高密度位错区。



照片 39 18Ni 马氏体时效钢的微观结构
 (a) $840^{\circ}\text{C} \times 30' + 480^{\circ}\text{C} \times 20' + 520^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ 。
 (b) $840^{\circ}\text{C} \times 30'$ 炉冷，典型的位错板条马氏体。
 (a) 图可见高位错密度和弥散析出相 Ni_3Mo 。



照片40 含Si 18-8不锈钢焊丝自动焊后焊缝的显微结构
位错和孪晶主要集中在 δ - γ 界面处。一些位错从界面出发向 γ 扩展(T)。



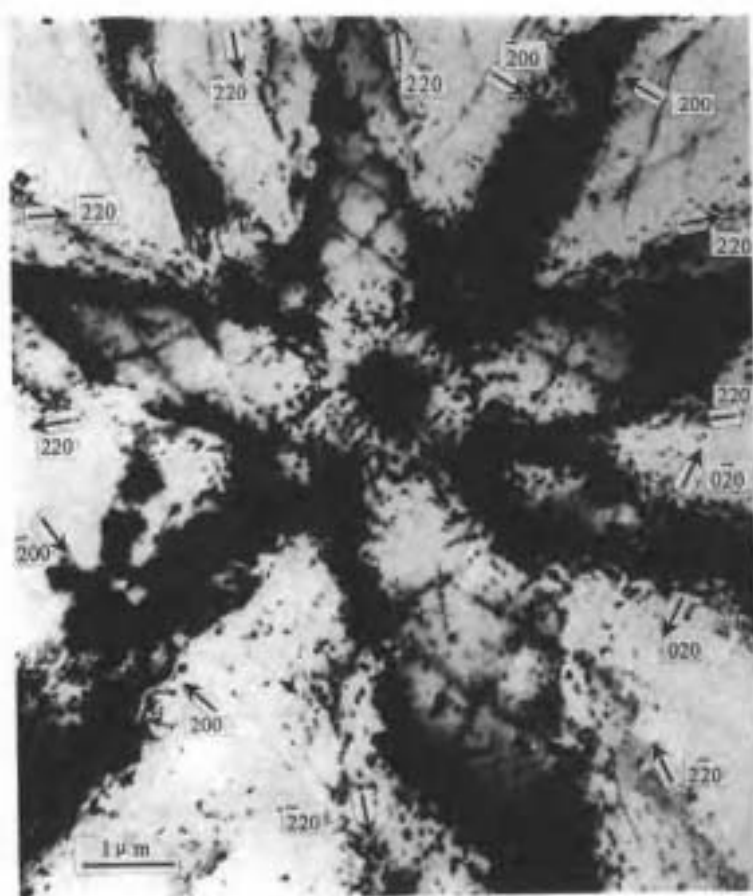
照片41 0.2C-0.05Nb钢中的
界面位错

显示在大角度晶界处的晶界位错, 钢经880℃ 0.5h正火。绕接近[110]轴旋转40°, 形成此晶界。晶界即是位错的滑移面, 可看到晶界位错与界面沉淀质点的交互作用。(a)(b)图操作反射相反。注意二者衬度差别。图中 P_1 、 P_2 等处位错被沉淀质点所钉扎, 有利于阻碍界面的滑动, 强化晶界。

照片42 W中的晶界位错

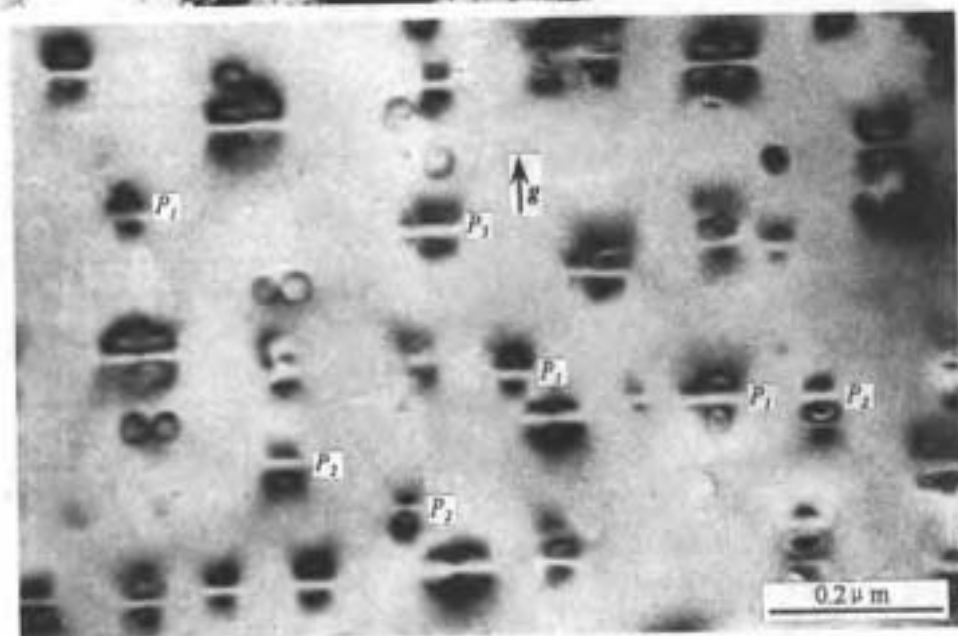
(试样在500℃下经0.95%应变, 电子束方向 $B \parallel [123]$, 近似垂直于膜面。)

“B”区可看到杂质在界面处沉积。界面作为滑移面, 呈现出清晰的位错反应, 如箭头所示。



照片44 [101]多束图

由于膜的弯曲,各处 g 不同。如图中箭头所示,可看到这些 g 方向均垂直该区域沉淀相的“零衬度线”方向。



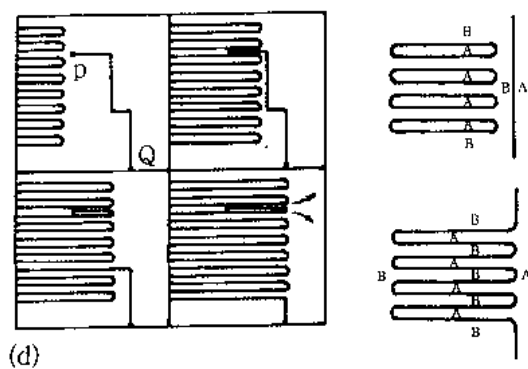
照片45 奥氏体不锈钢中的共格应变含铜沉淀相

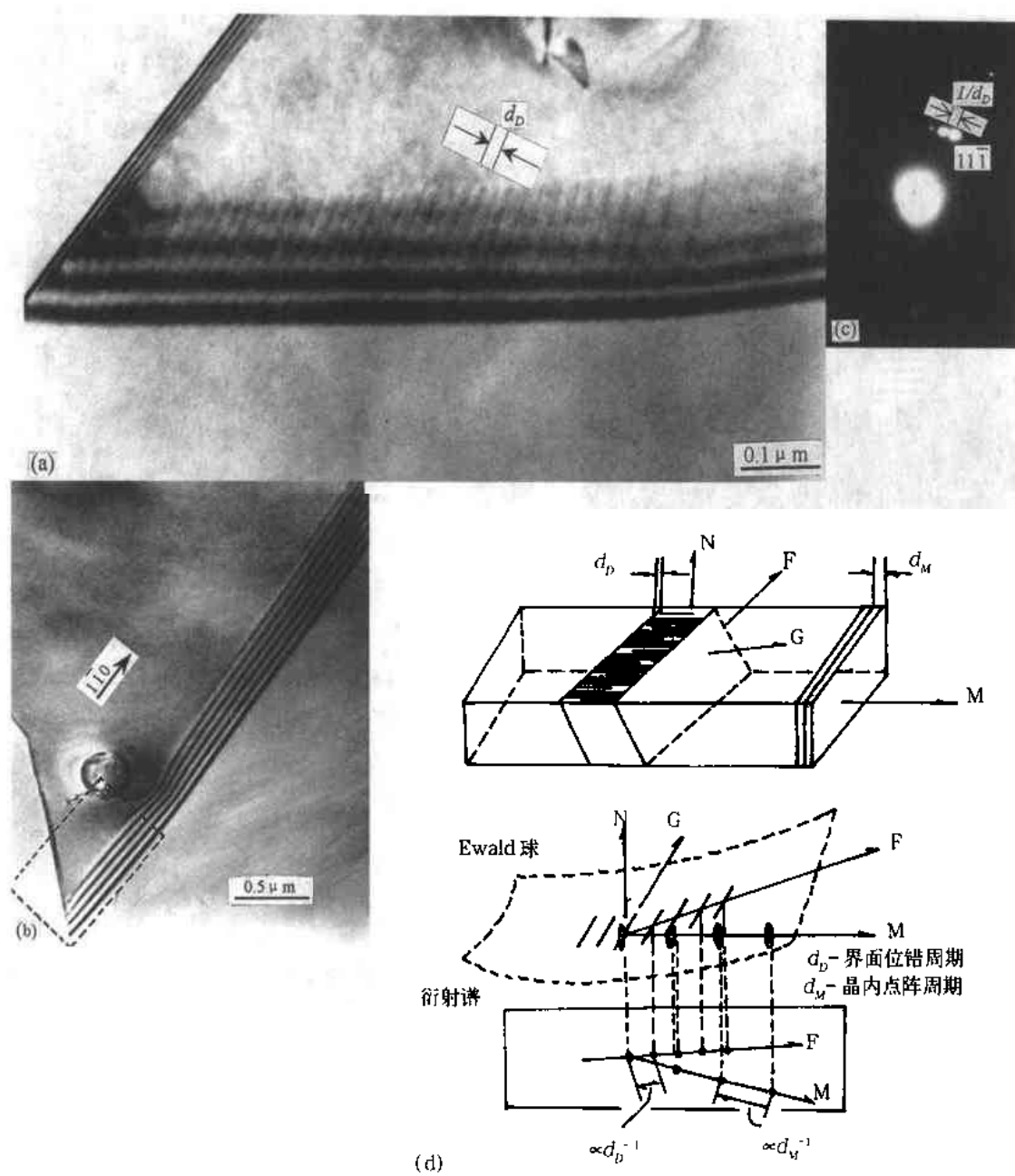
- (1) 膜厚均匀,基本无弯曲。故“零衬度线”均垂直于同一 g 。
- (2) 有些蝶型衬度两翼不对称,说明这些质点分布于试样不同深度处。
 P_1 在靠近上表面处, P_2 在靠近下表面处, P_3 在试样中央。



照片 46 合金中反相畴界(APB)
的衬度特征

- (a) CuAu 合金, 局部转变为 CuAu II, APB 可见。
 (b) Cu₃Au 中的 APB。
 (c) (001)取向的 CuAu II APB, 由于衍射条件不同, (a) 和 (c) 特征不同, (c) 为 HREM 像。
 (d) APB 形成示意图。



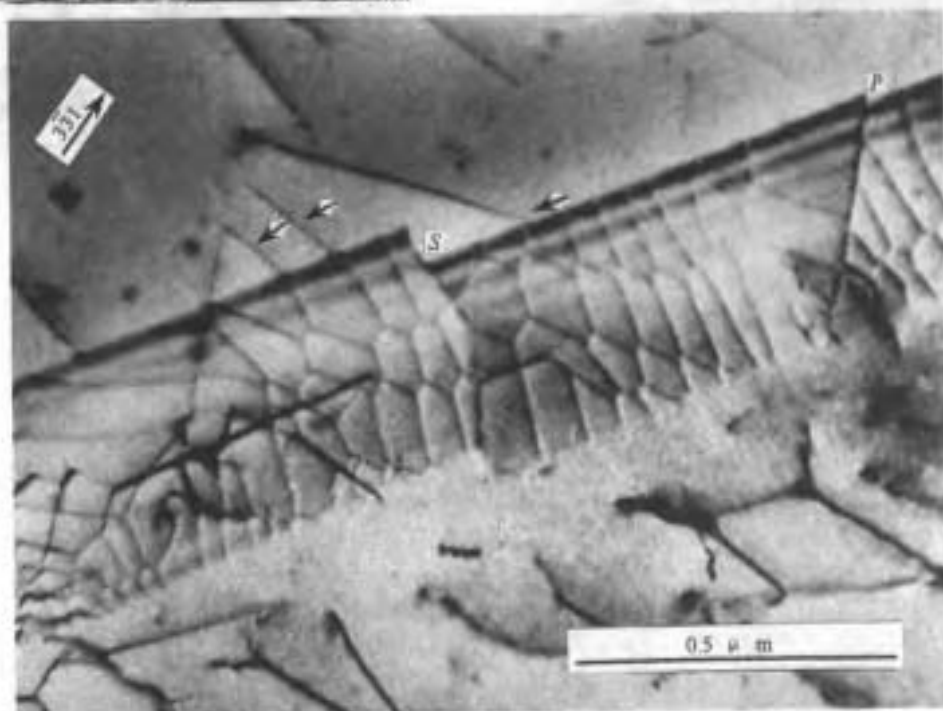


照片 47 不锈钢晶界结构周期性及其衍射

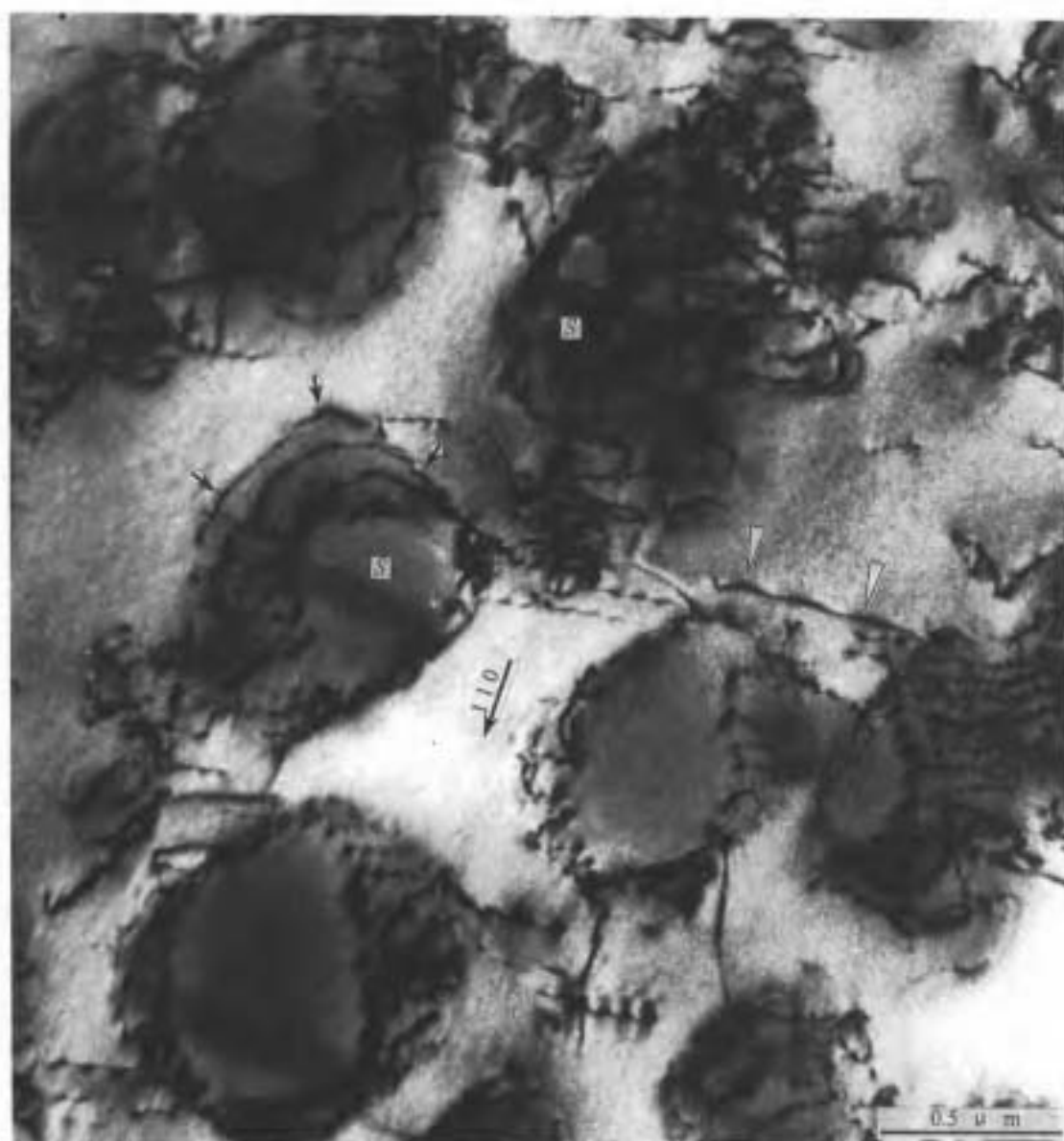
- (a) 图(b)前端方框范围的放大衍衬像。晶界结构显示由位错列组成的周期性，位错间距为 d_D 。
 (c) (b)界面的 SAD 谱，在上反射 (111) 处，垂直于位错方向，出现间距为 $1/d_D$ 的晶界斑点列。
 (d) 晶界结构周期性的正、倒空间关系。



照片48 $[111]$ 取向的Pd/Au
薄膜重叠形成的波纹图
图中圆圈和箭头处显示出
刃位错。

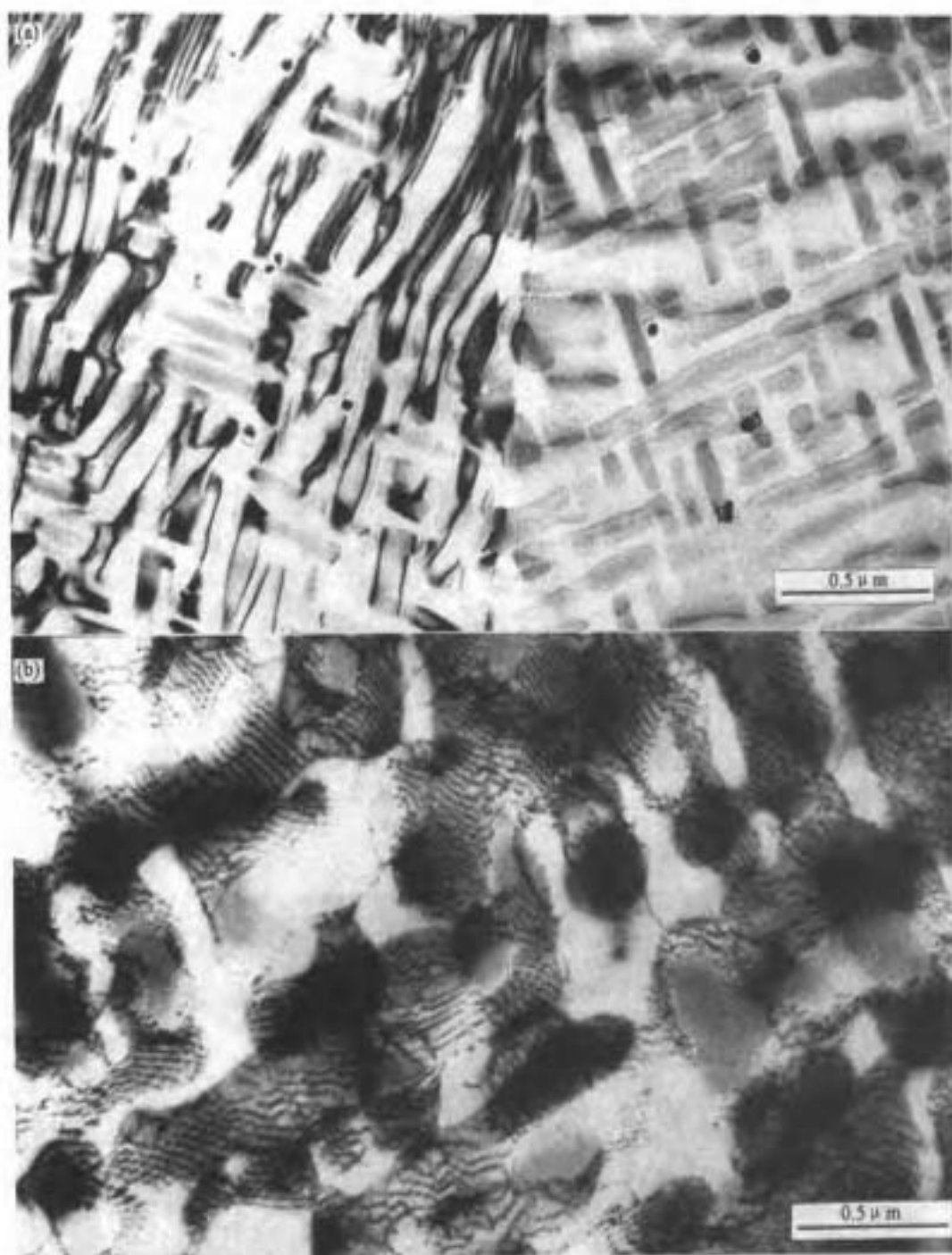


照片49 黄铜中共格子晶界处的位错网络
(1) 箭头处晶内位错延伸进入晶界并形成网络。
(2) S、P处的晶界台阶的形成是位错列反应积累的结果。



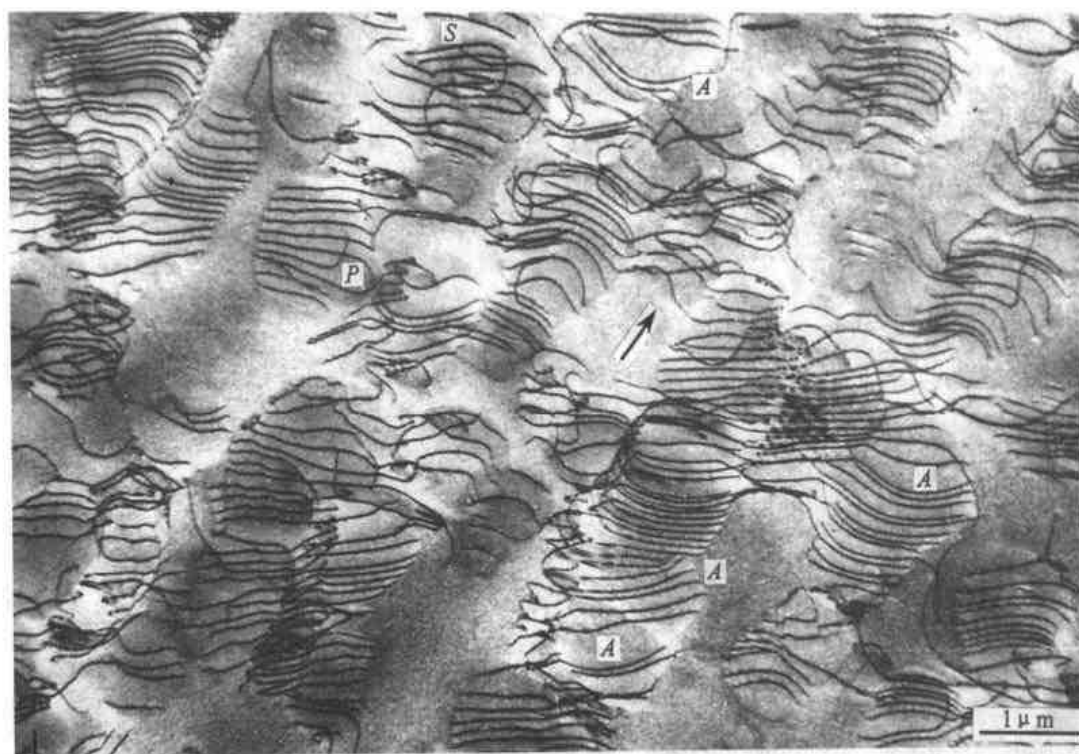
照片 50 GH698Ni 基高温合金中的 γ' 及其 γ'/γ 界面处的应变场位错

γ' 已经脱落，此处看到的是界面处应变场位错和 γ' 下的 γ 基体。注意“S”处的扩展位错受阻于界面，多处还可见合金在形变下，在 γ 基体中产生大量位错，它们沿 $[110]$ 方向运动（如“ $\Rightarrow$ ”所示）过程中，与 γ' 的交互作用位错弯曲包围 γ' 颗粒（如“ $\rightarrow$ ”所示）。



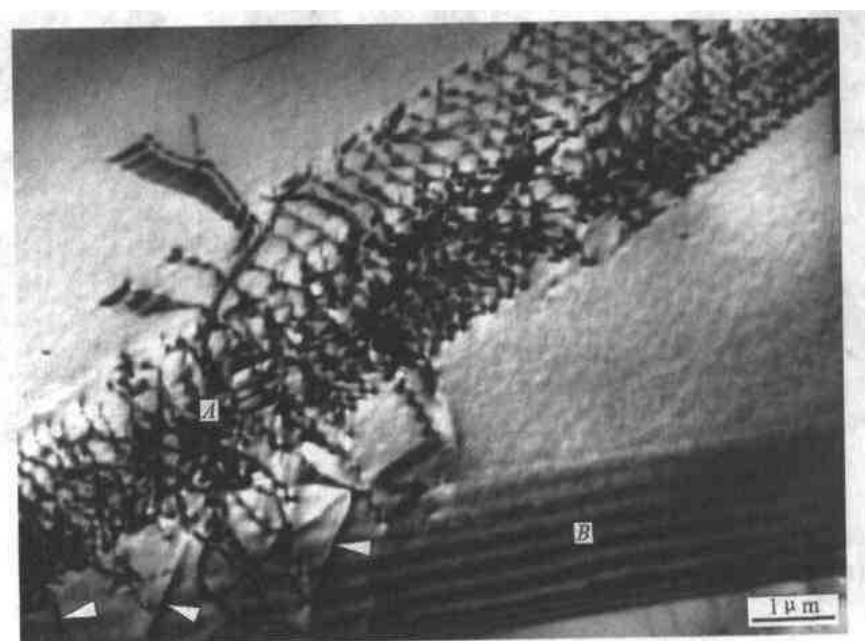
照片 51 Cu-Ni-Fe 合金的 Spinodal 分解产物
(Cu-20wt%Ni-20wt%Fe 合金)

- (a) 1100℃ 淬火后在 900℃ 时效 1h, 晶内出现 Fe 富 Ni 相, 晶界处未观察到析出相。
(b) 经 900℃, 42h 时效后, Fe-Ni 相粗化, 且在界面处看到大量界面位错。



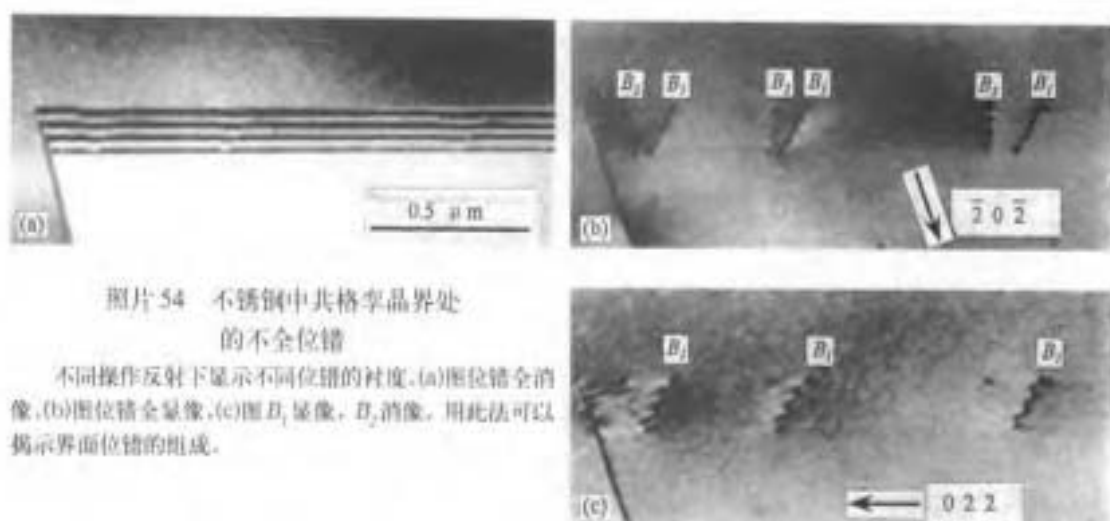
照片 52 Ni 基高温合金经高温蠕变后呈现的位错组态

试样经高温蠕变。位错在 γ'/γ 界面的 γ 一侧发生了强烈反应。除了大量的普通位错外，还可看到成对的超位错，如 A 处。这两类位错勾画出 γ' 相的轮廓。注意到位错线沿沉淀相边缘整齐地突然中断，可以设想它们是蠕变过程中大量运动位错沿确定方向（箭头所示）环绕 γ' 质点而形成的。在 P、S 等处仍然可以看到半个环的衬度。



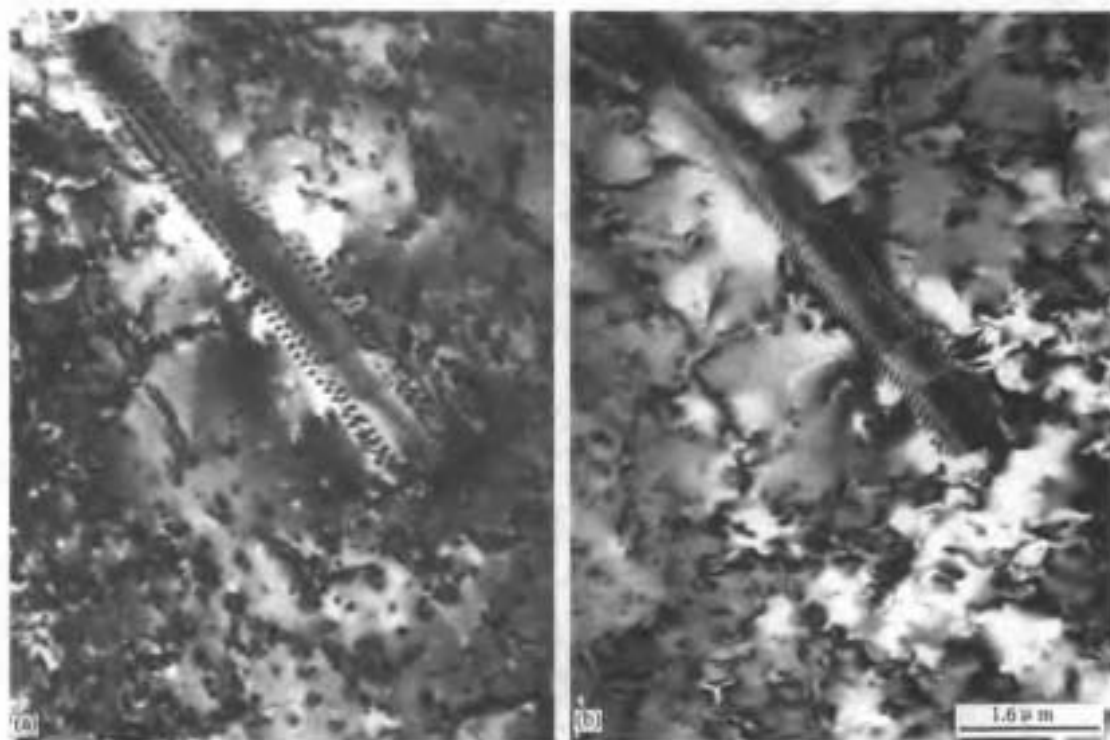
照片 53 7.0%Al-Ni 合金中的扭转晶界和大角晶界

- (1) “A” 为扭转晶界，“B” 为大角晶界。
- (2) 箭头所指为界面位错。



照片 54 不锈钢中共格孪晶界处的不全位错

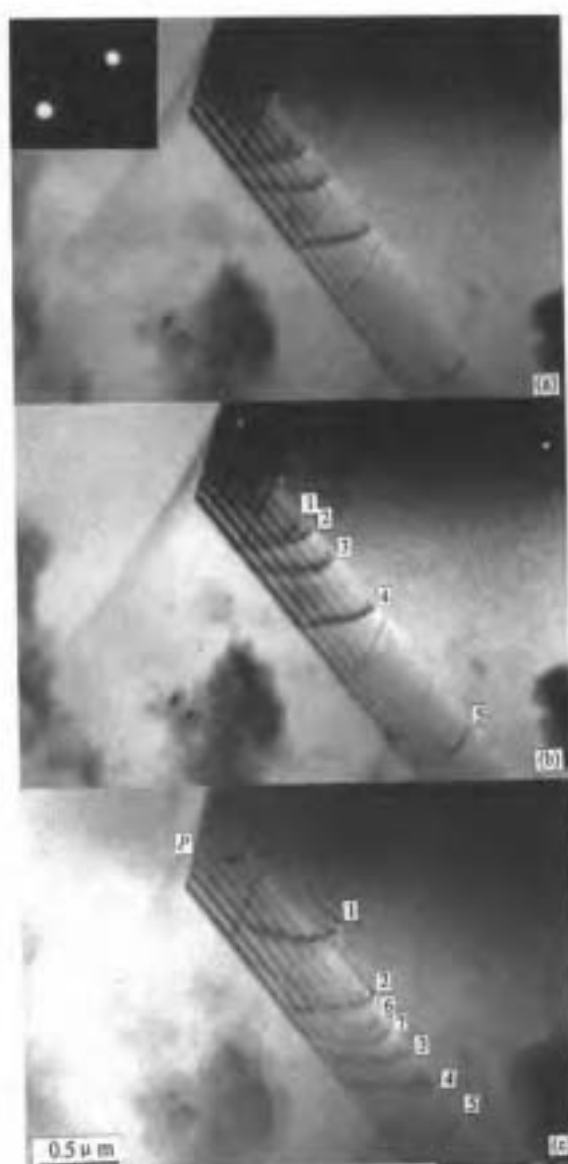
不同操作反射下显示不同位错的衬度。(a)图位错全消像,(b)图位错全显像,(c)图 B_1 显像, B_2 消像。用此法可以揭示界面位错的组成。



照片 55 GH36 合金中 $M_{23}C_6/\gamma$ 的界面结构

(a) $g = 1\bar{1}1$, 界面平行于电子束方向。

(b) $g = 3\bar{1}1$, 沿 $M_{23}C_6$ 长度方向界面的错配位错。

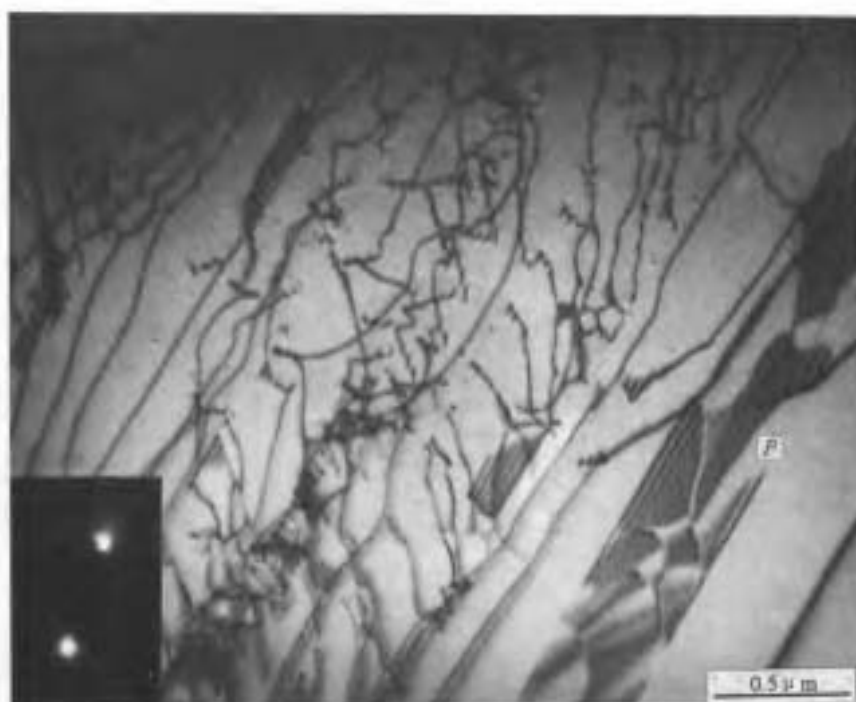


照片 56 不锈钢中非共格孪晶界沿共格孪晶界发射位错的动态观察

(a)→(b)位错位置变化不大;
(b)→(c)时间间隔约 1s, 观察到(b)中的 1、2 位错距离明显拉开成(c)中的位置, 3、4、5 迅速向前运动, 且彼此十分接近, 6、7 则是观察中突然快速由源头 P 发射过来的新位错。

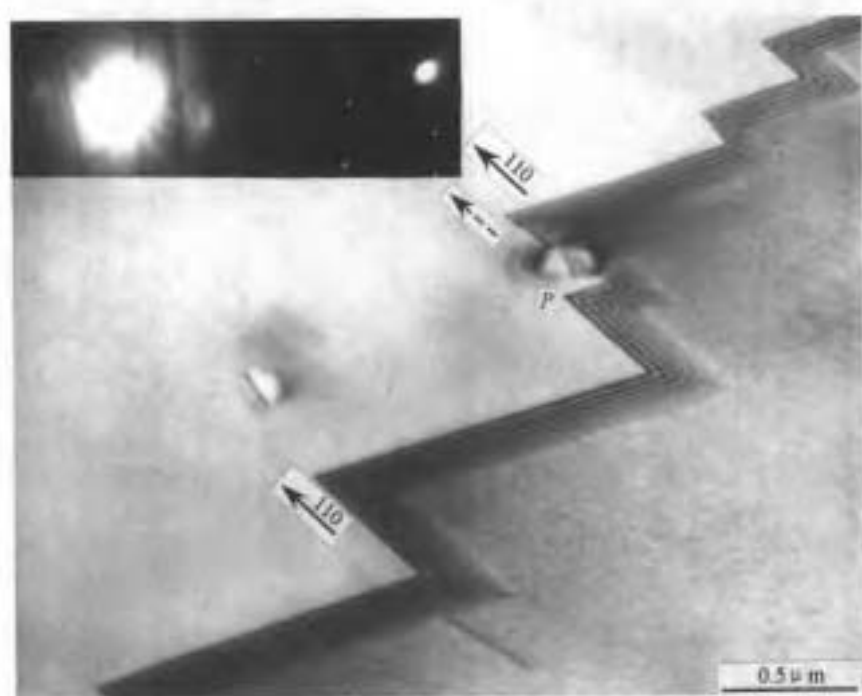
照片 57 钢中碳化物对位错的钉扎





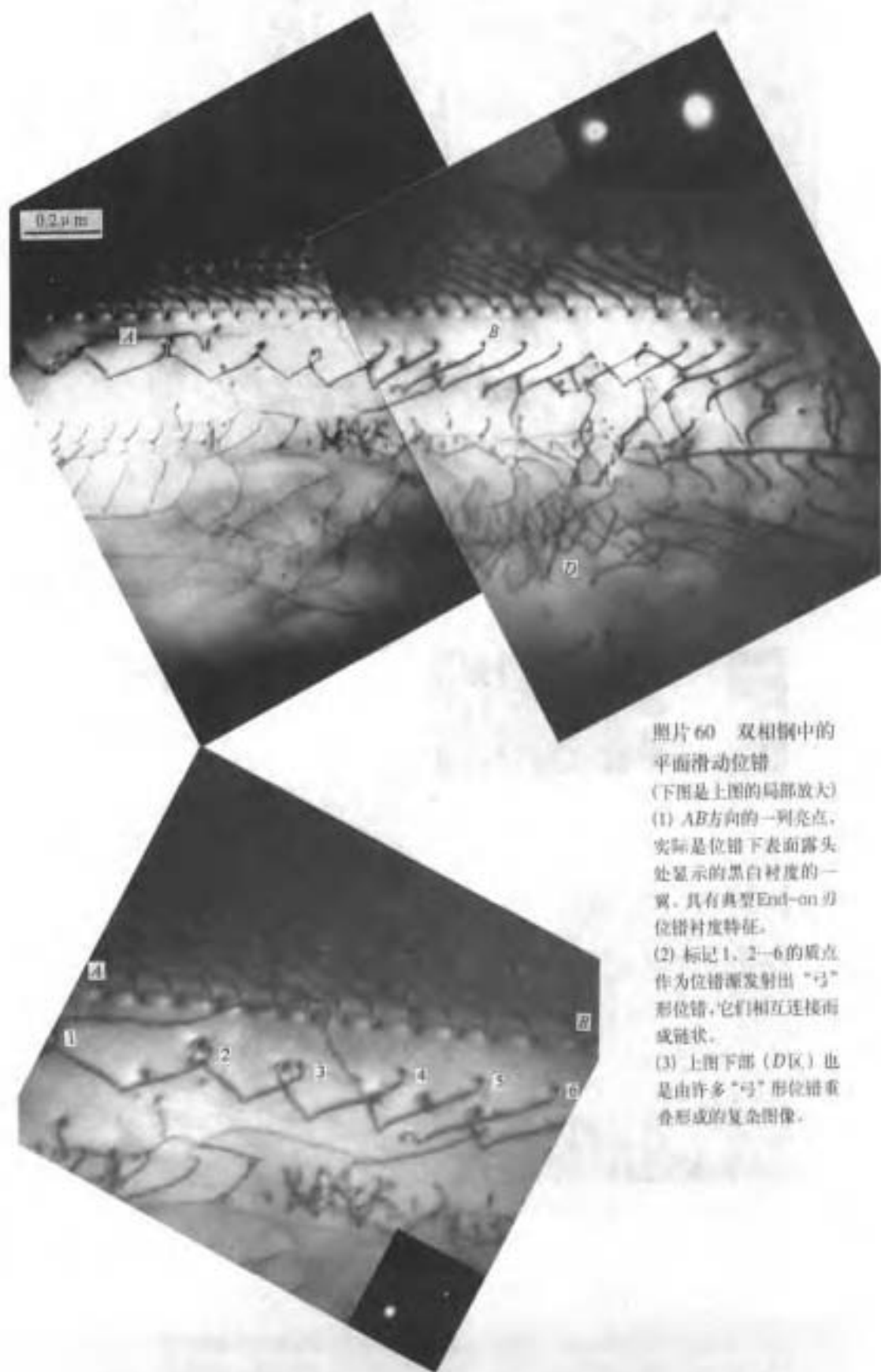
照片 58 不锈钢中的位错组态

P处的扩展位错是由位错网的组成位错经过扩展发展起来的。



照片 59 不锈钢中典型的曲折状晶界（低层错能合金中常见）

- (1) 衍射分析指出，台阶的高度方向总沿 $\langle 110 \rangle$ 。
- (2) 台阶处析出相(P)，影响台阶的生长方向（虚线箭头），偏离 $\langle 110 \rangle$ 约 $5 \sim 6^\circ$ 。



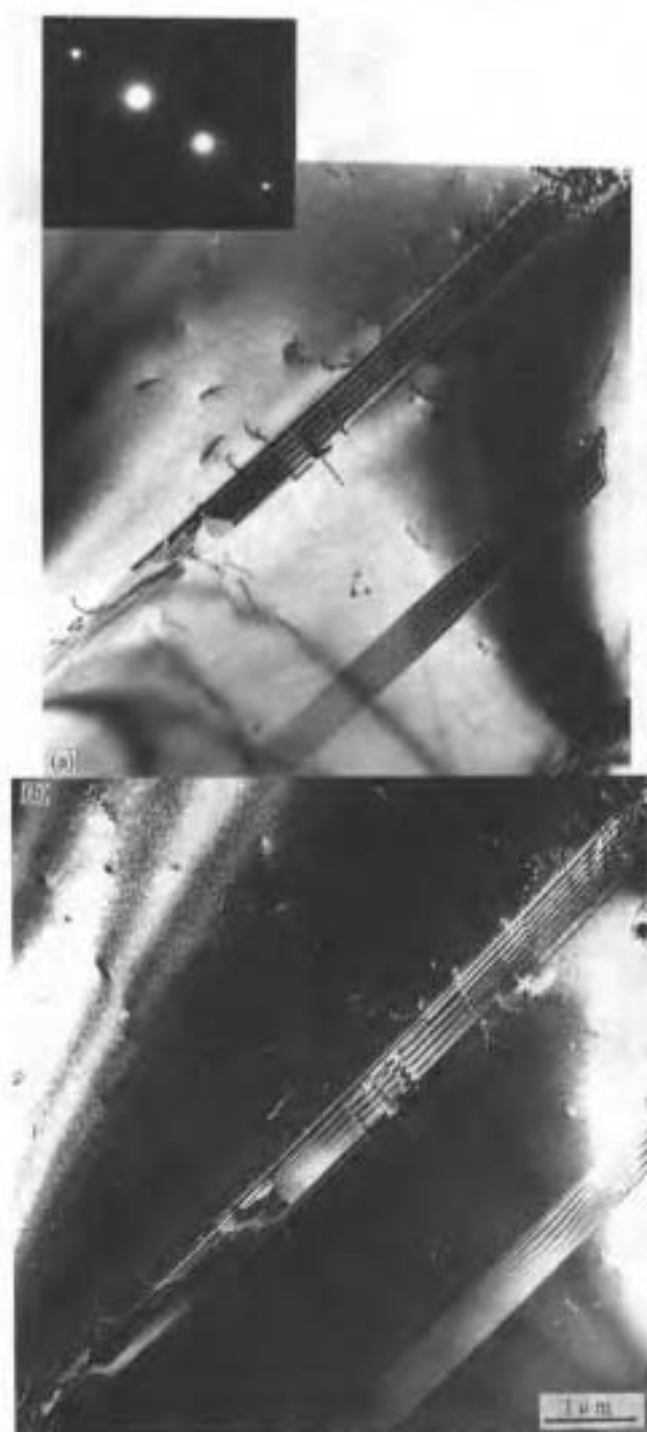
照片 60 双相钢中的
平面滑动位错

(下图是上图的局部放大)

(1) AB方向的一列亮点，
实际是位错下表面露头
处显示的黑白衬度的一
翼。具有典型End-on刃
位错衬度特征。

(2) 标记1、2-6的质点
作为位错源发射出“弓”
形位错，它们相互连接而
成链状。

(3) 上图下部(D区)也
是由许多“弓”形位错重
叠形成的复杂图像。



照片 61 Nimonic 高温合金 γ 基体
中的扩展位错

(a) BF

(b) 220/660 WBDF

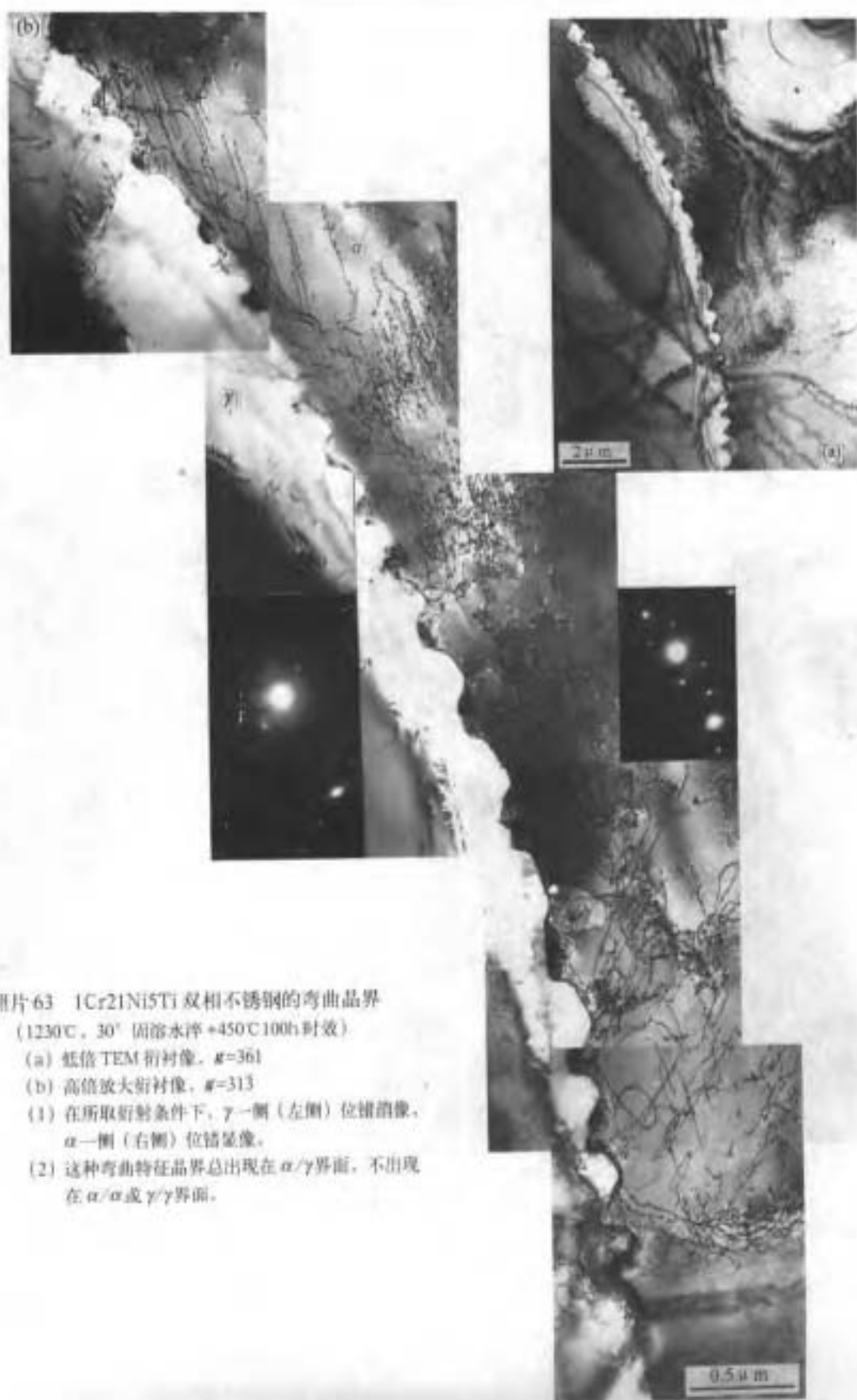
后者揭示出更多的细节。



照片 62 γ' 在高温合金
晶界均匀析出

(a)BF (b)DF

(b)图显示出多面衬度明锐的
等厚条纹, 成像处于动力学衍
射条件, 晶界处 γ' 优先析出。



照片63 1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢的弯曲晶界
(1230℃, 30' 固溶水淬+450℃100h 时效)

(a) 低倍TEM衍衬像, $g=361$

(b) 高倍放大衍衬像, $g=313$

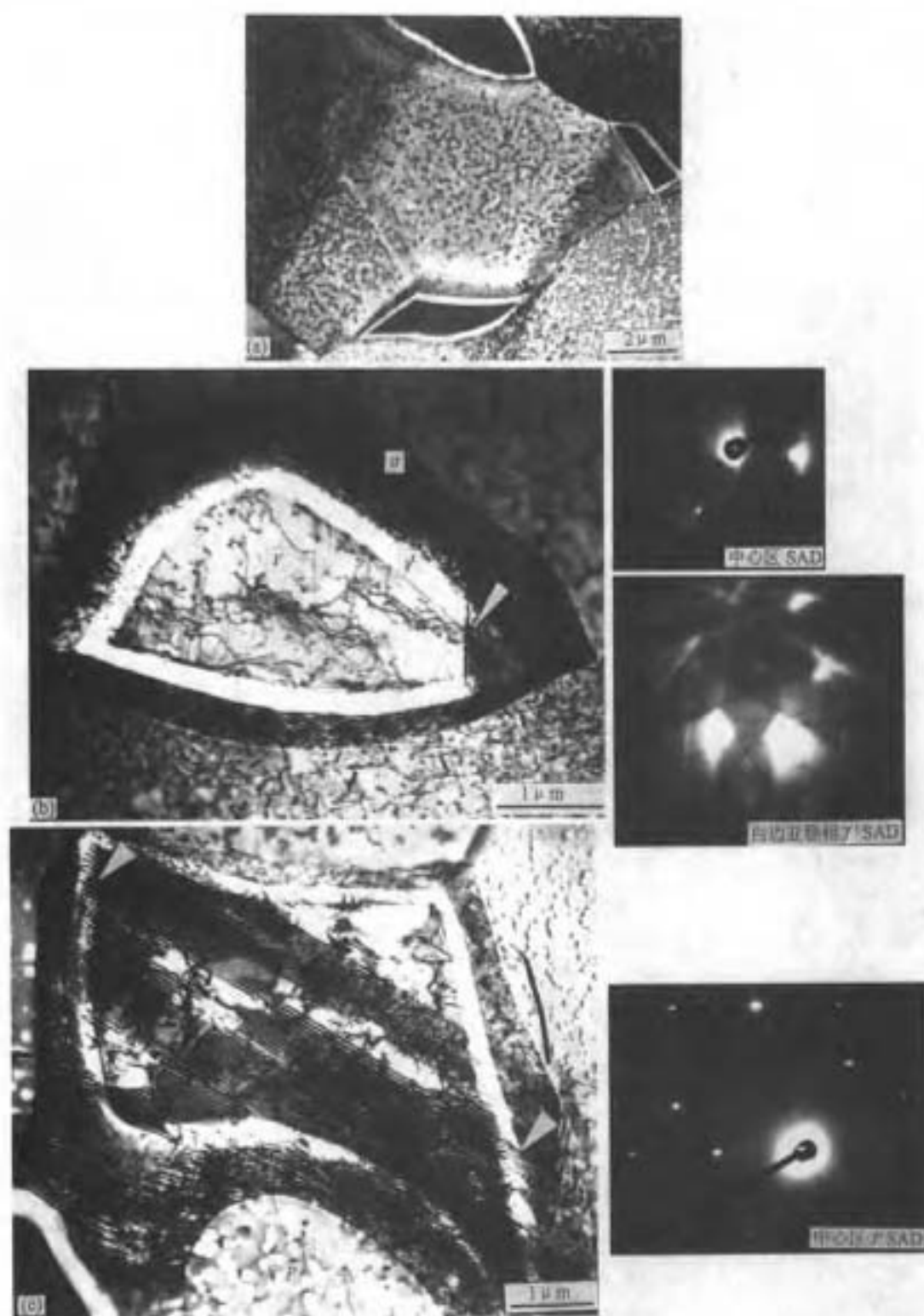
(1) 在所取衍射条件下, γ 一侧(左侧)位错消像,
 α 一侧(右侧)位错显像。

(2) 这种弯曲特征晶界总出现在 α/γ 界面, 不出现在
 α/α 或 γ/γ 界面。



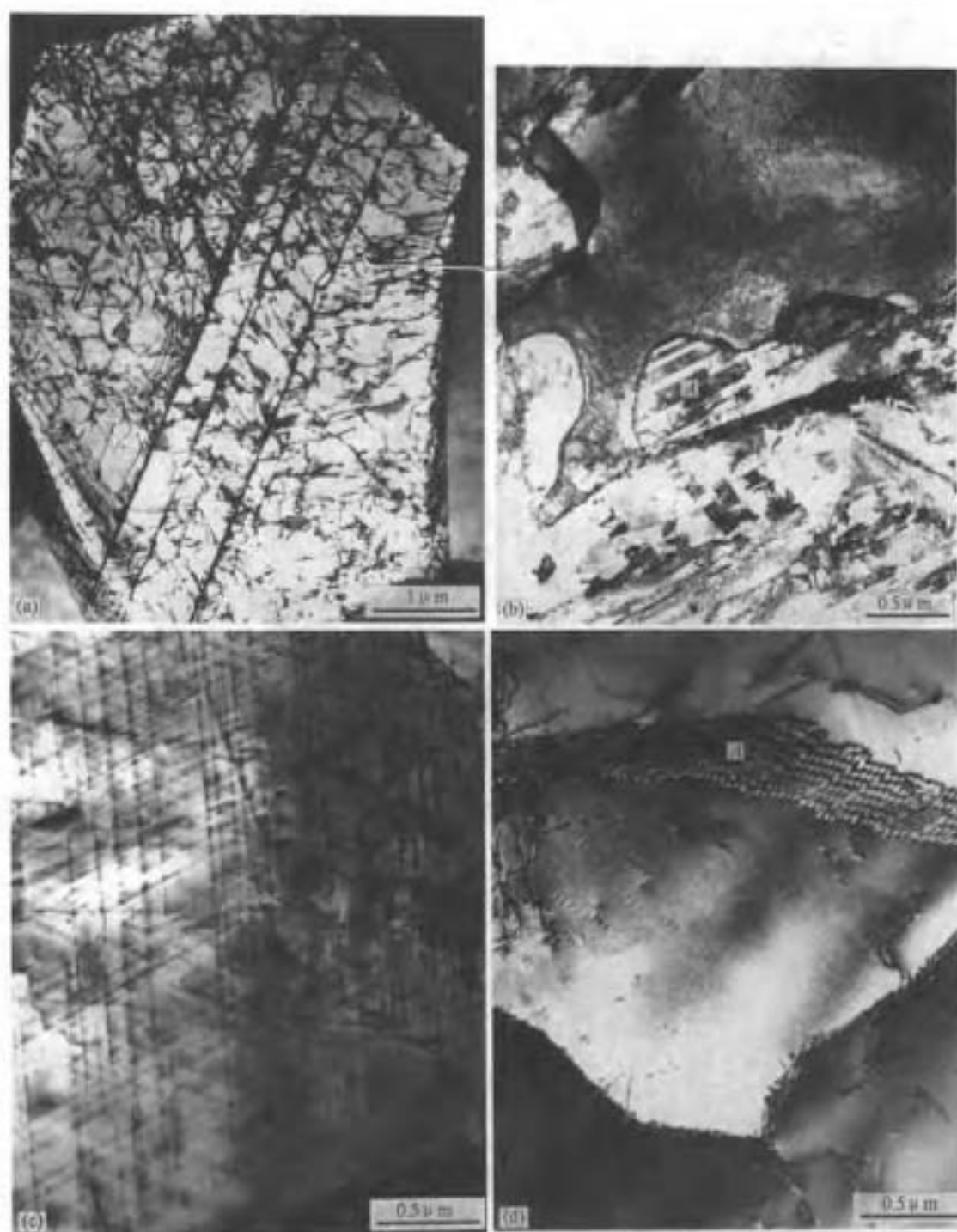
照片64 1Cr21Ni5Ti双相不锈钢中弯曲双相界面
γ一侧的位错组态

- (1) 位错组态特征: 平面滑移位错, 一些情况下位错扩展, 如A、B、C处。
- (2) 晶界也可能是发射位错的源头, 如(a)图上部B处和(b)图下部A处。



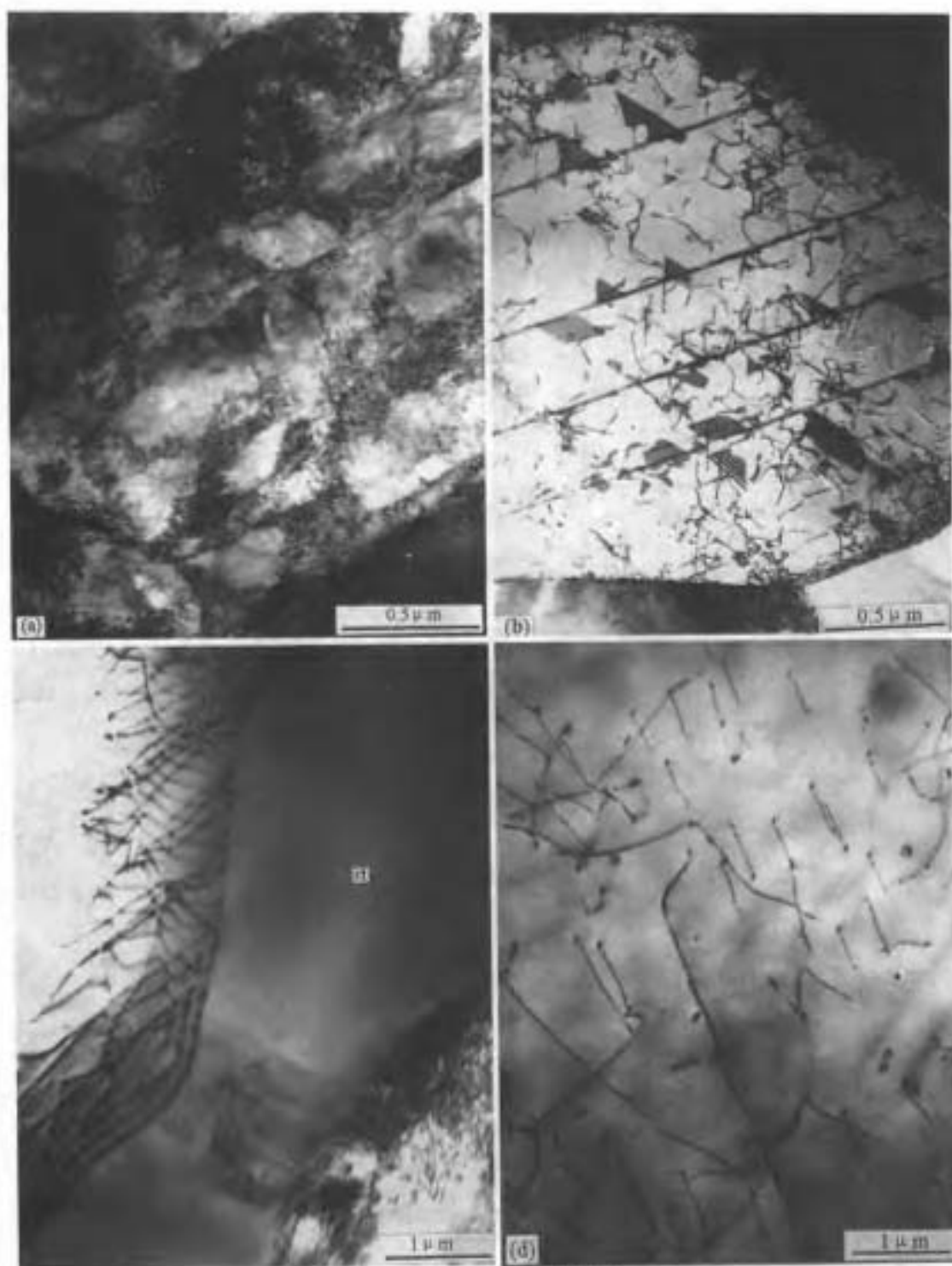
照片 65 1Cr21Ni5Ti 双相不锈钢中的亚稳相 γ'

从图(b)和(c)的箭头处以低倍衬度,看到 γ' 区更多显示 γ 相低层错能位错结构的特征。(b)和(c)图中, γ 中的位错扩展进入了 γ' 区时,层错条纹位相略有改变,但基本上仍为直线前进,反映出 γ 和 γ' 晶体结构的近似性。



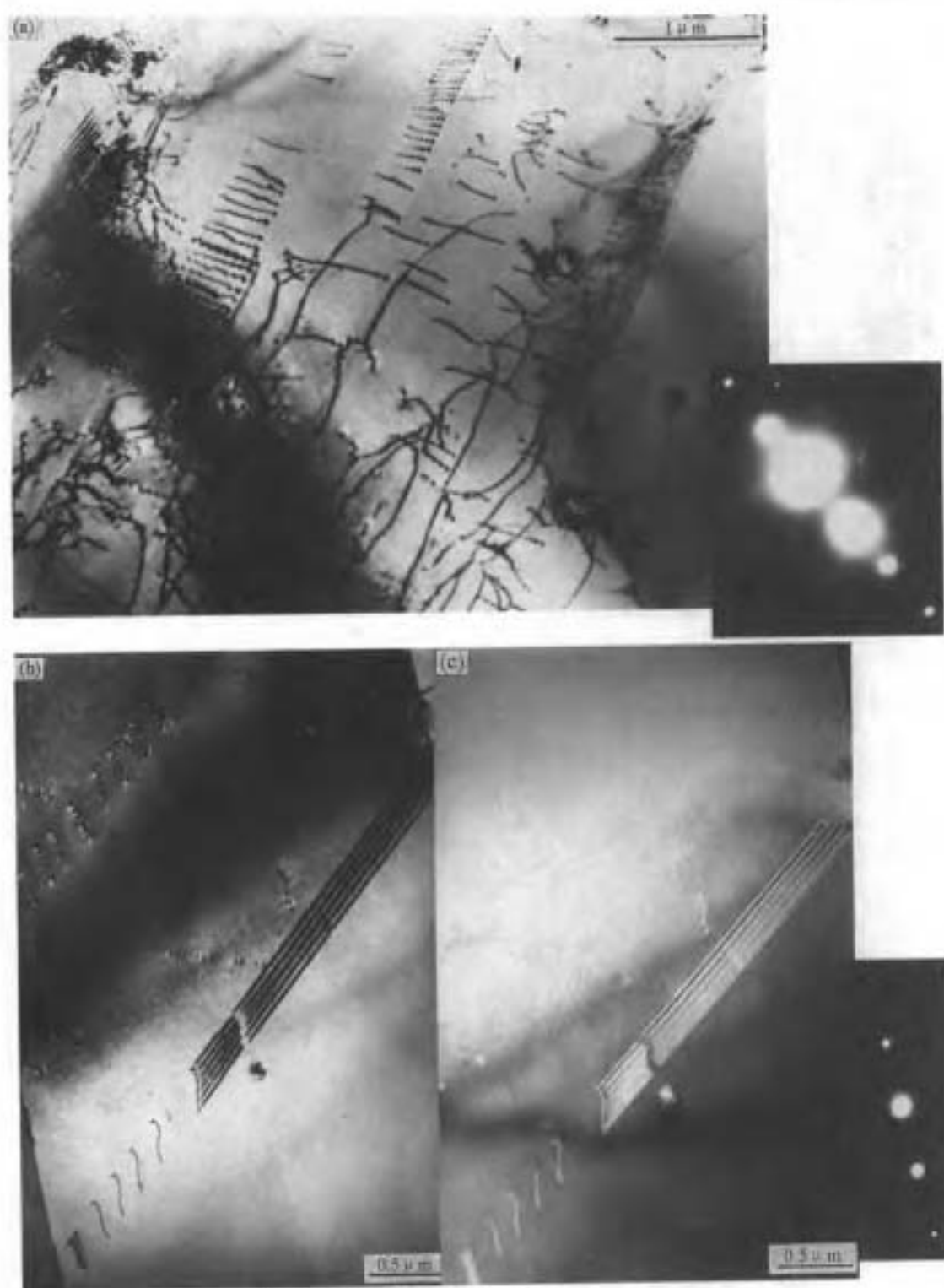
照片66 α/γ 双相不锈钢中的显微结构(1)

- (a) 形变结构。
- (b) 弯曲晶界 γ —侧凸出部的孪晶结构，如 A 所示。
- (c) 多滑移系统形变结构。
- (d) γ 相中的亚晶界(A)。



照片 67 α/γ 双相不锈钢中的显微结构(2)

- (a) 板条位错马氏体。
- (b) 扩展位错，交滑移。
- (c) α/γ 相界处的位错组态，中心为 α 相。
- (d) 位错线为细小第二相钉扎。

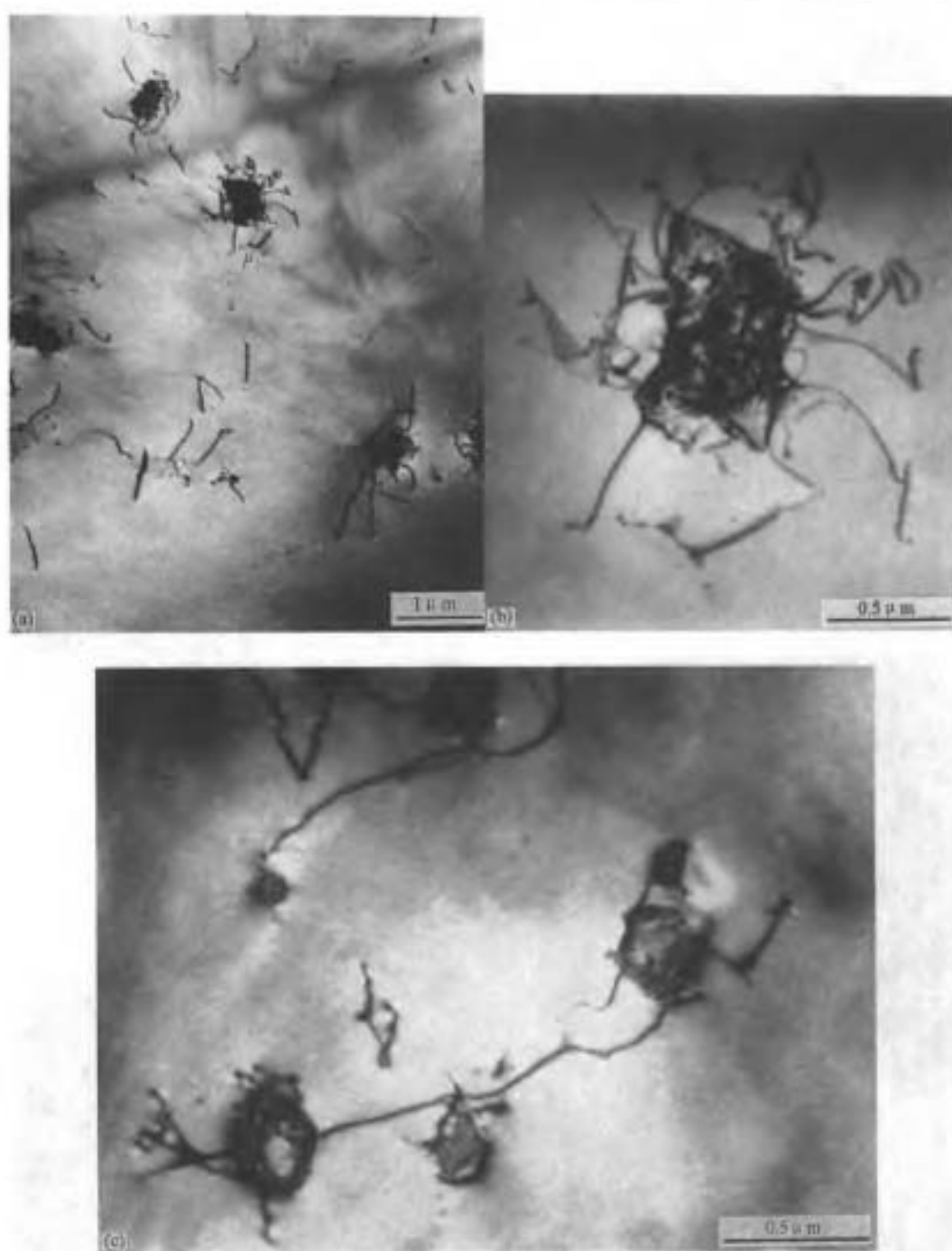


照片 68 碳素结构钢中典型显微结构

(a) 位错组态。

(b) γ 相中的扩展位错 (BF)。

(c) γ 相中的扩展位错 (DF)。左上方位错列消像。



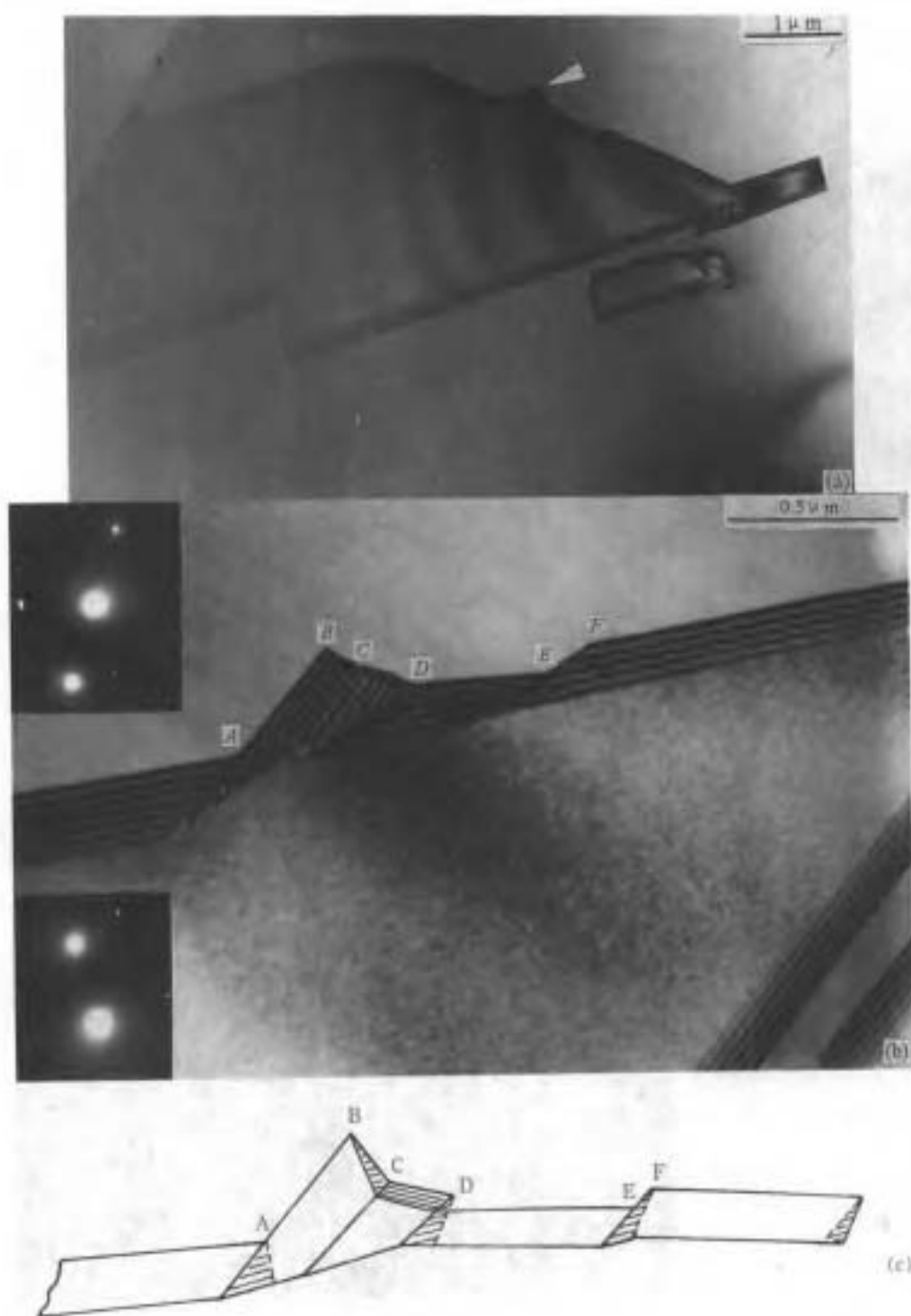
照片69 不锈钢中碳化物钉扎位错

(b)图是(a)图P处局部放大,显示碳化物本身仍含有一些结构细节,而低倍下的(a)图则不可见。此图还显示碳化物钉扎位错的作用。(c)图左下方,显示位错切割质点。



照片 70 91Ti 不锈钢中的孪晶界特征

- (1) 共格孪晶界的等厚条纹 S 与错层条纹 P ，显示出明显的不同衬度特征。前者由边缘至中部由浓到淡，由明锐到模糊；后者由两侧至中部衬度对称变化。
- (2) 界面位错 D 清晰可见。
- (3) 两种不同特征的台阶 A 和 B 。



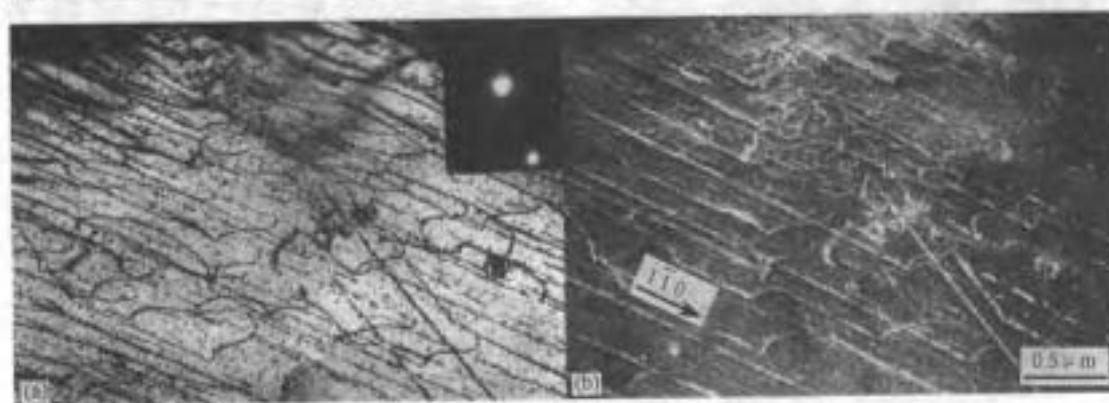
照片 71 316Ti 不锈钢中的典型晶界台阶

- (a) BF 衍衬像。
- (b) (a)中台阶(箭头)处局部放大。
- (c) 台阶几何解释示意图。



照片 72 晶界的位错结构

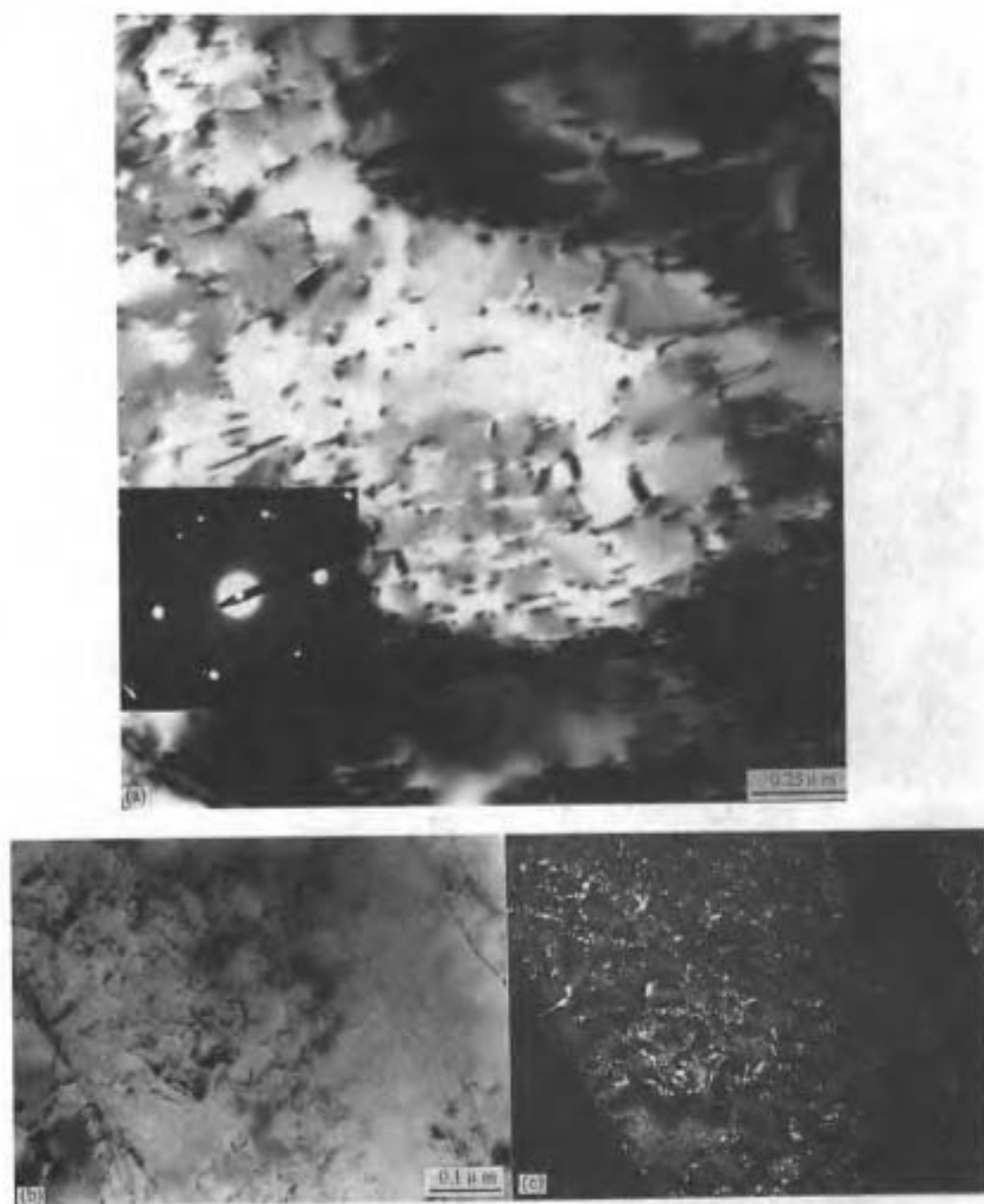
(a) Nimonic 合金。晶界处， γ/γ' 应变使厚度条纹衬度在此处突变（箭头所示）。 γ' 钉扎位错（P）。
(b) HRTEM(8000)。小角晶界， $\Delta\theta = 4^\circ$ 。右下角全位错分解，出现层错条纹；其上部为厚度条纹。此外还可看到沿两个方向的界面位错，如箭头所示。



照片 73 NiAl(7)合金中的位错组态

(a)BF (b)111/333 WBDF

沿两个滑移系统的位错组态。多处可见位错攀移。



照片 74 航空用 Cr12Co6MoFe 马氏体不锈钢的位错组态
(1170℃ 淬火, 700℃ 100h 时效)

- (a) BF.
 (b) BF. Cr₇N 在位错线上析出, 由于质点太小 (< 10nm), 不易分辨。
 (c) CDF. 和(b)同视场, 可清晰分辨出弥散的 Cr₂N 质点。显示出高分辨暗场像技术在相鉴定中的重要作用。



照片75 Ni基耐热合金的形变结构

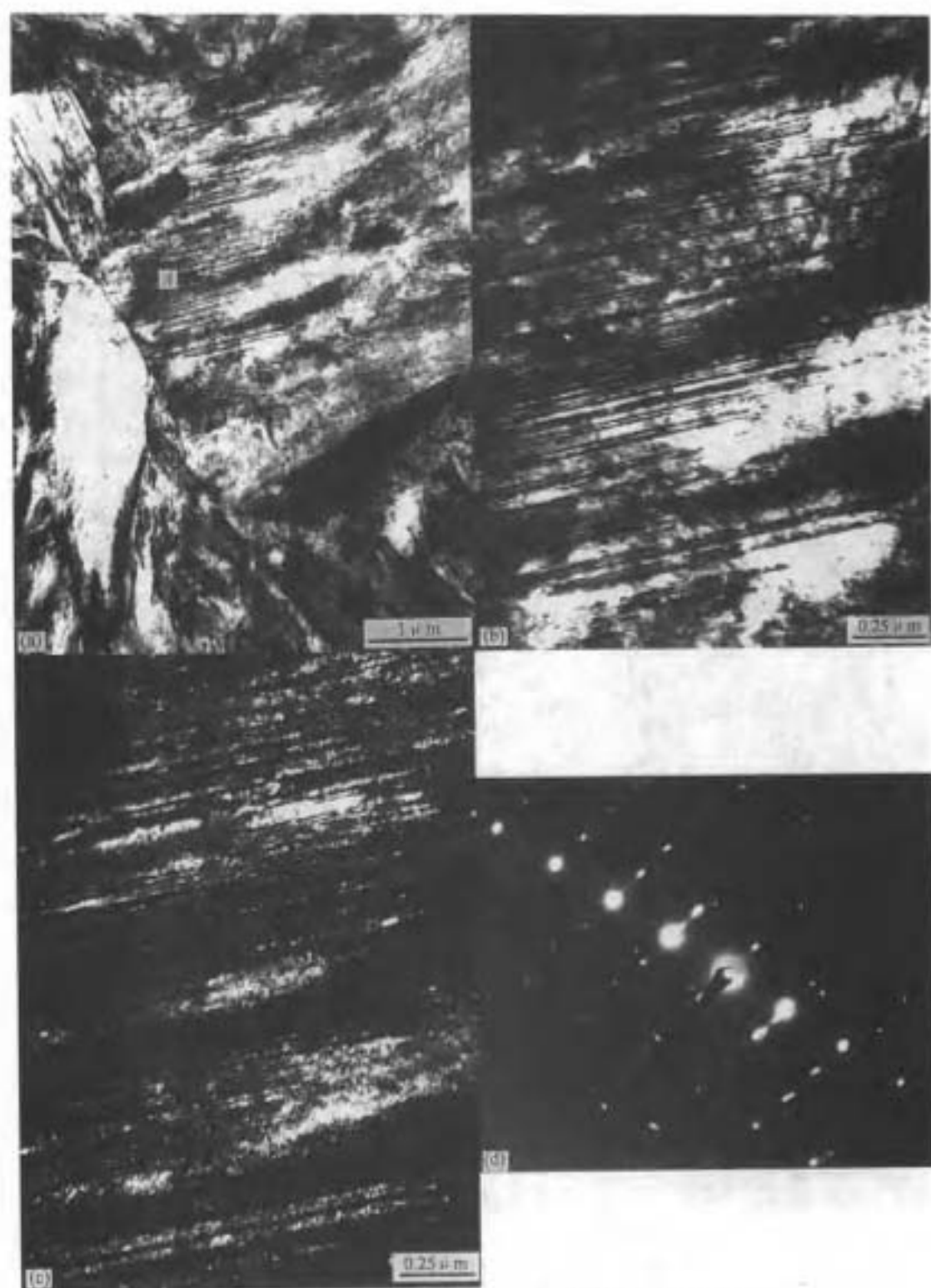
(1150℃淬火, 2.8%拉伸)

视场中部(两箭头所指区域)位错密度高于两侧, 可以推测位错发源于两侧晶界, 会聚于晶粒中部。



照片 76 高温合金 (6.5%Al - Ni) 的位错组态
(1150°C 退火, 水淬; 2.8%拉伸)

位错塞积列(A)在(111)面上沿[110]方向排列, 在P处领先螺位错向(111)面交滑移。

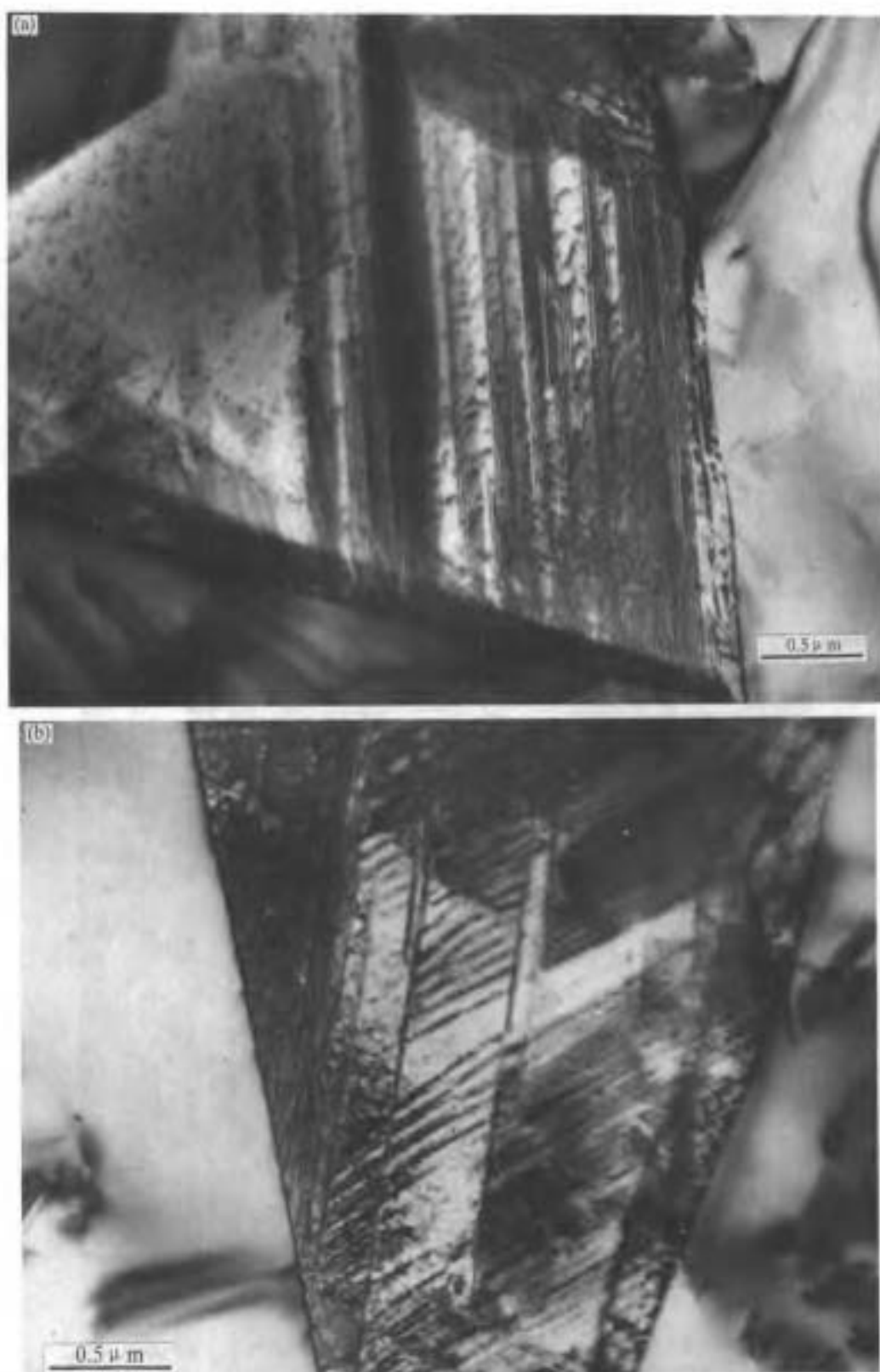


图片 77 超高强度钢 (60SiMnCrMoV) 中的孪晶马氏体

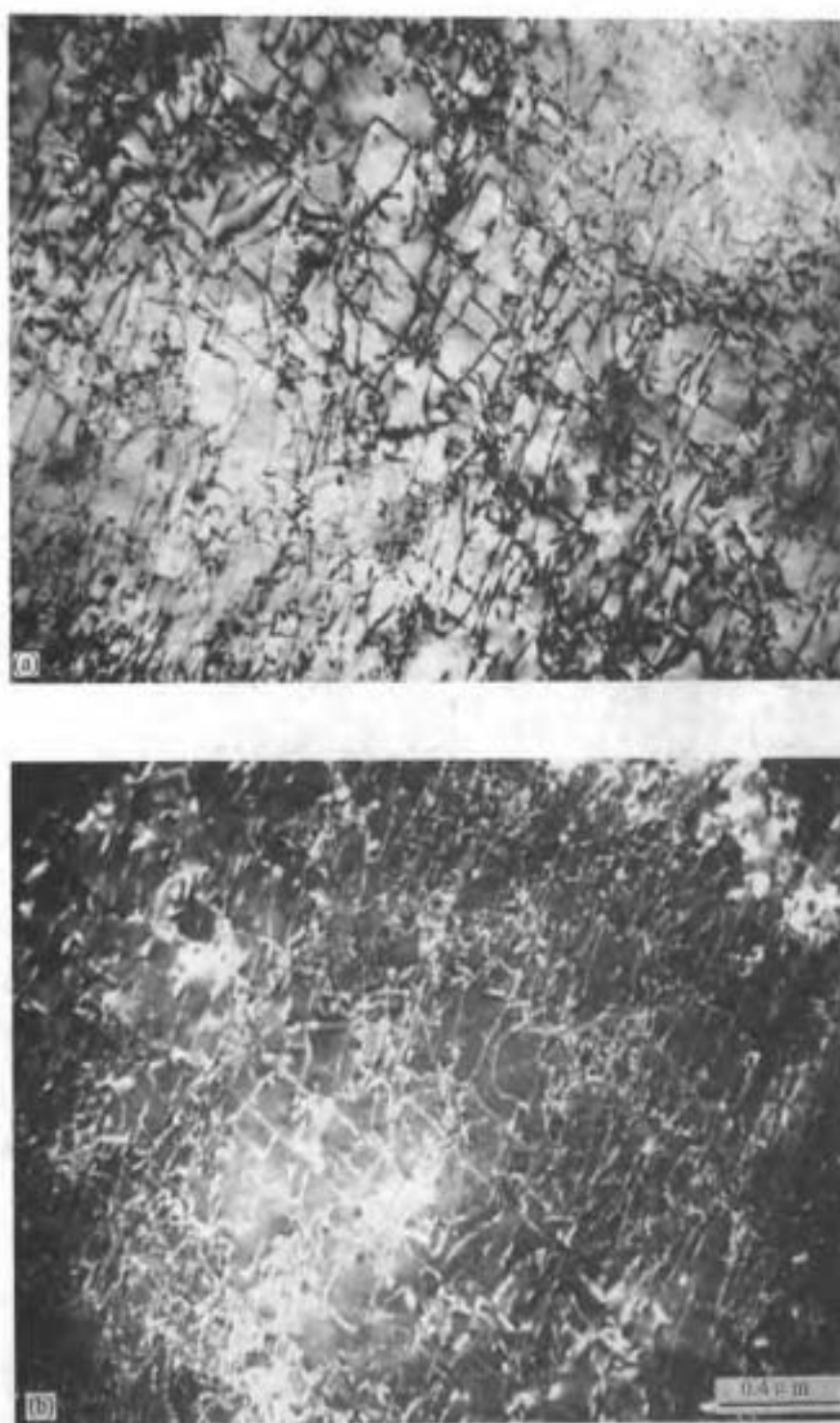
(a) BF。A 为孪晶马氏体。 (b) (a) 中 A 区局部放大。
(c) 视 (b) 的 CDF。 (d) A 区的 SAD 谱。



照片 78 18/8CrNi 不锈钢弯曲膜[101]多束图
注意在照片中部 $s=0$ 附近由于异常透射, 显示出结构细节(位错网)的良好衬度(P所示)。



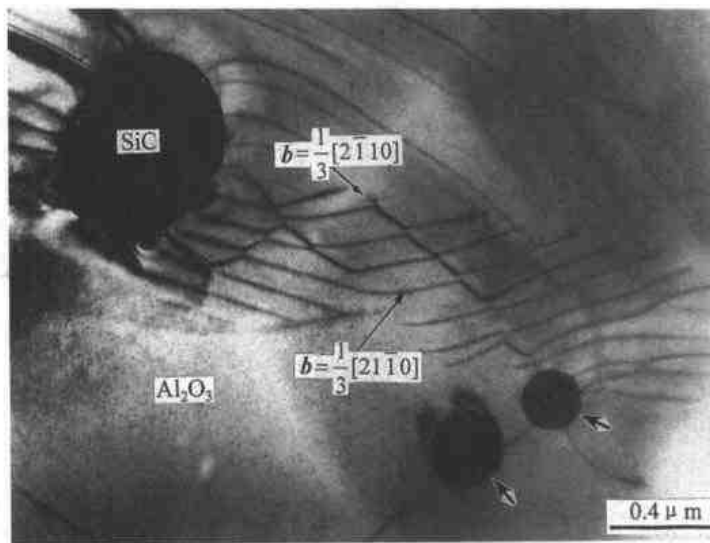
照片 79 YG-12 (WC-12%Co) 中 Co 相的显微结构
(a) 层状 (b) 滑移形变结构



照片 80 高强度结构钢中的位错网络

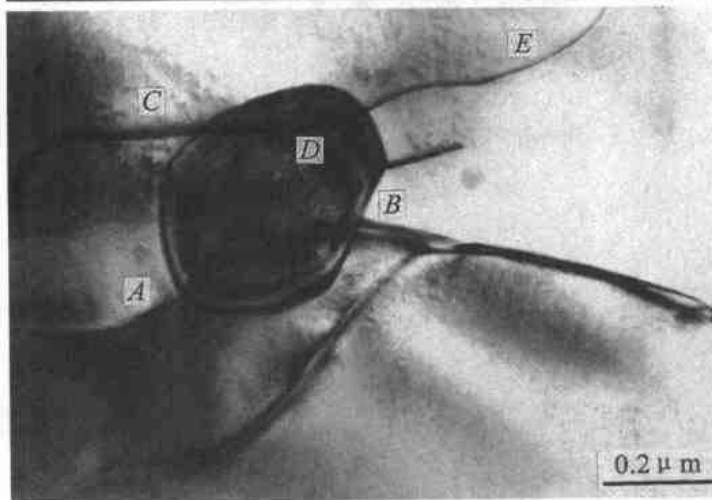
(a)BF (b)WBDF

从(b)图强束暗场像上显示了较明场像(a)图更为丰富的位错结构和位错反应，中部偏右可见位错攀移的“弓”形衬度。



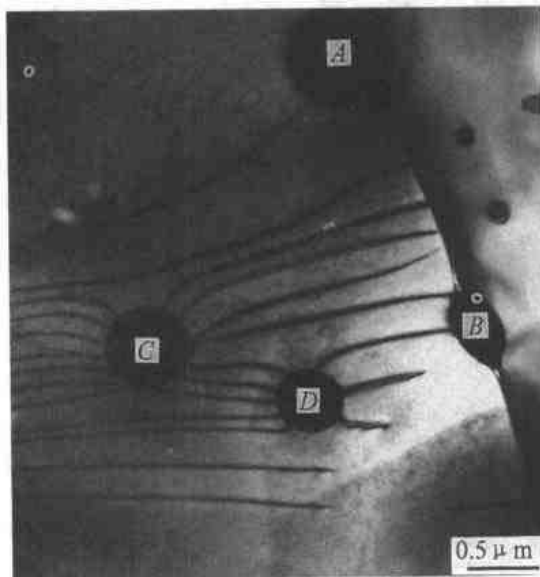
照片 81 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 纳米复合陶瓷中的小角晶界

- (1) 它是由 $\frac{1}{3}[2110]$ 和 $\frac{1}{3}[2\bar{1}10]$ 两组位错反应的结果, 位错来源于 $\text{SiC}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 应力场。
- (2) 箭头处所示的 SiC 粒子为位错所钉扎, 形成 SiC -位错锁, 它们位于亚晶界附近, 可以阻碍晶界迁移。



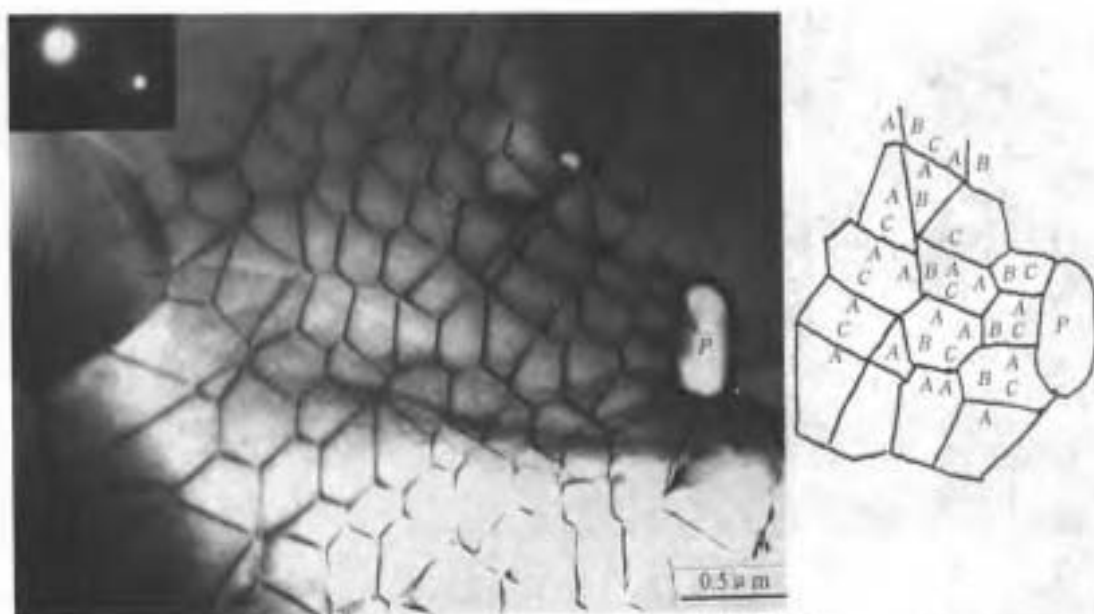
照片 82 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中纳米 SiC 对位错的钉扎

SiC 颗粒钉扎位错, 如 A, B ; 在一定条件($\text{SiC}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 取向合适, 以及 b 的性质合适)下, 位错可以切过粒子(如 CDE)。



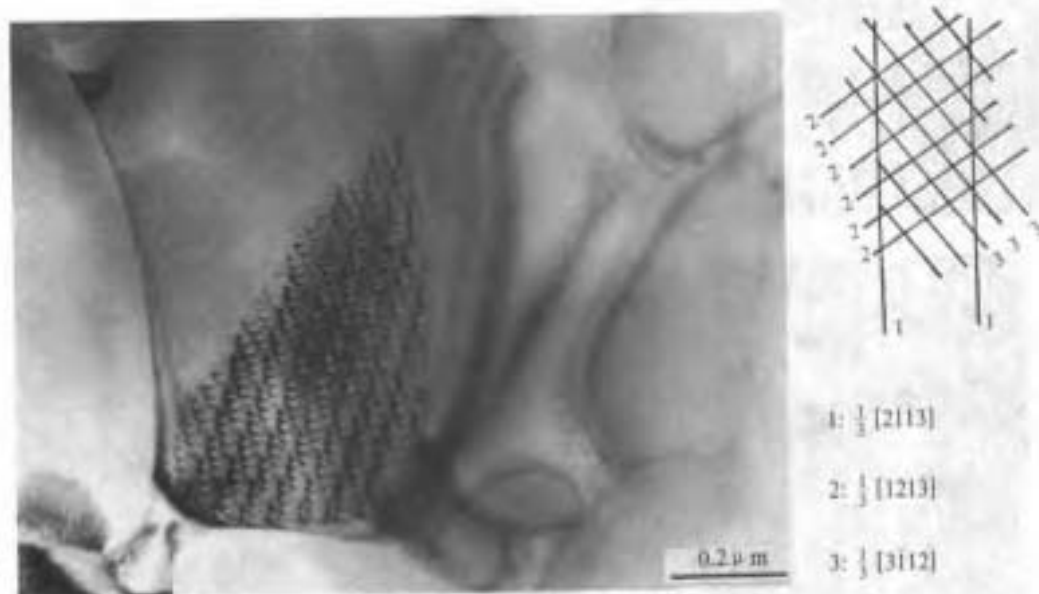
照片 83 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中纳米 SiC 对基体 Al_2O_3 的强化作用

- (1) 作用之一, 固定晶界(A, B),
- (2) 作用之二, 钉扎位错强化基体(C, D)。

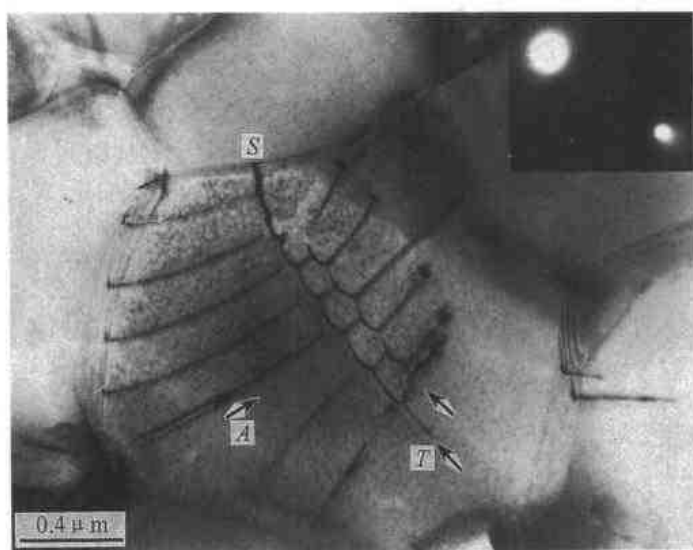


照片 84 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中 Al_2O_3 基体的扭转晶界

- (1) Al_2O_3 基面上, P 左侧, 三组 $\frac{1}{2}$ $\{2110\}$ 位错交互作用产生的位错网。这三组位错是 AB , CA 和 BC , 如右侧插图所示。
 (2) P 为 SiC 粒子脱落后留下的痕迹。

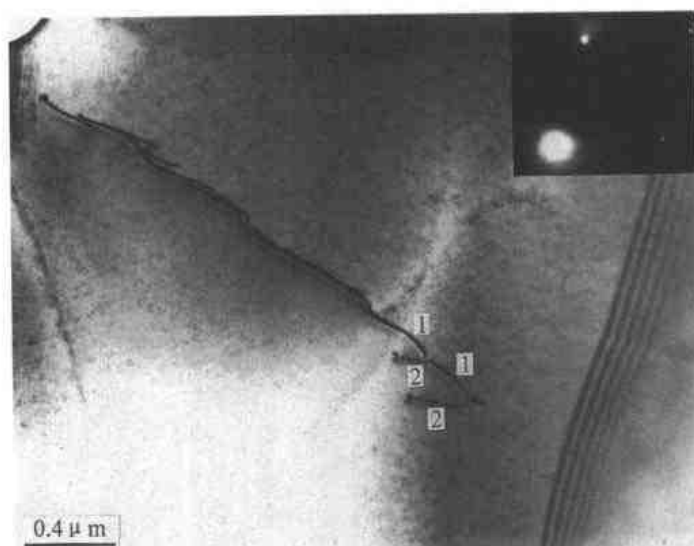


照片 85 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中 Al_2O_3 基体的位错网络
 由三组 $\frac{1}{2}$ $\{2113\}$ 全位错组成的特征亚晶界位错网络, 示意如右图。



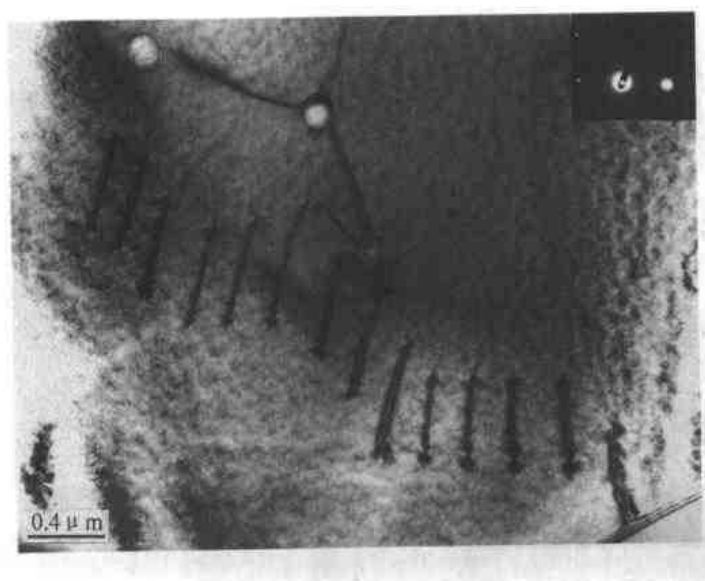
照片 86 Al_2O_3 陶瓷中不完全的位错反应

- (1) Al_2O_3 基体中两列 $\frac{1}{3}[2113]$ 位错 (箭头所示) 和六列 $\frac{1}{3}(21\bar{1}0)$ 位错 (A) 反应的结果。
- (2) 注意到 ST 两侧晶体有微小的取向差, 使反应在亚晶界 ST 处终止。



照片 87 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中 Al_2O_3 基体接近垂直于膜面的亚晶界 ($B \approx [0001]$)

基面上 $\{1210\}$ $\{1010\}$ 滑移系统中的两组 $\frac{1}{3}\langle 0110 \rangle$ (1, 2) 位错反应, 可能成为 Al_2O_3 晶粒多边形化的前兆。

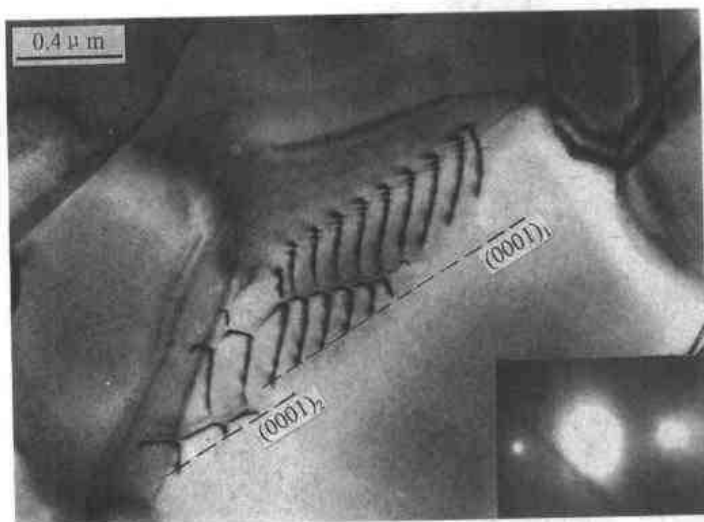


照片 88 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中 Al_2O_3 基体中的位错偶极子

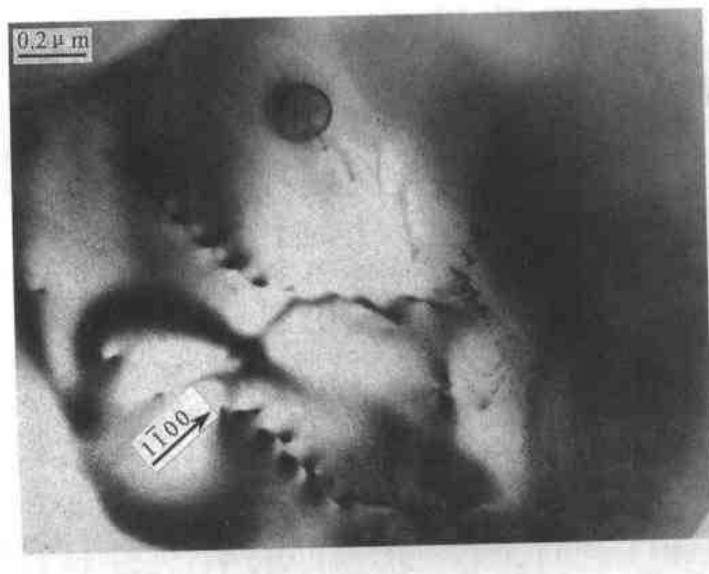
它们的 b 分别为 $\frac{1}{3}[1210]$ 和 $\frac{1}{3}[\bar{1}210]$



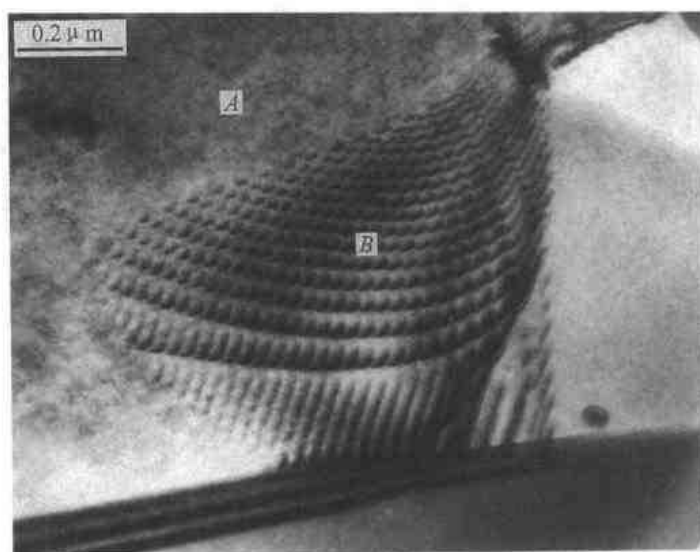
照片 89 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中
 Al_2O_3 基体的显微结构
SiC 颗粒(P处, 其左侧已脱落)边缘和 Al_2O_3 薄层形成的波纹图。箭头所示处显现出一根垂直于膜面的刃位错。



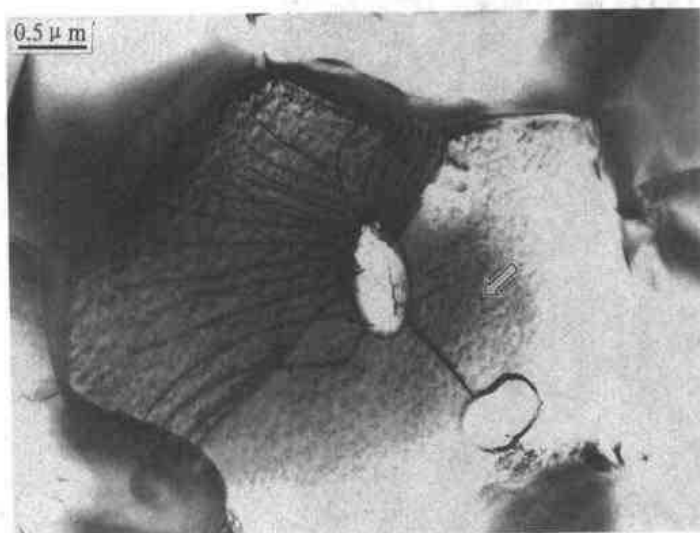
照片 90 Al_2O_3 陶瓷中不完全的位错反应
 Al_2O_3 基体单滑移面(0001)上
 $\frac{1}{3}\langle 2113 \rangle$ 和 $\frac{1}{3}\langle 1120 \rangle$ 位错的反应。
虚线表示平行相邻的两个(0001)面。



照片 91 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中的位错露头
 Al_2O_3 基面上的 AB 型(0001)
全位错的露头衬度, 和立方晶系的
露头位错一样, 显示清晰的蝶翅形
黑白衬度。衬度特征表示它们是刃
位错的露头。

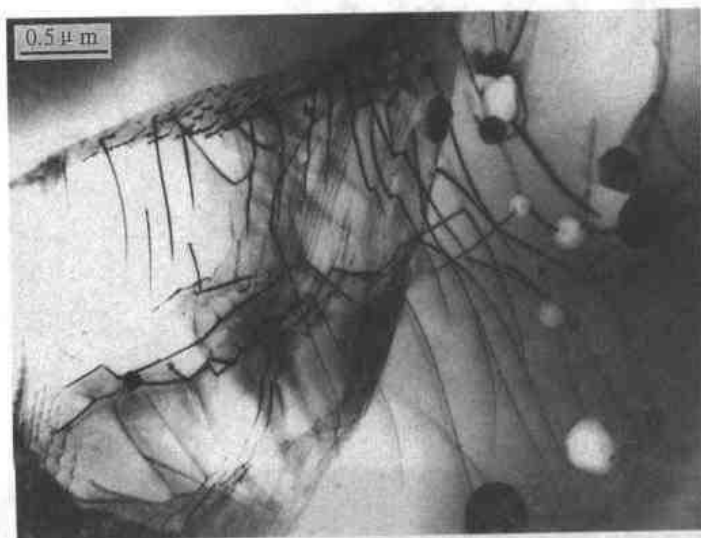


照片 92 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷
中 Al_2O_3 基体中另一
类典型位错网的形成
区别于照片 85, 此处只
有两组 $\frac{1}{3}\langle 2113 \rangle$ 型位错参加
反应。这种位错网使晶体区
分成互成小角度的 A、B 区,
即亚晶粒。

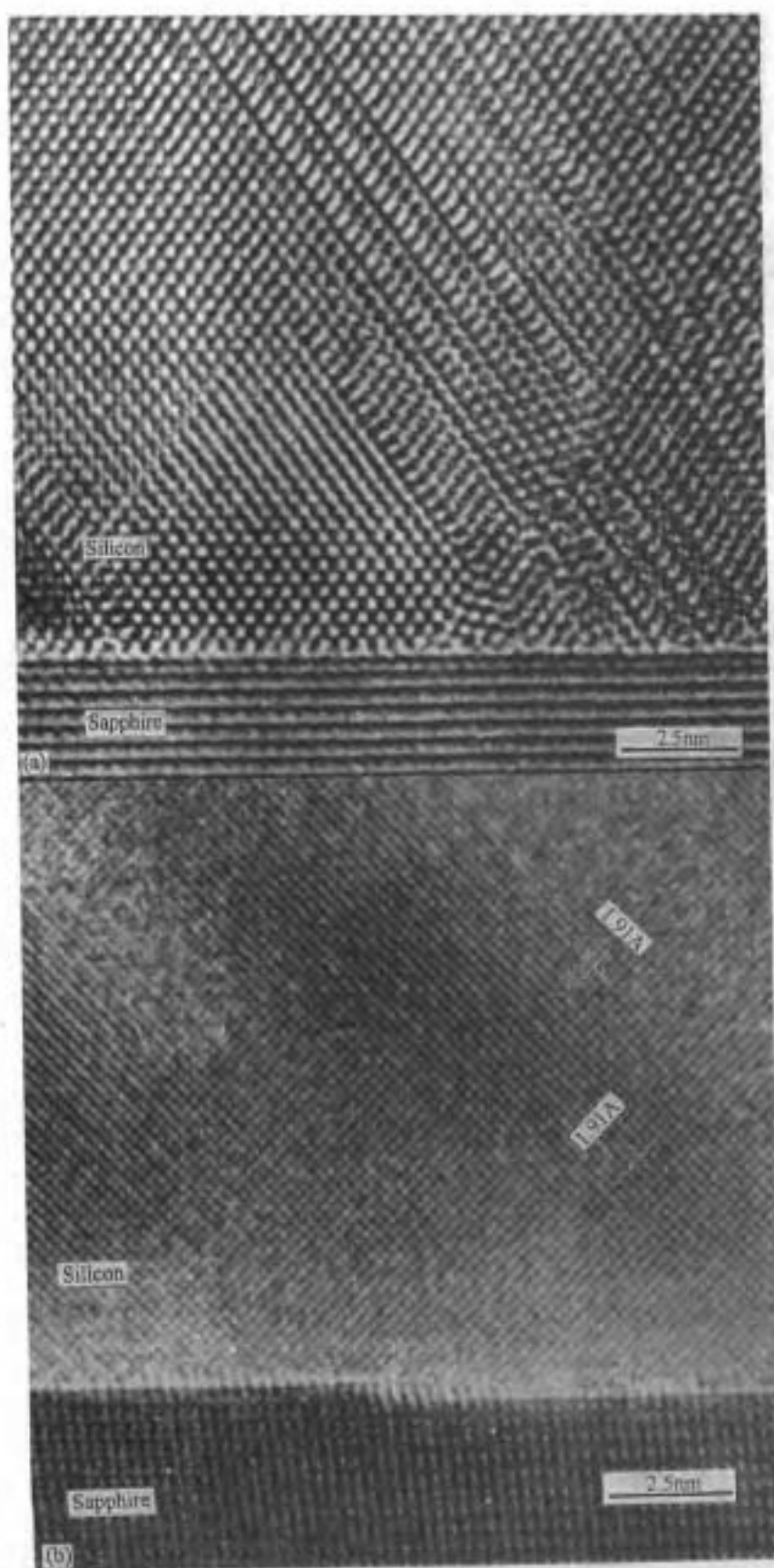


照片 93 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 界面
应变诱发位错

- (1) SiC 应变诱发的辐射状位错群。大多数情况下, 其 b 属于 $\frac{1}{3}\langle 2113 \rangle$ 型。
- (2) 箭头所示为对纳米复合陶瓷起主要强化作用的 SiC-位错锁。



照片 94 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ 陶瓷中
典型的 SiC-位错锁群
一些 SiC 粒子已脱落, 呈白色。
可看到 Al_2O_3 中的特征位错
组态。



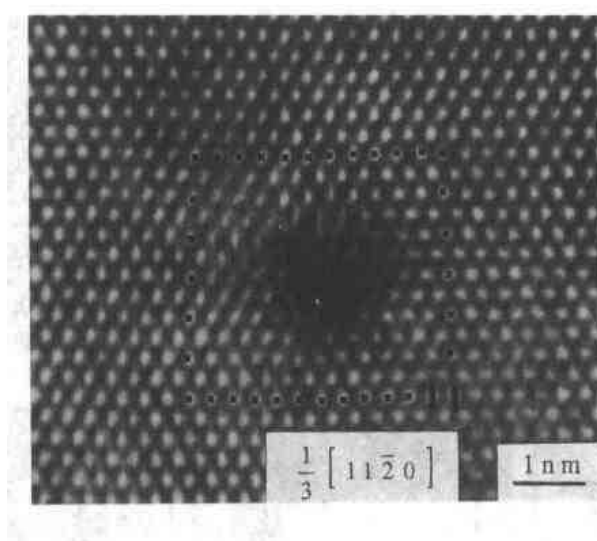
照片 95

Si (上部)

在蓝宝石膜上
外延生长的界
面 HREM 结
构像

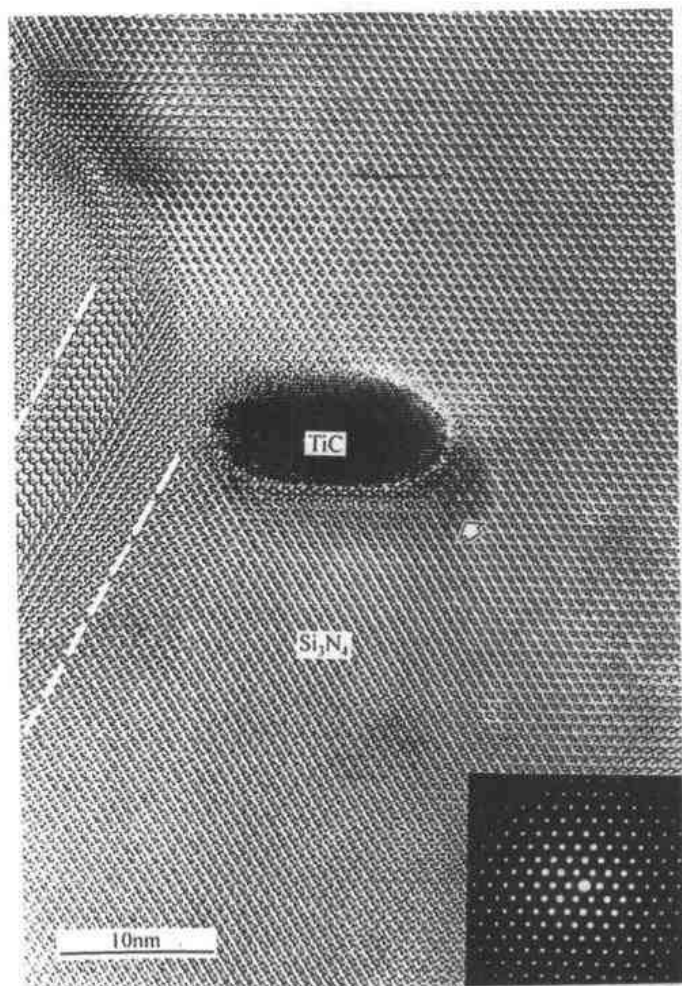
(a) $(110)_{\text{Si}} // B$
(电子束方向)

(b) $(001)_{\text{Si}} // B$
(电子束方向)



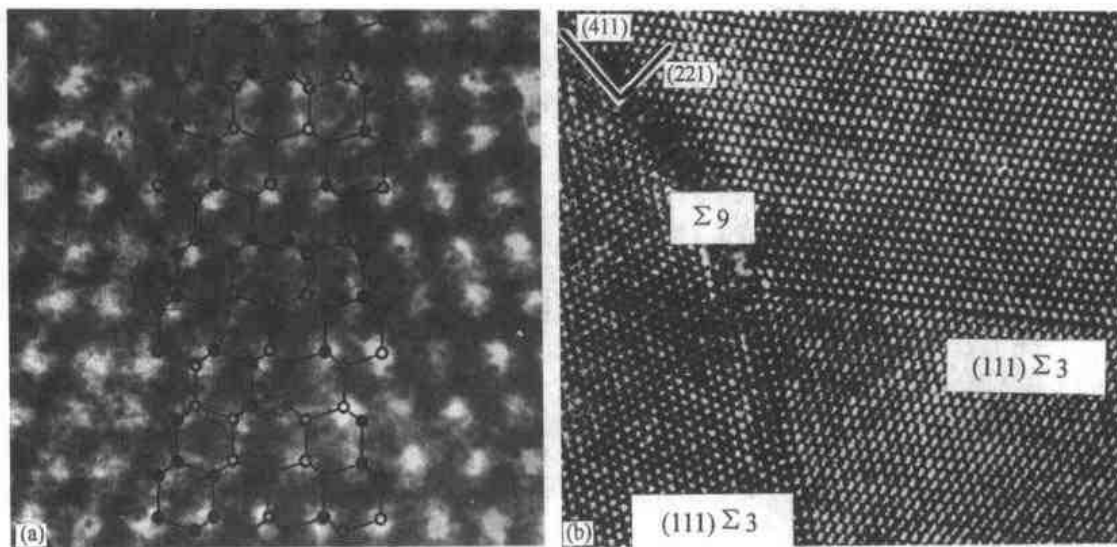
照片96 在蓝宝石(Sapphire)基体中, 柏氏矢量为 $\frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ 的纯刃型位错的 $[0001]$ 高分辨电子显微像

虚线方框中清晰显示 $\frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ 的半原子面。



照片97 TiC 沉淀在 Si_3N_4 中的高分辨结构像

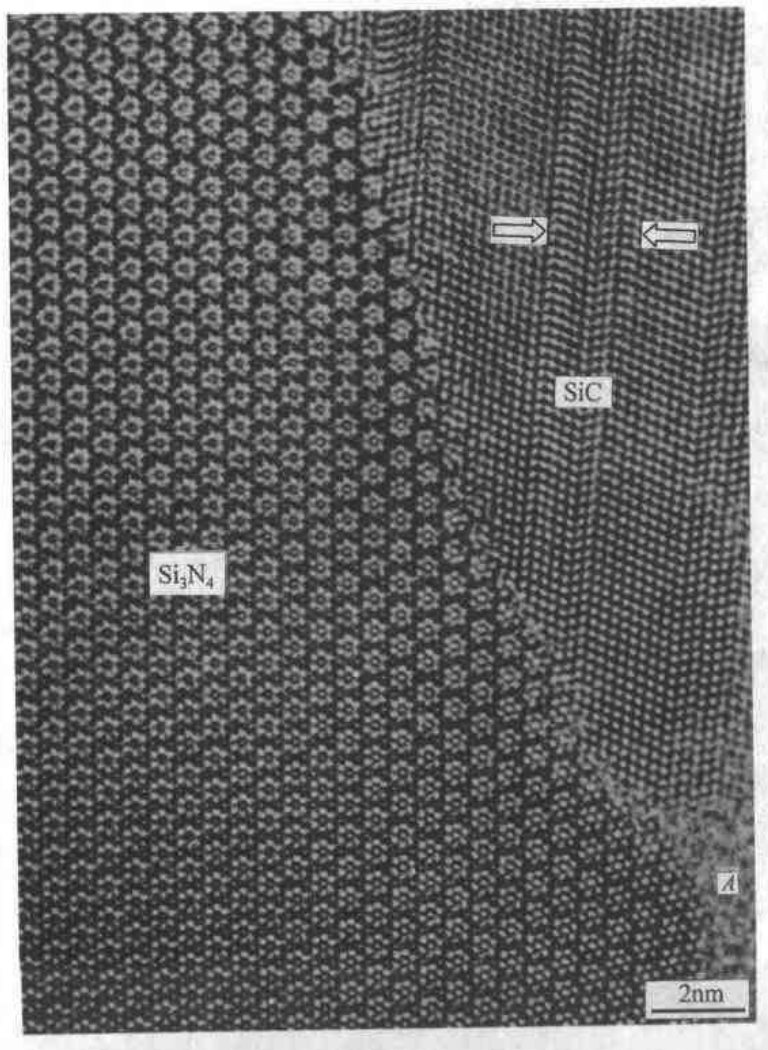
相界面完全处于非共格状态。由于它们弹性模量的不同, TiC在析出后长大过程中, 仍然在基体中引起一定程度的应变(如箭头所示的暗区)。左侧白色虚线所围区域为层错。(引自 KHiraga, Tohoku University, Japan)



照片 98 多晶金刚石膜的高分辨电子显微像

(a) (112) $\Sigma 3$ CSL (重位点阵) 晶界, 晶界本身仍保持着金刚石的原子结构对称性。

(b) $\Sigma 9$ 晶界, 它和两个 $\Sigma 3$ 晶界相联结。(引自 Yaogan Zhang 等, Tokyo University, Japan)



照片 99 Si_3N_4 和 SiC 晶界的高分辨 TEM 像

在电子束具有良好相干性条件下拍摄的晶界高分辨结构像。箭头所指区域为孪晶, A 为晶界非晶区。

附录 I 常用晶体学公式

本附录包括:正点阵单胞参数、单胞中的原子位置坐标、结构振幅、晶面间距公式、晶面夹角公式、晶向长度公式、晶向夹角公式、正倒空间变换矩阵,

符号统一规定如下:

单胞参数: $a, b, c; \alpha, \beta, \gamma$

单胞中的原子位置坐标: 用()表示

结构振幅: F

晶面间距: $d = f(h, k, l; a, b, c; \alpha, \beta, \gamma)$

晶面夹角: $\Phi = f(h_1 k_1 l_1; h_2 k_2 l_2; a, b, c; \alpha, \beta, \gamma)$

晶向长度: $r = f(u, v, w; a, b, c; \alpha, \beta, \gamma)$

晶向夹角: $\psi = (u_1 v_1 w_1; u_2 v_2 w_2; a, b, c; \alpha, \beta, \gamma)$

正倒空间变换矩阵: $\begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} = G \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}, \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix} = G^{-1} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}$

一、立方点阵 (Cubic lattices)

立方晶系可以分为六种结构,除单胞中原子位置和结构振幅不同外,其余各项表达式均相同,下面先列出相同的表达式,不同的两项分列。

$$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$$\cos \Phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

$$r = a[(u^2 + v^2 + w^2)]^{1/2}$$

$$\cos \Psi = \frac{u_1 u_2 + v_1 v_2 + w_1 w_2}{[(u_1^2 + v_1^2 + w_1^2) \cdot (u_2^2 + v_2^2 + w_2^2)]^{1/2}}$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & 0 & 0 \\ 0 & a^2 & 0 \\ 0 & 0 & a^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{a^2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{a^2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{a^2} \end{bmatrix}$$

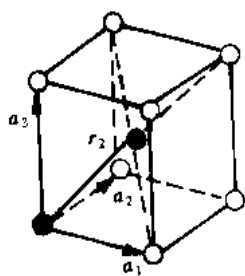
1. 体心立方(BCC)

$$(0,0,0) \text{ 和 } \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

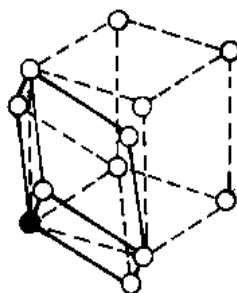
$$|F|^2 = 0, \text{ 当 } (h+k+l) = \text{奇数时};$$

$$|F|^2 = 4f^2, \text{ 当 } (h+k+l) = \text{偶数时}。$$

体心立方单胞



初基单胞



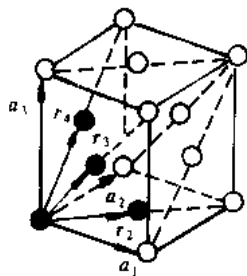
2. 面心立方(FCC)

$$(0,0,0) \text{ 和 } \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \text{ 和 } \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

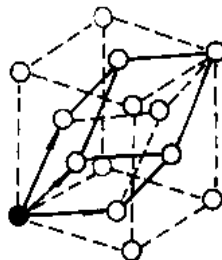
$$|F|^2 = 0, \text{ 当 } h, k, l \text{ 三指数奇偶混合时};$$

$$|F|^2 = 16f^2, \text{ 当 } h, k, l \text{ 三指数为全奇或全偶时}。$$

面心立方单胞



初基单胞



3. 金刚石结构(如 C、Si、Ge)

单胞由两个相互移动的面心立方单胞组成,移动距离为面心立方单胞体对角线的 $\frac{1}{4}$:

$$\left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right)。$$

$|F|^2 = 0$, 当 h, k, l 奇偶混合数时;

$|F|^2 = 64f^2$, 当 h, k, l 为偶数, 且 $(h+k+l) = 4n$ 时;

$|F|^2 = 32f^2$, 当 h, k, l 为奇数时;

$|F|^2 = 0$, 当 h, k, l 为偶数, 且 $(h+k+l) = 4\left(n + \frac{1}{2}\right)$ 时。

4. 氯化铯结构(如 CsCl, TiCl)

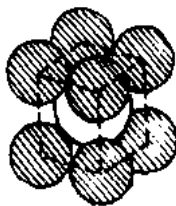
单胞由两个初基立方点阵相对位移体对角线的 $\frac{1}{2}$ 组成: $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$

$$\text{Cs:}(0,0,0); \text{Cl:}\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

$|F|^2 = (f_{\text{Cs}} + f_{\text{Cl}})^2$, 当 $(h+k+l)$ 为偶数时;

$|F|^2 = (f_{\text{Cs}} - f_{\text{Cl}})^2$, 当 $(h+k+l)$ 为奇数时。

CsCl 单胞:



5. 氯化钠结构(如 NaCl, LiF, MgO)

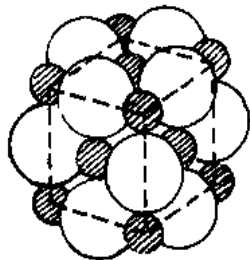
单胞由一个面心立方的 Na 单胞叠加一个面心立方 Cl 单胞组成,后者沿前者体对角线位移 $\frac{1}{2}$: $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$

$|F|^2 = 0$, 当 h, k, l 奇偶混合时;

$|F|^2 = 16(f_{\text{Na}} - f_{\text{Cl}})^2$, 当 h, k, l 为奇数时;

$|F|^2 = 16(f_{\text{Na}} + f_{\text{Cl}})^2$, 当 h, k, l 为偶数时。

NaCl 单胞:



6. 闪锌矿结构(如 ZnS, CdS, InSb, GaAs)

单胞由面心的 Zn 和面心的 S 亚点阵组成, 后者沿前者体对角线位移 $\frac{1}{4} : \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right)$

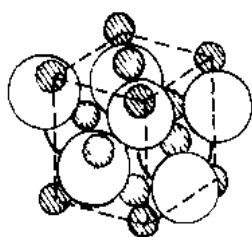
$|F|^2 = 0$, 当 h, k, l 奇偶混合时;

$|F|^2 = 16(f_{\text{Zn}}^2 + f_{\text{S}}^2)$, 当 h, k, l 为奇数时;

$|F|^2 = 16(f_{\text{Zn}} + f_{\text{S}})^2$, 当 (h, k, l) 为偶数且 $(h + k + l) = 4n$ 时;

$|F|^2 = 16(f_{\text{Zn}} - f_{\text{S}})^2$, 当 h, k, l 为偶数且 $(h + k + l) = 4\left(n + \frac{1}{2}\right)$ 时。

闪锌矿结构单胞



二、六角点阵(Hexagonal lattices)

六角晶系包括六角密排结构和纤锌矿(Wurtzite structure)结构。

$$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2}}$$

$$\cos \Phi = \frac{[h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1)] + \frac{3a^2 l_1 l_2}{4c^2}}{\left[\left[h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3a^2 l_1^2}{4c^2} \right] \left[h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3a^2 l_2^2}{4c^2} \right] \right]^{1/2}}$$

$$r = [a^2(u^2 - uv + v^2) + c^2 w^2]^{1/2}$$

$$\cos \Psi = \frac{\left[u_1 u_2 + v_1 v_2 - \frac{1}{2}(u_1 v_2 + u_2 v_1) + \frac{c^2}{a^2} w_1 w_2 \right]}{\left[\left(u_1^2 + v_1^2 - u_1 v_1 + \left(\frac{c}{a}\right)^2 w_1^2 \right) \left(u_2^2 + v_2^2 - u_2 v_2 + \left(\frac{c}{a}\right)^2 w_2^2 \right) \right]^{1/2}}$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & -\frac{a^2}{2} & 0 \\ -\frac{a^2}{2} & a^2 & 0 \\ 0 & 0 & c^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{4}{3a^2} & \frac{2}{3a^2} & 0 \\ \frac{2}{3a^2} & \frac{4}{3a^2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{c^2} \end{bmatrix}$$

1. 六角密排结构(HCP)

$$(0,0,0), \left(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}\right)$$

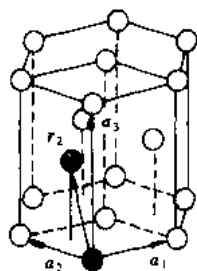
$|F|^2 = 0$, 当 $(h+2k) = 3n$, l 为奇数时;

$|F|^2 = 4f^2$, 当 $(h+2k) = 3n$, l 为偶数时;

$|F|^2 = 3f^2$, 当 $(h+2k) = 3n+1$ 或 $3n+2$, 且 l 为奇数时;

$|F|^2 = f^2$, 当 $(h+2k) = 3n+1$ 或 $3n+2$, 且 l 为偶数时.

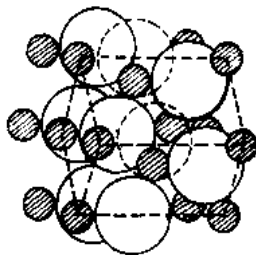
HCP 单胞:



2. 纤锌矿结构(如 ZnS, ZnO)

单胞由两个 HCP 结构的 Zn 和 S 单胞组成, 其中一个相对另一个位移 $\left(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{8}\right)$.

纤锌矿结构单胞:



三、四角点阵 (Tetragonal lattices)

$$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2}}$$

$$\cos \Phi = \frac{\frac{h_1 h_2 + k_1 k_2}{a^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\left[\left(\frac{h_1^2 + k_1^2}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2} \right) \cdot \left(\frac{h_2^2 + k_2^2}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2} \right) \right]^{1/2}}$$

$$r = [a^2(u^2 + v^2) + c^2 w^2]^{1/2}$$

$$\cos \Psi = \frac{a^2(u_1 u_2 + v_1 v_2) + c^2 w_1 w_2}{\{ [a^2(u_1^2 + v_1^2) + c^2 w_1^2] \times [a^2(u_2^2 + v_2^2) + c^2 w_2^2] \}^{1/2}}$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & 0 & 0 \\ 0 & a^2 & 0 \\ 0 & 0 & c^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{a^2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{a^2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{c^2} \end{bmatrix}$$

四、正交点阵 (Orthorhombic lattices)

$$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}}$$

$$\cos \Phi = \frac{\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\left[\left(\left(\frac{h_1}{a}\right)^2 + \left(\frac{k_1}{b}\right)^2 + \left(\frac{l_1}{c}\right)^2 \right) \cdot \left(\left(\frac{h_2}{a}\right)^2 + \left(\frac{k_2}{b}\right)^2 + \left(\frac{l_2}{c}\right)^2 \right) \right]^{1/2}}$$

$$r = \sqrt{a^2 u^2 + b^2 v^2 + c^2 w^2}$$

$$\cos \Psi = \frac{a^2 u_1 u_2 + b^2 v_1 v_2 + c^2 w_1 w_2}{[(a^2 u_1^2 + b^2 v_1^2 + c^2 w_1^2) \times (a^2 u_2^2 + b^2 v_2^2 + c^2 w_2^2)]^{1/2}}$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & 0 & 0 \\ 0 & b^2 & 0 \\ 0 & 0 & c^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{a^2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{b^2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{c^2} \end{bmatrix}$$

五、三角点阵(菱形点阵)(Trigonal lattices)

$$a = b = c, 90^\circ \neq \alpha = \beta = \gamma < 120^\circ$$

$$d = a \left[\frac{1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha}{B \sin^2 \alpha + 2c(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)} \right]^{1/2}$$

$$B = h^2 + k^2 + l^2$$

$$C = hk + kl + hl$$

$$\cos \Phi = \frac{\{ (h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2) \sin \alpha + A(h_1 k_2 + h_2 k_1 + h_1 l_2 + h_2 l_1 + k_1 l_2 + k_2 l_1) \}}{\{ [H_1 \sin^2 \alpha + 2A(h_1 k_1 + h_1 l_1 + k_1 l_1)] \times [H_2 \sin^2 \alpha + 2A(h_2 k_2 + h_2 l_2 + k_2 l_2)] \}^{1/2}}$$

$$A = \cos^2 \alpha - \cos \alpha$$

$$H_1 = h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$$

$$H_2 = h_2^2 + k_2^2 + l_2^2$$

$$r = a[u^2 + v^2 + w^2 + 2(uv + vw + wu)\cos \alpha]^{1/2}$$

$$\cos \Psi = \frac{[u_1 u_2 + v_1 v_2 + w_1 w_2 + (v_1 u_2 + u_1 v_2 + w_1 u_2 + u_1 w_2 + w_1 v_2 + v_1 w_2)\cos \alpha]}{\{ [U_1 + 2(u_1 v_1 + v_1 w_1 + w_1 u_1)\cos \alpha] \cdot [U_2 + 2(u_2 v_2 + v_2 w_2 + w_2 u_2)\cos \alpha] \}^{1/2}}$$

$$U_1 = u_1^2 + v_1^2 + w_1^2$$

$$U_2 = u_2^2 + v_2^2 + w_2^2$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & a^2 \cos \alpha & a^2 \cos \alpha \\ a^2 \cos \alpha & a^2 & a^2 \cos \alpha \\ a^2 \cos \alpha & a^2 \cos \alpha & a^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \frac{1}{a^2 s} = \begin{bmatrix} \sin^2 \alpha & \cos \alpha - \cos^2 \alpha & \cos^2 \alpha - \cos \alpha \\ \cos \alpha - \cos^2 \alpha & \sin^2 \alpha & \cos \alpha - \cos^2 \alpha \\ \cos^2 \alpha - \cos \alpha & \cos \alpha - \cos^2 \alpha & \sin^2 \alpha \end{bmatrix}$$

$$s = \sin^2 \alpha - 2 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha$$

六、单斜点阵 (Monoclinic lattices)

$$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ$$

$$d = \frac{1}{\sqrt{\frac{A}{\sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2}}}$$

$$A = \frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl}{ac} \cos \beta$$

$$\cos \Phi = \frac{\left| \frac{h_1 h_2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{(h_1 l_2 + l_1 h_2) \cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \right|}{\left[\left(\frac{h_1^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2h_1 l_1 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \right) \cdot \left(\frac{h_2^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2h_2 l_2 \cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \right) \right]^{1/2}}$$

$$r = [a^2 u^2 + b^2 v^2 + c^2 w^2 + 2acuw \cos \beta]^{1/2}$$

$$\cos \Psi = \frac{a^2 u_1 u_2 + b^2 v_1 v_2 + c^2 w_1 w_2 + ac(w_1 u_2 + u_1 w_2) \cos \beta}{[(a^2 u_1^2 + b^2 v_1^2 + c^2 w_1^2 + 2ac u_1 w_1 \cos \beta) \cdot (a^2 u_2^2 + b^2 v_2^2 + c^2 w_2^2 + 2ac u_2 w_2 \cos \beta)]^{1/2}}$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & 0 & ac \cos \beta \\ 0 & b^2 & 0 \\ ac \cos \beta & 0 & c^2 \end{bmatrix} \quad G^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{a^2 \sin^2 \beta} & 0 & \frac{-\cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \\ 0 & \frac{1}{b^2} & 0 \\ \frac{-\cos \beta}{ac \sin^2 \beta} & 0 & \frac{1}{c^2 \sin^2 \beta} \end{bmatrix}$$

七、三斜点阵 (Triclinic lattices)

$$a \neq b \neq c, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$$

$$d = abc \sqrt{\frac{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}{s_{11}h^2 + s_{22}k^2 + s_{33}l^2 + s_{12}hk + s_{13}hl + s_{23}kl}}$$

$$s_{11} = (bc \sin \alpha)^2, s_{22} = (ac \sin \beta)^2, s_{33} = (ab \sin \gamma)^2$$

$$s_{12} = 2abc^2(\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$s_{13} = 2ab^2c(\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta)$$

$$s_{23} = 2a^2bc(\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$\cos \Phi = \frac{F}{Ah_1k_1l_1 \cdot Ah_2k_2l_2}$$

$$\begin{aligned} F = & h_1h_2(bc \sin \alpha)^2 + k_1k_2(ac \sin \beta)^2 + l_1l_2(ab \sin \gamma)^2 \\ & + abc^2(\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)(k_1h_2 + h_1k_2) \\ & + ab^2c(\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta)(h_1l_2 + l_1h_2) \\ & + a^2bc(\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)(k_1l_2 + l_1k_2) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} A_{h_1k_1l_1} = & [h_1^2(bc \sin \alpha)^2 + k_1^2(ac \sin \beta)^2 + l_1^2(ab \sin \gamma)^2 \\ & + 2h_1k_1abc^2(\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ & + 2h_1l_1ab^2c(\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta) \\ & + 2k_1l_1a^2bc(\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)]^{1/2} \quad (i = 1, 2) \end{aligned}$$

$$r = u^2a^2 + v^2b^2 + w^2c^2 + 2uvw \cos \alpha + 2wuac \cos \beta + 2uvab \cos \gamma$$

$$\cos \Psi = \frac{L}{I_{u_1, v_1, w_1} \cdot I_{u_2, v_2, w_2}}$$

$$\begin{aligned} L = & a^2u_1u_2 + b^2v_1v_2 + c^2w_1w_2 + bc(v_1w_2 + w_1v_2)\cos \alpha \\ & + ac(w_1u_2 + u_1w_2)\cos \beta + ab(u_1v_2 + v_1u_2)\cos \gamma \end{aligned}$$

$$I_{u_i v_i w_i} = (a^2 u_i^2 + b^2 v_i^2 + c^2 w_i^2 + 2bcv_i w_i \cos \alpha + 2caw_i u_i \cos \beta + 2abu_i v_i \cos \gamma)^{1/2} \quad (i = 1, 2)$$

$$G = \begin{bmatrix} a^2 & ab \cos \gamma & ac \cos \beta \\ ab \cos \gamma & b^2 & bc \cos \alpha \\ ac \cos \beta & bc \cos \alpha & c^2 \end{bmatrix}$$

$$G^{-1} = \frac{1}{T^2} = \begin{bmatrix} \frac{\sin^2 \alpha}{a^2} & \frac{\cos \gamma - \cos \alpha \cos \beta}{ab} & \frac{\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta}{ac} \\ \frac{\cos \gamma - \cos \alpha \cos \beta}{ab} & \frac{\sin^2 \beta}{b^2} & \frac{\cos \alpha - \cos \beta \cos \gamma}{bc} \\ \frac{\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta}{ac} & \frac{\cos \alpha - \cos \beta \cos \gamma}{bc} & \frac{\sin^2 \gamma}{c^2} \end{bmatrix}$$

$$T = (1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)^{\frac{1}{2}}$$

附录 II 电子波长及质量修正因子 m/m_0 等参数

E (V)	λ (0.1nm)	λ^{-1} (10nm ⁻¹)	$\frac{m}{m_0}$	$\frac{m_{100}}{m}$	$\frac{v}{c}$	$\frac{v}{v_{100}}$	$\left(\frac{v}{c}\right)_2$
1	12.16	0.0815	1.0000020	1.196	0.0020	0.0036	0.0000039
10	3.878	0.2579	1.0000196	1.196	0.0063	0.0114	0.0000391
100	1.226	0.8154	1.0001957	1.195	0.0198	0.0361	0.0003913
500	0.5483	1.824	1.0009785	1.195	0.0442	0.0806	0.001954
1000	0.3876	2.580	1.00196	1.193	0.0625	0.1139	0.003902
2000	0.2740	3.650	1.00391	1.191	0.0882	0.1609	0.007782
3000	0.2236	4.473	1.00587	1.189	0.1079	0.1968	0.01164
4000	0.1935	5.167	1.00783	1.186	0.1244	0.2269	0.01547
5000	0.1730	5.780	1.00978	1.184	0.1389	0.2533	0.01929
6000	0.1579	6.335	1.01174	1.182	0.1519	0.2771	0.02308
7000	0.1461	6.845	1.01370	1.179	0.1638	0.2989	0.02684
8000	0.1366	7.322	1.01566	1.177	0.1749	0.3190	0.03059
9000	0.1287	7.770	1.01761	1.175	0.1852	0.3379	0.03432
10000	0.1220	8.194	1.01957	1.173	0.1950	0.3557	0.03802
2×10^4	0.0859	11.64	1.0391	1.151	0.2719	0.4959	0.07391
3×10^4	0.0698	14.33	1.0587	1.129	0.3284	0.5990	0.1078
4×10^4	0.0602	16.62	1.0783	1.109	0.3741	0.6823	0.1399
5×10^4	0.0536	18.67	1.0978	1.089	0.4127	0.7528	0.1703
6×10^4	0.0487	20.55	1.1174	1.070	0.4462	0.8139	0.1991
7×10^4	0.0448	22.30	1.1370	1.052	0.4759	0.8680	0.2264
8×10^4	0.0418	23.95	1.1566	1.034	0.5024	0.9164	0.2524
9×10^4	0.0392	25.52	1.1761	1.017	0.5264	0.9602	0.2771
1×10^5	0.0370	27.02	1.1957	1.0000	0.5482	1.0000	0.3005
2×10^5	0.0251	39.87	1.3914	0.8597	0.6953	1.268	0.4835
3×10^5	0.0197	50.80	1.5871	0.7534	0.7765	1.416	0.6030
4×10^5	0.0164	60.83	1.7828	0.6707	0.8279	1.510	0.6854
5×10^5	0.0142	70.36	1.9785	0.6044	0.8629	1.574	0.7445
6×10^5	0.0126	79.57	2.1742	0.5500	0.8879	1.620	0.7884
7×10^5	0.0113	88.56	2.3698	0.5045	0.9066	1.654	0.8219
8×10^5	0.0103	97.38	2.5655	0.4661	0.9209	1.680	0.8481
9×10^5	0.0094	106.1	2.7612	0.4330	0.9321	1.700	0.8688
1×10^6	0.0087	114.7	2.9569	0.4044	0.9411	1.717	0.8856
2×10^6	0.0050	198.3	4.9138	0.2433	0.9791	1.786	0.9586
4×10^6	0.0028	361.5	8.8277	0.1354	0.9936	1.812	0.9872
6×10^6	0.0019	523.5	12.742	0.0938	0.9969	1.818	0.9938
8×10^6	0.0015	685.2	16.655	0.0718	0.9982	1.821	0.9964
1×10^7	0.0012	846.8	20.569	0.0581	0.9988	1.822	0.9976

附录Ⅲ 电子的原子散射振幅^[92]

资料来自伊博(J. A. Ibers)^[92], 这些数值是按电子的静止质量计算的。散射振幅 f 以 0.1nm 为单位。对于能量为 E 的电子, 应当用相对论因子 $\frac{m}{m_0} = [1 - (v/c)^2]^{-\frac{1}{2}}$ 去乘它们, 相对论因子已在附录Ⅱ中给出。

表Ⅲ-1 原子对电子的散射振幅 f , 单位 0.1nm, 自洽场计算

Z	(sinθ)/λ(10nm ⁻¹)																
	0.00	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00	1.10	1.20
H	1	0.529	0.508	0.453	0.382	0.311	0.249	0.199	0.160	0.131	0.089	0.064	0.048	0.037	0.029	0.024	0.017
He	2	(0.445)	0.431	0.403	0.363	0.328	0.228	0.250	0.216	0.188	0.142	0.109	0.086	0.068	0.055	0.016	0.038 0.032
La	3	3.31	2.78	1.88	1.17	0.75	0.53	0.40	0.31	0.26	0.19	0.14	0.11	0.09	0.08	0.06	0.05 0.05
Be	4	3.09	2.82	2.23	1.63	1.16	0.83	0.61	0.47	0.37	0.25	0.19	0.15	0.12	0.10	0.08	0.07 0.06
B	5	2.82	2.62	2.24	1.78	1.37	1.04	0.80	0.62	0.50	0.33	0.24	0.18	0.14	0.12	0.10	0.08 0.07
C	6	2.45	2.26	2.09	1.74	1.43	1.15	0.92	0.74	0.60	0.41	0.30	0.22	0.18	0.14	0.12	0.10 0.08
N	7	2.20	2.10	1.91	1.68	1.44	1.20	1.00	0.83	0.69	0.48	0.35	0.27	0.21	0.17	0.14	0.11 0.10
O	8	2.01	1.95	1.80	1.62	1.42	1.22	1.04	0.88	0.75	0.54	0.40	0.31	0.24	0.19	0.16	0.13 0.11
F	9	(1.84)	(1.77)	1.69	(1.53)	1.38	(1.20)	1.05	(0.91)	0.78	0.59	0.44	0.35	0.27	0.22	0.18	0.15 (0.13)
Ne	10	(1.66)	1.59	1.53	1.43	1.30	1.17	1.04	0.92	0.80	0.48	0.38	0.30	0.30	0.24	0.20	0.17 0.14
Na	11	4.89	4.21	2.97	2.11	1.59	1.29	1.09	0.95	0.83	0.64	0.51	0.40	0.33	0.27	0.22	0.18 0.16
Mg	12	5.01	4.60	3.59	2.63	1.95	1.50	1.21	1.01	0.87	0.67	0.53	0.43	0.35	0.29	0.24	0.20 0.17
Al	13	(6.1)	5.36	4.24	3.13	2.30	1.73	1.36	1.11	0.93	0.70	0.55	0.45	0.36	0.30	0.25	0.22 (0.19)
Si	14	(6.0)	5.26	4.40	3.41	2.59	1.97	1.54	1.23	1.02	0.74	0.58	0.47	0.38	0.32	0.27	0.23 (0.20)
P	15	(5.4)	5.07	4.38	3.55	2.79	2.17	1.70	1.36	1.12	0.80	0.61	0.49	0.40	0.33	0.28	0.24 0.21
S	16	(4.7)	4.40	4.00	3.46	2.87	2.32	1.86	1.50	1.22	0.86	0.64	0.51	0.42	0.35	0.30	0.25 0.22
Cl	17	(4.6)	4.31	4.00	3.53	2.99	2.47	2.01	1.63	1.34	0.93	0.69	0.54	0.44	0.37	0.31	0.26 0.23
	18	4.71	4.40	4.07	3.56	3.03	2.52	2.07	1.71	1.42	1.00	0.74	0.58	0.46	0.38	0.32	0.27 0.24
	19	(9.0)	(7.0)	5.43	(4.10)	3.15	(2.60)	2.14	(1.00)	1.49	1.07	0.79	0.61	0.49	0.40	0.34	0.29 (0.25)
Ca	20	10.46	8.71	6.40	4.54	3.40	2.69	2.20	1.84	1.55	1.12	0.84	0.65	0.52	0.42	0.35	0.30 0.26
Sc	21	(9.7)	8.35	6.30	4.63	3.50	2.75	2.29	1.92	1.62	1.18	0.89	0.69	0.54	0.44	0.37	0.32 (0.27)
Ti	22	(8.9)	7.95	6.20	4.63	3.55	2.84	2.34	(1.97)	1.67	1.23	0.93	0.72	0.57	0.47	0.39	0.33 0.29
V	23	(8.4)	7.60	6.08	4.60	3.57	2.88	2.39	(2.02)	1.72	1.28	0.97	0.76	0.60	0.49	0.41	0.35 0.30
Cr	24	(8.0)	7.26	5.86	4.55	3.56	2.89	2.42	2.06	1.76	1.32	1.01	0.80	0.63	0.51	0.43	0.36 (0.31)
Mn	25	(7.7)	7.00	5.72	4.48	3.55	2.91	2.44	(2.08)	1.79	1.36	1.04	0.83	0.66	0.54	0.45	0.38 0.32
Fe	26	(7.4)	6.70	5.55	4.41	3.54	2.91	2.45	(2.11)	1.82	1.39	1.08	0.86	0.69	0.56	0.47	0.39 0.34
Co	27	(7.1)	6.41	5.41	4.34	3.51	2.91	2.46	(2.12)	1.84	1.42	1.11	0.89	0.71	0.58	0.49	0.41 0.35
Ni	28	(6.8)	6.22	5.27	4.27	3.48	2.90	2.47	(2.13)	1.86	1.46	1.14	0.92	0.74	0.61	0.50	0.43 0.36

续表

Z	$(\sin\theta)/\lambda (10\text{nm}^{-1})$																
	0.00	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00	1.10	1.20
Cu	29 (6.5)	6.00	5.14	4.19	3.44	2.88	2.46	2.12	1.87	1.47	1.16	0.95	0.77	0.63	0.52	0.45	(0.38)
Zn	30 6.2	5.84	4.98	4.11	3.39	2.86	2.45	(2.11)	1.88	1.48	1.19	0.96	0.78	0.65	0.54	0.46	0.39
Ga	31 (7.5)	6.70	5.62	4.51	3.64	3.00	2.53	2.18	1.91	1.50	1.20	0.98	0.81	0.67	0.56	0.47	0.41
Ge	32 (7.8)	6.89	5.93	4.81	3.87	3.16	2.63	2.24	1.94	1.51	1.22	0.99	0.83	0.69	0.58	0.49	0.42
As	33 (7.8)	6.99	6.05	5.01	4.07	3.32	2.74	2.31	1.99	1.54	1.23	1.01	0.85	0.71	0.59	0.50	0.43
Se	34 (7.7)	6.99	6.15	5.18	4.24	3.47	2.86	2.40	2.05	1.57	1.23	1.02	0.86	0.72	0.61	0.52	0.44
Br	35 (7.3)	6.80	6.15	5.25	4.37	3.60	2.97	2.49	2.12	1.60	1.27	1.04	0.88	0.73	0.62	0.53	0.45
Kr	36 (7.1)	6.70	6.13	5.31	4.47	3.71	3.08	2.58	2.19	1.64	1.29	1.05	0.90	0.75	0.64	0.55	0.47
Ag	47 (8.8)	8.24	7.47	6.51	5.58	4.75	4.05	3.46	2.97	2.22	1.70	1.35	1.09	0.90	0.76	0.66	0.57
W	74 (14)	—	11.80	—	7.43	—	5.16	—	3.85	2.99	2.39	1.96	1.63	1.38	1.18	1.02	0.89
Hg	80 (13.3)	12.26	10.82	9.18	7.70	6.48	5.50	4.72	4.09	3.16	2.51	2.05	1.70	1.44	1.23	1.07	0.93

注:()中的值是内插值或外插值,不在()中的 $\sin\theta/\lambda=0$ 时的值是计算值

表Ⅲ-2 原子($Z=20\sim 104$)对电子的散射振幅 f (单位 0.1nm)
托马斯—费米—狄拉克模型计算

Z	$(\sin\theta)/\lambda(10\text{nm}^{-1})$																				
	0.00	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.50	
Ca	20	5.4	5.08	4.57	3.85	3.13	2.52	2.06	1.72	1.45	1.07	0.82	0.65	0.53	0.44	0.37	0.31	0.27	0.23	0.20	0.18
Sc	21	5.6	5.27	4.72	3.98	3.24	2.61	2.14	1.78	1.51	1.12	0.86	0.68	0.55	0.45	0.38	0.32	0.28	0.24	0.21	0.19
Ti	22	5.8	5.46	4.88	4.12	3.35	2.70	2.21	1.85	1.57	1.16	0.89	0.71	0.57	0.47	0.40	0.34	0.29	0.25	0.22	0.20
V	23	5.9	5.65	5.03	4.24	3.45	2.79	2.29	1.91	1.62	1.20	0.93	0.74	0.60	0.49	0.41	0.35	0.30	0.26	0.23	0.21
Cr	24	6.1	5.84	5.17	4.37	3.56	2.88	2.36	1.98	1.68	1.25	0.96	0.76	0.62	0.51	0.43	0.37	0.32	0.27	0.24	0.21
Mn	25	6.2	5.93	5.34	4.49	3.66	2.97	2.43	2.04	1.73	1.29	0.99	0.79	0.64	0.53	0.45	0.38	0.33	0.29	0.25	0.22
Fe	26	6.4	6.13	5.48	4.62	3.76	3.05	2.51	2.10	1.79	1.33	1.03	0.82	0.66	0.55	0.46	0.39	0.34	0.30	0.26	0.23
Co	27	6.5	6.32	5.62	4.73	3.87	3.14	2.58	2.16	1.84	1.37	1.06	0.84	0.69	0.57	0.48	0.41	0.35	0.31	0.27	0.24
Ni	28	6.7	6.41	5.74	4.85	3.97	3.22	2.65	2.23	1.89	1.41	1.09	0.87	0.71	0.59	0.49	0.42	0.36	0.32	0.28	0.25
Cu	29	6.8	6.61	5.89	4.97	4.06	3.30	2.72	2.29	1.95	1.45	1.13	0.90	0.73	0.60	0.51	0.43	0.38	0.33	0.29	0.25
Zn	30	7.0	6.70	6.03	5.08	4.16	3.38	2.79	2.35	2.09	1.49	1.16	0.92	0.75	0.62	0.52	0.45	0.39	0.34	0.30	0.26
Ga	31	7.2	6.89	6.15	5.20	4.25	3.46	2.86	2.41	2.05	1.53	1.19	0.95	0.77	0.64	0.54	0.46	0.40	0.35	0.31	0.27
Ge	32	7.3	7.09	6.29	5.32	4.35	3.54	2.93	2.46	2.10	1.57	1.22	0.97	0.79	0.66	0.56	0.47	0.41	0.36	0.31	0.28
As	33	7.5	7.18	6.41	5.43	4.44	3.62	2.99	2.52	2.15	1.61	1.25	1.00	0.82	0.68	0.57	0.49	0.42	0.37	0.32	0.29
Se	34	7.6	7.37	6.65	5.53	4.54	3.70	3.06	2.58	2.20	1.65	1.28	1.02	0.84	0.70	0.59	0.50	0.43	0.38	0.33	0.29
Br	35	7.8	7.47	6.68	5.63	4.63	3.78	3.13	2.64	2.25	1.69	1.32	1.05	0.86	0.71	0.60	0.51	0.44	0.39	0.34	0.30
Kr	36	7.9	7.56	6.80	5.74	4.71	3.85	3.19	2.69	2.31	1.73	1.35	1.08	0.88	0.73	0.62	0.53	0.46	0.40	0.35	0.31
Rb	37	8.0	7.75	6.92	5.85	4.80	3.93	3.26	2.75	2.35	1.77	1.38	1.10	0.90	0.75	0.63	0.54	0.47	0.41	0.36	0.32
Sr	38	8.2	7.85	7.04	5.96	4.89	4.00	3.32	2.80	2.40	1.80	1.41	1.13	0.92	0.77	0.65	0.55	0.48	0.42	0.37	0.33
Y	39	8.3	8.04	7.16	6.06	4.98	4.07	3.38	2.86	2.45	1.84	1.44	1.15	0.94	0.78	0.66	0.57	0.49	0.43	0.38	0.33
Zr	40	8.5	8.14	7.28	6.16	5.06	4.15	3.45	2.91	2.50	1.88	1.47	1.17	0.96	0.80	0.68	0.58	0.50	0.44	0.39	0.34
Nb	41	8.6	8.23	7.40	6.27	5.15	4.22	3.51	2.97	2.54	1.92	1.50	1.20	0.98	0.82	0.69	0.59	0.51	0.45	0.39	0.35
Mo	42	8.7	8.42	7.52	6.36	5.24	4.29	3.57	3.02	2.59	1.95	1.53	1.22	1.00	0.84	0.71	0.69	0.52	0.46	0.40	0.36
Tc	43	8.9	8.52	7.63	6.47	5.31	4.36	3.63	3.08	2.64	1.99	1.56	1.25	1.02	0.85	0.72	0.62	0.53	0.47	0.41	0.37

续表

Z	$(\sin\theta)/\lambda(10\text{nm}^{-1})$																												
	0.00	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.50									
Ru	44	9.0	8.62	7.75	6.56	5.40	4.43	3.69	3.13	2.68	2.03	1.58	1.27	1.04	0.87	0.74	0.63	0.55	0.48	0.42	0.37								
Rh	45	9.1	8.81	7.85	6.66	5.48	4.50	3.75	3.18	2.73	2.06	1.61	1.30	1.06	0.89	0.75	0.64	0.56	0.49	0.43	0.38								
Pd	46	9.3	8.90	7.97	6.75	5.56	4.57	3.81	3.23	2.77	2.10	1.64	1.32	1.08	0.90	0.77	0.66	0.57	0.50	0.44	0.39								
Ag	47	9.4	9.00	8.07	6.85	5.64	4.64	3.87	3.28	2.82	2.13	1.67	1.34	1.10	0.92	0.78	0.67	0.58	0.51	0.45	0.40								
Cd	48	9.5	9.19	8.19	6.95	5.72	4.71	3.93	3.34	2.86	2.17	1.71	1.37	1.12	0.94	0.79	0.68	0.59	0.52	0.46	0.40								
In	49	9.6	9.29	8.31	7.03	5.80	4.78	3.99	3.39	2.91	2.20	1.73	1.39	1.14	0.95	0.81	0.69	0.60	0.53	0.46	0.41								
Sn	50	9.8	9.38	8.40	7.13	5.88	4.84	4.05	3.44	2.95	2.24	1.76	1.41	1.16	0.97	0.82	0.71	0.61	0.54	0.47	0.42								
Sb	51	9.9	9.48	8.50	7.22	5.95	4.91	4.10	3.49	3.00	2.27	1.79	1.44	1.18	0.99	0.84	0.72	0.62	0.55	0.48	0.43								
Te	52	10.0	9.57	8.62	7.31	6.03	4.97	4.16	3.54	3.04	2.31	1.81	1.46	1.20	1.00	0.85	0.73	0.63	0.55	0.49	0.44								
P	53	10.1	9.77	8.71	7.39	6.11	5.04	4.22	3.59	3.08	2.34	1.84	1.48	1.22	1.02	0.87	0.74	0.64	0.56	0.50	0.44								
Xe	54	10.2	9.86	8.81	7.49	6.19	5.10	4.27	3.64	3.13	2.38	1.87	1.51	1.24	1.04	0.88	0.76	0.66	0.57	0.51	0.45								
Cs	55	10.4	9.96	8.93	7.57	6.26	5.17	4.33	3.68	3.17	2.41	1.90	1.53	1.26	1.05	0.89	0.77	0.67	0.58	0.52	0.46								
Ba	56	10.5	10.05	9.02	7.66	6.34	5.23	4.39	3.73	3.21	2.45	1.93	1.55	1.28	1.07	0.91	0.78	0.68	0.59	0.52	0.47								
La	57	10.6	10.15	9.12	7.75	6.40	5.30	4.44	3.78	3.26	2.48	1.95	1.57	1.30	1.09	0.92	0.79	0.69	0.60	0.53	0.47								
Ce	58	10.7	10.24	9.21	7.84	6.49	5.36	4.50	3.83	3.30	2.51	1.98	1.60	1.32	1.10	0.94	0.80	0.70	0.61	0.54	0.48								
Pr	59	10.8	10.44	9.31	7.92	6.56	5.42	4.55	3.88	3.34	2.55	2.01	1.62	1.33	1.12	0.95	0.82	0.71	0.62	0.55	0.49								
Nd	60	10.9	10.53	9.41	8.01	6.63	5.48	4.60	3.93	3.38	2.58	2.03	1.64	1.35	1.13	0.96	0.83	0.72	0.63	0.56	0.50								
Pm	61	11.0	10.63	9.53	8.10	6.70	5.55	4.66	3.97	3.43	2.61	2.06	1.66	1.37	1.15	0.98	0.84	0.73	0.64	0.57	0.50								
Sm	62	11.1	10.72	9.62	8.17	6.77	5.61	4.71	4.02	3.47	2.65	2.09	1.69	1.39	1.17	0.99	0.85	0.74	0.65	0.57	0.51								
Eu	63	11.2	10.82	9.72	8.25	6.85	5.67	4.77	4.07	3.51	2.68	2.11	1.71	1.41	1.18	1.00	0.86	0.75	0.66	0.58	0.52								
Gd	64	11.4	10.92	9.79	8.34	6.91	5.73	4.82	4.11	3.55	2.71	2.14	1.73	1.43	1.20	1.02	0.88	0.76	0.67	0.59	0.53								
Tb	65	11.5	11.01	9.88	8.42	6.98	5.79	4.87	4.16	3.59	2.74	2.17	1.75	1.45	1.21	1.03	0.89	0.77	0.68	0.60	0.53								
Dy	66	11.6	11.11	9.98	8.50	7.05	5.85	4.92	4.20	3.63	2.78	2.19	1.77	1.47	1.23	1.05	0.90	0.78	0.69	0.61	0.54								
Ho	67	11.7	11.20	10.08	8.58	7.12	5.91	4.98	4.25	3.67	2.81	2.22	1.80	1.48	1.25	1.06	0.91	0.79	0.70	0.61	0.55								
Er	68	11.8	11.30	10.17	8.66	7.19	5.97	5.03	4.30	3.71	2.84	2.25	1.82	1.50	1.26	1.07	0.92	0.80	0.70	0.62	0.56								
Tm	69	11.9	11.49	10.27	8.74	7.26	6.03	5.08	4.34	3.75	2.87	2.27	1.84	1.52	1.28	1.09	0.94	0.81	0.71	0.63	0.56								
Yb	70	12.0	11.59	10.36	8.82	7.33	6.09	5.13	4.39	3.79	2.91	2.30	1.86	1.54	1.29	1.10	0.95	0.82	0.72	0.64	0.57								
Lu	71	12.1	11.63	10.44	8.90	7.40	6.15	5.18	4.43	3.83	2.94	2.32	1.88	1.56	1.31	1.11	0.96	0.83	0.73	0.65	0.58								
Hf	72	12.2	11.78	10.53	8.98	7.46	6.20	5.23	4.48	3.87	2.97	2.35	1.90	1.58	1.32	1.13	0.97	0.84	0.74	0.66	0.58								
Ta	73	12.3	11.87	10.63	9.05	7.53	6.26	5.28	4.52	3.91	3.00	2.38	1.93	1.59	1.34	1.14	0.98	0.85	0.75	0.66	0.59								
W	74	12.4	11.97	10.72	9.13	7.59	6.32	5.33	4.56	3.95	3.03	2.40	1.95	1.61	1.35	1.15	0.99	0.86	0.76	0.67	0.60								
Re	75	12.5	12.06	10.79	9.21	7.66	6.36	5.38	4.61	3.99	3.06	2.43	1.97	1.63	1.37	1.17	1.01	0.87	0.77	0.68	0.61								
Os	76	12.6	12.16	10.89	9.29	7.72	6.43	5.43	4.65	4.03	3.09	2.45	1.99	1.65	1.38	1.18	1.02	0.89	0.78	0.69	0.61								
Ir	77	12.7	12.26	10.96	9.36	7.79	6.49	5.48	4.70	4.07	3.12	2.48	2.01	1.66	1.40	1.19	1.03	0.90	0.79	0.70	0.62								
Pt	78	12.8	12.35	11.06	9.44	7.86	6.55	5.53	4.74	4.11	3.16	2.50	2.03	1.68	1.42	1.21	1.04	0.91	0.80	0.71	0.63								
Au	79	12.9	12.45	11.13	9.51	7.92	6.60	5.58	4.78	4.14	3.19	2.53	2.05	1.70	1.43	1.22	1.05	0.92	0.80	0.71	0.64								
Hg	80	13.0	12.54	11.23	9.58	7.98	6.66	5.63	4.83	4.18	3.22	2.55	2.07	1.72	1.45	1.23	1.06	0.93	0.81	0.72	0.64								
Tl	81	13.1	12.64	11.32	9.66	8.05	6.71	5.68	4.87	4.22	3.25	2.58	2.10	1.74	1.46	1.25	1.07	0.94	0.82	0.73	0.65								
Pb	82	13.2	12.69	11.39	9.74	8.11	6.77	5.72	4.91	4.26	3.28	2.60	2.12	1.75	1.48	1.26	1.09	0.95	0.83	0.74	0.66								
Bi	83	13.2	12.75	11.49	9.81	8.18	6.82	5.77	4.95	4.30	3.31	2.63	2.14	1.77	1.49	1.27	1.10	0.96	0.84	0.74	0.66								
Po	84	13.3	12.83	11.56	9.87	8.24	6.88	5.82	4.99	4.33	3.34	2.65	2.16	1.79	1.51	1.28	1.11	0.97	0.85	0.75	0.67								
At	85	13.4	12.93	11.66	9.95	8.30	6.93	5.87	5.04	4.37	3.37	2.68	2.18	1.81	1.52	1.30	1.12	0.98	0.86	0.76	0.68								
Rn	86	13.5	13.02	11.73	10.02	8.36	6.98	5.92	5.08	4.41	3.40	2.70	2.20	1.82	1.54	1.31	1.13	0.99	0.87	0.77	0.69								

续表

Z		$(\sin\theta)/\lambda(10\text{nm}^{-1})$																			
		0.00	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.50
Fr	87	13.6	13.12	11.80	10.10	8.42	7.04	5.96	5.12	4.44	3.43	2.73	2.22	1.84	1.55	1.32	1.14	1.00	0.88	0.78	0.69
Ra	88	13.7	13.22	11.90	10.16	8.49	7.09	6.01	5.16	4.48	3.46	2.75	2.24	1.86	1.56	1.34	1.15	1.01	0.88	0.78	0.70
Ac	89	13.8	13.31	11.97	10.24	8.55	7.14	6.06	5.20	4.52	3.49	2.78	2.27	1.87	1.58	1.35	1.16	1.02	0.89	0.79	0.71
Th	90	13.9	13.41	12.04	10.30	8.61	7.20	6.10	5.24	4.55	3.52	2.80	2.29	1.89	1.59	1.36	1.18	1.03	0.90	0.80	0.71
Pa	91	14.0	13.50	12.14	10.37	8.67	7.25	6.15	5.28	4.59	3.55	2.82	2.31	1.91	1.61	1.37	1.19	1.04	0.91	0.81	0.72
U	92	14.1	13.60	12.21	10.45	8.73	7.31	6.19	5.32	4.63	3.58	2.85	2.33	1.93	1.62	1.39	1.20	1.04	0.92	0.82	0.73
Np	93	14.2	13.69	12.28	10.51	8.79	7.35	6.24	5.37	4.66	3.61	2.87	2.35	1.94	1.64	1.40	1.21	1.05	0.93	0.82	0.73
Pu	94	14.3	13.77	12.38	10.59	8.85	7.41	6.28	5.41	4.70	3.63	2.90	2.37	1.96	1.65	1.41	1.22	1.06	0.94	0.83	0.74
Am	95	14.4	13.83	12.45	10.65	8.91	7.46	6.33	5.45	4.74	3.66	2.92	2.39	1.98	1.67	1.43	1.23	1.07	0.95	0.84	0.75
Cm	96	14.4	13.90	12.52	10.71	8.97	7.51	6.38	5.49	4.77	3.69	2.91	2.41	1.99	1.68	1.44	1.24	1.08	0.95	0.85	0.76
Bk	97	14.5	13.98	12.59	10.79	9.03	7.56	6.42	5.53	4.81	3.72	2.97	2.43	2.01	1.70	1.45	1.25	1.09	0.96	0.85	0.76
Cf	98	14.6	14.08	12.69	10.85	9.09	7.61	6.47	5.57	4.84	3.75	2.99	2.45	2.03	1.71	1.46	1.26	1.10	0.97	0.86	0.77
Es	99	14.7	14.17	12.76	10.92	9.14	7.67	6.51	5.61	4.88	3.76	3.01	2.47	2.04	1.73	1.48	1.28	1.11	0.98	0.87	0.78
Fm	100	14.8	14.27	12.83	10.99	9.20	7.72	6.56	5.65	4.91	3.81	3.04	2.49	2.06	1.74	1.49	1.29	1.12	0.99	0.88	0.79
Md	101	14.9	14.37	12.90	11.05	9.26	7.77	6.69	5.69	4.95	3.84	3.06	2.51	2.08	1.75	1.50	1.30	1.13	1.00	0.88	0.79
No	102	15.0	14.46	12.96	11.12	9.33	7.82	6.64	5.73	4.98	3.87	3.09	2.53	2.10	1.77	1.51	1.31	1.14	1.01	0.89	0.80
	103	15.1	14.56	13.05	11.18	9.37	7.86	6.69	5.76	5.02	3.89	3.11	2.54	2.11	1.78	1.53	1.32	1.15	1.01	0.90	0.80
	104	15.2	14.66	13.12	11.25	9.43	7.91	6.73	5.80	5.05	3.92	3.13	2.56	2.13	1.80	1.54	1.33	1.16	1.02	0.94	0.81

附录Ⅳ 立方晶系电子衍射花样 特征平行四边形参数表

(1) 面心立方特征基本平行四边形表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a/\sqrt{N})$	膜 面	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$
1	1.000	1.000	$a/2.828$	[111]	(2 0 $\bar{2}$)	(0 2 $\bar{2}$)
2	1.000	1.026	$a/4.359$	[$\bar{3}56$]	(1 3 $\bar{3}$)	($\bar{3}$ 3 $\bar{1}$)
3	1.000	1.038	$a/7.211$	[469]	(6 $\bar{4}$ 0)	(0 $\bar{6}$ 4)
4	1.000	1.054	$a/6.000$	[256]	($\bar{4}$ 4 $\bar{2}$)	(2 4 $\bar{4}$)
5	1.000	1.095	$a/4.472$	[124]	(0 4 $\bar{2}$)	($\bar{4}$ 2 0)
6	1.000	1.155	$a/1.732$	[011]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 1 $\bar{1}$)
7	1.000	1.183	$a/6.324$	[139]	(6 $\bar{2}$ 0)	(0 $\bar{6}$ 2)
8	1.000	1.291	$a/4.899$	[135]	(4 2 $\bar{2}$)	($\bar{2}$ 4 2)
9	1.000	1.414	$a/2.000$	[001]	(2 0 0)	(0 2 0)
10	1.026	1.192	$a/4.359$	[129]	(3 3 $\bar{1}$)	(4 $\bar{2}$ 0)
11	1.026	1.357	$a/4.359$	[$\bar{3}67$]	(1 3 $\bar{3}$)	($\bar{4}$ 2 0)
12	1.038	1.387	$a/7.211$	[689]	($\bar{6}$ 0 4)	(2 6 4)
13	1.054	1.374	$a/6.000$	[267]	(2 4 $\bar{4}$)	(6 $\bar{2}$ 0)
14	1.095	1.341	$a/4.472$	[234]	($\bar{4}$ 0 2)	($\bar{2}$ 4 $\bar{2}$)
15	1.124	1.192	$a/4.359$	[149]	($\bar{3}$ 3 $\bar{1}$)	(2 4 $\bar{2}$)
16	1.124	1.357	$a/4.359$	[259]	(3 $\bar{3}$ 1)	(4 2 $\bar{2}$)
17	1.124	1.357	$a/4.359$	[567]	(3 $\bar{1}$ 3)	(2 $\bar{4}$ 2)
18	1.140	1.304	$a/6.234$	[269]	(6 $\bar{2}$ 0)	(0 $\bar{6}$ 4)
19	1.173	1.173	$a/2.828$	[114]	(2 2 0)	($\bar{3}$ $\bar{1}$ 1)
20	1.173	1.541	$a/2.828$	[233]	(0 $\bar{2}$ 2)	(3 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
21	1.183	1.183	$a/6.324$	[359]	(6 0 $\bar{2}$)	(2 6 $\bar{4}$)
22	1.183	1.483	$a/6.324$	[379]	(6 0 $\bar{2}$)	(2 $\bar{6}$ 4)
23	1.192	1.376	$a/4.359$	[378]	($\bar{1}$ $\bar{3}$ 3)	($\bar{5}$ 1 1)
24	1.202	1.247	$a/6.000$	[467]	(4 2 $\bar{4}$)	(6 $\bar{4}$ 0)
25	1.207	1.338	$a/4.899$	[789]	(2 $\bar{4}$ 2)	(5 $\bar{1}$ 3)
26	1.225	1.472	$a/4.899$	[146]	(4 2 $\bar{2}$)	(4 $\bar{4}$ 2)
27	1.247	1.374	$a/6.000$	[278]	(2 4 $\bar{4}$)	($\bar{6}$ 4 $\bar{2}$)
28	1.247	1.527	$a/6.000$	[568]	(4 2 $\bar{4}$)	($\bar{4}$ 6 $\bar{2}$)
29	1.291	1.527	$a/4.899$	[137]	(2 4 $\bar{2}$)	(6 $\bar{2}$ 0)
30	1.314	1.348	$a/3.316$	[136]	($\bar{3}$ $\bar{1}$ 1)	($\bar{3}$ 3 $\bar{1}$)
31	1.314	1.477	$a/3.316$	[345]	($\bar{3}$ 1 1)	($\bar{1}$ $\bar{3}$ 3)
32	1.341	1.414	$a/4.472$	[126]	(4 $\bar{2}$ 0)	(4 4 $\bar{2}$)
33	1.341	1.673	$a/4.472$	[245]	(4 2 0)	($\bar{2}$ 4 4)
34	1.348	1.567	$a/3.316$	[127]	($\bar{1}$ $\bar{3}$ 1)	(4 $\bar{2}$ 0)
35	1.357	1.376	$a/4.359$	[479]	($\bar{3}$ 3 $\bar{1}$)	($\bar{5}$ $\bar{1}$ 3)
36	1.357	1.451	$a/4.359$	[389]	(1 3 $\bar{3}$)	($\bar{5}$ 3 $\bar{1}$)
37	1.357	1.654	$a/4.359$	[679]	(1 3 $\bar{3}$)	($\bar{5}$ 3 1)
38	1.374	1.563	$a/6.000$	[289]	(2 4 $\bar{4}$)	(8 $\bar{2}$ 0)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a/\sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
39	1.376	1.638	$a/4.359$	{589}	(3 $\bar{3}$ 1)	(4 2 $\bar{4}$)
40	1.414	1.612	$a/4.472$	{236}	(0 4 $\bar{2}$)	(6 0 $\bar{2}$)
41	1.472	1.683	$a/4.899$	{238}	($\bar{2}$ 4 2)	(6 $\bar{4}$ 0)
42	1.472	1.683	$a/4.899$	{456}	(2 $\bar{4}$ 2)	(6 0 $\bar{4}$)
43	1.477	1.567	$a/3.316$	{237}	(1 $\bar{3}$ 1)	($\bar{4}$ $\bar{2}$ 2)
44	1.477	1.784	$a/3.316$	{147}	(3 1 $\bar{1}$)	(2 $\bar{4}$ 2)
45	1.527	1.527	$a/4.899$	{157}	(4 2 $\bar{2}$)	($\bar{2}$ 6 $\bar{4}$)
46	1.527	1.732	$a/4.899$	{357}	($\bar{2}$ 4 $\bar{2}$)	(6 2 $\bar{4}$)
47	1.541	1.541	$a/2.828$	{334}	($\bar{2}$ 2 0)	($\bar{3}$ $\bar{1}$ 3)
48	1.541	1.837	$a/2.828$	{116}	(2 $\bar{2}$ 0)	(3 3 $\bar{1}$)
49	1.567	1.809	$a/3.316$	{138}	($\bar{1}$ 3 $\bar{1}$)	($\bar{5}$ $\bar{1}$ 1)
50	1.581	1.581	$a/2.828$	{122}	(0 2 $\bar{2}$)	(4 0 $\bar{2}$)
51	1.612	1.673	$a/4.472$	{346}	(4 0 $\bar{2}$)	(0 6 $\bar{4}$)
52	1.633	1.915	$a/1.732$	{112}	($\bar{1}$ $\bar{1}$ 1)	(2 $\bar{2}$ 0)
53	1.658	1.658	$a/2.000$	{013}	($\bar{2}$ 0 0)	($\bar{1}$ 3 $\bar{1}$)
54	1.673	1.844	$a/4.472$	{128}	(4 $\bar{2}$ 0)	(4 6 $\bar{2}$)
55	1.673	1.844	$a/4.472$	{247}	(4 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{6}$ 4)
56	1.683	1.683	$a/4.899$	{258}	(2 $\bar{4}$ 2)	($\bar{6}$ $\bar{4}$ 4)
57	1.683	1.871	$a/4.899$	{168}	(4 2 $\bar{2}$)	($\bar{4}$ 6 $\bar{4}$)
58	1.732	1.732	$a/2.828$	{113}	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{4}$ 2)
59	1.732	1.915	$a/4.899$	{159}	(2 $\bar{4}$ 2)	(8 2 $\bar{2}$)
60	1.784	1.809	$a/3.316$	{158}	(3 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 5 3)
61	1.784	1.907	$a/3.316$	{239}	($\bar{3}$ $\bar{1}$ 1)	($\bar{3}$ 5 $\bar{1}$)
62	1.784	1.809	$a/3.316$	{457}	(3 $\bar{1}$ $\bar{1}$)	(1 $\bar{5}$ 3)
63	1.837	2.091	$a/2.828$	{255}	(0 2 $\bar{2}$)	(5 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
64	1.844	1.897	$a/4.472$	{148}	(0 $\bar{4}$ 2)	(8 $\bar{2}$ 0)
65	1.897	2.049	$a/4.472$	{348}	(0 4 $\bar{2}$)	($\bar{8}$ 2 2)
66	1.907	1.977	$a/3.316$	{349}	(1 $\bar{3}$ 1)	(6 0 $\bar{2}$)
67	1.915	2.081	$a/4.899$	{179}	(4 2 $\bar{2}$)	(6 $\bar{6}$ 4)
68	1.977	2.174	$a/3.316$	{169}	(3 1 $\bar{1}$)	(3 $\bar{5}$ 3)
69	2.000	2.153	$a/3.316$	{125}	(3 1 $\bar{1}$)	($\bar{2}$ 6 $\bar{2}$)
70	2.041	2.198	$a/4.899$	{678}	(2 $\bar{4}$ 2)	(8 0 $\bar{6}$)
71	2.049	2.098	$a/4.472$	{249}	(4 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{8}$ 4)
72	2.049	2.280	$a/4.472$	{458}	(4 0 $\bar{2}$)	(2 $\bar{8}$ 4)
73	2.081	2.236	$a/4.899$	{579}	(2 $\bar{4}$ 2)	($\bar{8}$ $\bar{2}$ 6)
74	2.091	2.091	$a/2.828$	{118}	($\bar{2}$ 2 0)	(5 $\bar{3}$ 1)
75	2.091	2.091	$a/2.828$	{455}	(0 2 $\bar{2}$)	(5 $\bar{1}$ $\bar{3}$)
76	2.098	2.236	$a/4.472$	{368}	(4 $\bar{2}$ 0)	(4 6 $\bar{6}$)
77	2.121	2.121	$a/2.828$	{223}	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{4}$ 4)
78	2.153	2.256	$a/3.316$	{578}	($\bar{3}$ 1 1)	($\bar{1}$ $\bar{5}$ 5)
79	2.174	2.316	$a/3.316$	{569}	($\bar{3}$ 1 1)	(0 6 $\bar{4}$)
80	2.236	2.236	$a/2.828$	{133}	(0 $\bar{2}$ 2)	(6 0 2)
81	2.236	2.449	$a/2.000$	{012}	(2 0 0)	(0 4 $\bar{2}$)
82	2.280	2.408	$a/4.472$	{478}	(4 0 $\bar{2}$)	($\bar{2}$ 8 $\bar{6}$)
83	2.318	2.318	$a/2.828$	{338}	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{3}$ $\bar{5}$ 3)
84	2.318	2.525	$a/2.828$	{556}	(2 $\bar{2}$ 0)	(3 3 $\bar{5}$)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{R_1} (= a \sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
85	2.517	2.582	$a/1.732$	[123]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{3}$ 3 $\bar{1}$)
86	2.525	2.715	$a/2.828$	[277]	(0 2 $\bar{2}$)	(7 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
87	2.569	2.607	$a/4.472$	[489]	(4 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{8}$ 8)
88	2.598	2.598	$a/2.000$	[015]	($\bar{2}$ 0 0)	($\bar{1}$ $\bar{5}$ 1)
89	2.646	2.646	$a/2.828$	[115]	($\bar{2}$ 2 0)	(4 6 $\bar{2}$)
90	2.715	2.715	$a/2.828$	[477]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{7}$ 3 1)
91	2.715	2.715	$a/2.828$	[558]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{3}$ $\bar{5}$ 5)
92	2.894	3.062	$a/2.828$	[677]	(0 $\bar{2}$ 2)	(7 $\bar{3}$ $\bar{3}$)
93	2.915	2.915	$a/2.828$	[144]	(0 2 2)	(8 0 $\bar{2}$)
94	2.915	2.915	$a/2.828$	[225]	($\bar{2}$ 2 0)	(4 6 $\bar{4}$)
95	2.958	2.958	$a/2.000$	[035]	($\bar{2}$ 0 0)	($\bar{1}$ $\bar{5}$ 3)
96	3.221	3.221	$a/2.828$	[778]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{3}$ $\bar{5}$ 7)
97	3.221	3.372	$a/2.828$	[299]	(0 2 $\bar{2}$)	(9 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
98	3.240	3.240	$a/2.828$	[344]	(0 $\bar{2}$ 2)	(8 $\bar{2}$ 4)
99	3.317	3.317	$a/2.828$	[335]	(2 $\bar{2}$ 0)	(4 $\bar{6}$ 6)
100	3.372	3.372	$a/2.828$	[499]	(0 $\bar{2}$ 2)	(9 $\bar{3}$ $\bar{1}$)
101	3.415	3.464	$a/1.732$	[134]	(1 1 $\bar{1}$)	(5 $\bar{3}$ 1)
102	3.570	3.570	$a/2.000$	[017]	(2 0 0)	(1 $\bar{7}$ 1)
103	3.605	3.605	$a/2.828$	[155]	(0 $\bar{2}$ 2)	($\bar{1}$ $\bar{0}$ 0 2)
104	3.605	3.741	$a/2.000$	[023]	(2 0 0)	(0 6 $\bar{4}$)
105	3.605	3.605	$a/2.828$	[117]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{6}$ $\bar{8}$ 2)
106	3.791	3.791	$a/2.828$	[899]	(0 2 $\bar{2}$)	(9 $\bar{3}$ $\bar{5}$)
107	3.807	3.807	$a/2.828$	[445]	(2 $\bar{2}$ 0)	(4 $\bar{6}$ 8)
108	3.807	3.807	$a/2.828$	[227]	($\bar{2}$ 2 0)	(6 8 $\bar{4}$)
109	3.840	3.840	$a/2.000$	[037]	(2 0 0)	(1 $\bar{7}$ 3)
110	3.873	3.873	$a/2.828$	[355]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 0 $\bar{2}$ $\bar{4}$)
111	4.123	4.123	$a/2.828$	[337]	(2 $\bar{2}$ 0)	(8 6 $\bar{6}$)
112	4.123	4.163	$a/1.732$	[235]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{5}$ $\bar{5}$ $\bar{1}$)
113	4.123	4.243	$a/2.000$	[014]	(2 0 0)	(0 8 $\bar{2}$)
114	4.301	4.301	$a/2.828$	[166]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 2 0 $\bar{2}$)
115	4.320	4.434	$a/1.732$	[145]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{6}$ 4 $\bar{2}$)
116	4.330	4.330	$a/2.000$	[057]	(2 0 0)	(1 7 $\bar{5}$)
117	4.528	4.528	$a/2.828$	[447]	($\bar{2}$ 2 0)	(6 8 $\bar{8}$)
118	4.555	4.555	$a/2.000$	[019]	(2 0 0)	(1 $\bar{9}$ 1)
119	4.582	4.582	$a/2.828$	[119]	($\bar{2}$ 2 0)	(8 1 0 $\bar{2}$)
120	4.743	4.743	$a/2.828$	[229]	($\bar{2}$ 2 0)	(8 1 0 $\bar{4}$)
121	4.950	4.950	$a/2.828$	[566]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 2 $\bar{4}$ $\bar{6}$)
122	5.000	5.000	$a/2.828$	[177]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ $\bar{4}$ 2 0)
123	5.000	5.000	$a/2.828$	[557]	(2 2 0)	(8 6 $\bar{1}$ $\bar{0}$)
124	5.000	5.099	$a/2.000$	[034]	(2 0 0)	(0 8 $\bar{6}$)
125	5.172	5.172	$a/2.000$	[059]	(2 0 0)	(1 9 $\bar{5}$)
126	5.196	5.196	$a/2.828$	[377]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ $\bar{4}$ 4 2)
127	5.260	5.291	$a/1.732$	[156]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{7}$ 5 $\bar{3}$)
128	5.338	5.338	$a/2.828$	[449]	(2 $\bar{2}$ 0)	(8 $\bar{1}$ 0 8)
129	5.385	5.477	$a/2.000$	[025]	($\bar{2}$ 0 0)	(0 $\bar{1}$ 0 4)
130	5.522	5.522	$a/2.828$	[667]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{6}$ $\bar{8}$ 1 2)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a \sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
131	5.568	5.568	$a/2.828$	[577]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 4 $\bar{4}$ 6)
132	5.701	5.071	$a/2.828$	[188]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ 6 0 2 0)
133	5.722	5.722	$a/2.000$	[079]	(2 0 0)	(1 $\bar{9}$ 7)
134	5.745	5.774	$a/1.732$	[347]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{7}$ 7 $\bar{1}$)
135	5.745	5.745	$a/2.828$	[559]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{8}$ $\bar{1}$ 0 1 0)
136	5.874	5.874	$a/2.828$	[388]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ $\bar{6}$ 4 2)
137	5.888	5.973	$a/1.732$	[257]	(1 1 $\bar{1}$)	(8 $\bar{6}$ 2)
138	6.082	6.163	$a/2.000$	[016]	(2 0 0)	(0 1 2 $\bar{2}$)
139	6.191	6.219	$a/1.732$	[167]	(1 1 $\bar{1}$)	(9 $\bar{5}$ 3)
140	6.205	6.205	$a/2.828$	[588]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 6 $\bar{4}$ 6)
141	6.043	6.403	$a/2.828$	[199]	(0 2 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ $\bar{8}$ 2 0)
142	6.043	6.480	$a/2.000$	[045]	(2 0 0)	(0 1 0 $\bar{8}$)
143	6.609	6.634	$a/1.732$	[358]	(1 1 $\bar{1}$)	(9 $\bar{7}$ 1)
144	6.671	6.671	$a/2.828$	[788]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 6 $\bar{6}$ 8)
145	6.709	6.709	$a/2.828$	[779]	(2 $\bar{2}$ 0)	($\bar{8}$ $\bar{1}$ 0 1 4)
146	6.856	6.856	$a/2.828$	[599]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 8 $\bar{4}$ 6)
147	7.117	7.188	$a/1.732$	[178]	(1 1 $\bar{1}$)	(1 0 $\bar{6}$ 4)
148	7.246	7.246	$a/2.828$	[889]	(2 $\bar{2}$ 0)	(1 0 8 $\bar{1}$ 6)
149	7.279	7.347	$a/2.000$	[027]	(2 0 0)	(0 1 4 $\bar{4}$)
150	7.280	7.280	$a/2.828$	[799]	(0 2 $\bar{2}$)	(1 8 $\bar{6}$ 8)
151	7.371	7.394	$a/1.732$	[459]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{9}$ 9 $\bar{1}$)
152	7.724	7.746	$a/1.732$	[279]	(1 1 $\bar{1}$)	(1 1 $\bar{7}$ 3)
153	7.810	7.873	$a/2.000$	[056]	(2 0 0)	(0 1 2 $\bar{1}$ 0)
154	8.063	8.126	$a/2.000$	[018]	(2 0 0)	(0 1 6 $\bar{2}$)
155	8.063	8.126	$a/2.000$	[047]	(2 0 0)	(0 1 4 $\bar{8}$)
156	8.063	8.083	$a/1.732$	[189]	(1 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ $\bar{1}$ 7 $\bar{5}$)
157	8.545	8.603	$a/2.000$	[038]	(2 0 0)	(0 1 6 6)
158	9.221	9.275	$a/2.000$	[029]	(2 0 0)	(0 1 8 4)
159	9.221	9.275	$a/2.000$	[067]	(2 0 0)	(0 1 4 $\bar{1}$ $\bar{2}$)
160	9.435	9.488	$a/2.000$	[058]	(2 0 0)	(0 $\bar{1}$ $\bar{6}$ 1 0)
161	9.850	9.900	$a/2.000$	[049]	(2 0 0)	(0 $\bar{1}$ $\bar{8}$ 8)
162	10.63	10.69	$a/2.000$	[078]	(2 0 0)	(0 1 6 $\bar{1}$ 4)
163	12.04	12.08	$a/2.000$	[089]	(2 0 0)	(0 $\bar{1}$ $\bar{8}$ 1 6)

(2) 体心立方特征基本平行四边形象

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a \sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
1	1.000	1.000	$a/1.414$	[111]	($\bar{1}$ 0 1)	(0 $\bar{1}$ 1)
2	1.000	1.183	$a/3.162$	[189]	(3 $\bar{1}$ 0)	(0 $\bar{3}$ 1)
3	1.000	1.195	$a/3.741$	[245]	(3 1 $\bar{2}$)	($\bar{1}$ 3 $\bar{2}$)
4	1.000	1.291	$a/2.449$	[135]	($\bar{2}$ $\bar{1}$ 1)	(1 $\bar{2}$ 1)
5	1.000	1.414	$a/1.414$	[001]	(1 $\bar{1}$ 0)	(1 1 0)
6	1.049	1.140	$a/4.472$	[367]	(4 $\bar{2}$ 0)	(3 2 $\bar{3}$)
7	1.049	1.225	$a/4.472$	[249]	(4 $\bar{2}$ 0)	(3 3 $\bar{2}$)
8	1.049	1.378	$a/4.472$	[368]	(4 $\bar{2}$ 0)	(2 3 $\bar{3}$)
9	1.054	1.202	$a/4.242$	[148]	($\bar{4}$ $\bar{1}$ 1)	(0 4 2)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a/\sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
10	1.054	1.291	$a/4.242$	[129]	($\bar{1}41$)	(4 $\bar{2}0$)
11	1.054	1.374	$a/4.242$	[348]	($\bar{4}11$)	(04 $\bar{2}$)
12	1.074	1.177	$a/5.099$	[589]	($\bar{1}4\bar{3}$)	($\bar{5}21$)
13	1.080	1.255	$a/3.464$	[235]	(2 $\bar{2}2$)	(2 $\bar{3}1$)
14	1.080	1.472	$a/3.464$	[145]	(22 $\bar{2}$)	(321)
15	1.087	1.414	$a/4.690$	[569]	(32 $\bar{3}$)	($\bar{3}4\bar{1}$)
16	1.095	1.183	$a/3.162$	[134]	($\bar{3}10$)	(2 $\bar{2}2$)
17	1.134	1.195	$a/3.741$	[127]	(32 $\bar{1}$)	($\bar{1}4\bar{1}$)
18	1.140	1.140	$a/4.472$	[458]	(40 $\bar{2}$)	(14 $\bar{3}$)
19	1.140	1.449	$a/4.472$	[478]	(40 $\bar{2}$)	(14 $\bar{3}$)
20	1.168	1.279	$a/4.690$	[289]	($\bar{3}3\bar{2}$)	($\bar{5}\bar{1}2$)
21	1.183	1.183	$a/3.162$	[359]	(30 $\bar{1}$)	(13 $\bar{2}$)
22	1.183	1.483	$a/3.162$	[379]	(30 $\bar{1}$)	(13 $\bar{2}$)
23	1.195	1.253	$a/3.741$	[346]	(2 $\bar{3}1$)	(40 $\bar{2}$)
24	1.195	1.464	$a/3.741$	[128]	(23 $\bar{1}$)	(420)
25	1.195	1.464	$a/3.741$	[247]	($\bar{1}32$)	(4 $\bar{2}0$)
26	1.195	1.558	$a/3.741$	[356]	(1 $\bar{3}2$)	(40 $\bar{2}$)
27	1.225	1.225	$a/2.000$	[012]	(200)	(12 $\bar{1}$)
28	1.291	1.414	$a/2.449$	[123]	(1 $\bar{2}1$)	(30 $\bar{1}$)
29	1.291	1.527	$a/2.449$	[137]	(12 $\bar{1}$)	(3 $\bar{1}0$)
30	1.304	1.449	$a/4.472$	[489]	(4 $\bar{2}0$)	(33 $\bar{4}$)
31	1.341	1.414	$a/3.162$	[126]	(0 $\bar{3}1$)	(411)
32	1.354	1.472	$a/3.464$	[156]	(22 $\bar{2}$)	($\bar{3}3\bar{2}$)
33	1.363	1.604	$a/3.741$	[158]	($\bar{1}32$)	($\bar{5}10$)
34	1.363	1.604	$a/3.741$	[457]	($\bar{2}3\bar{1}$)	(413)
35	1.414	1.453	$a/4.242$	[479]	(4 $\bar{1}\bar{1}$)	(24 $\bar{4}$)
36	1.414	1.483	$a/3.162$	[136]	(3 $\bar{1}0$)	(04 $\bar{2}$)
37	1.414	1.612	$a/3.162$	[236]	(30 $\bar{1}$)	(04 $\bar{2}$)
38	1.414	1.732	$a/1.414$	[011]	(01 $\bar{1}$)	(200)
39	1.464	1.604	$a/3.741$	[467]	($\bar{1}3\bar{2}$)	($\bar{5}12$)
40	1.472	1.581	$a/3.464$	[347]	(22 $\bar{2}$)	($\bar{3}4\bar{1}$)
41	1.472	1.779	$a/3.464$	[257]	(22 $\bar{2}$)	(4 $\bar{3}1$)
42	1.527	1.527	$a/2.449$	[157]	(21 $\bar{1}$)	(13 $\bar{2}$)
43	1.527	1.732	$a/2.449$	[357]	($\bar{1}21$)	(312)
44	1.527	1.826	$a/2.449$	[124]	(2 $\bar{1}1$)	(2 $\bar{3}1$)
45	1.558	1.773	$a/3.741$	[169]	(3 $\bar{2}1$)	($\bar{3}43$)
46	1.581	1.871	$a/2.000$	[013]	(200)	(031)
47	1.581	1.683	$a/3.464$	[167]	(22 $\bar{2}$)	(5 $\bar{2}1$)
48	1.604	1.647	$a/3.741$	[278]	($\bar{3}2\bar{1}$)	(24 $\bar{4}$)
49	1.604	1.732	$a/3.741$	[378]	(21 $\bar{2}$)	(442)
50	1.604	1.813	$a/3.741$	[568]	(2 $\bar{3}1$)	(4 $\bar{2}4$)
51	1.612	1.897	$a/3.162$	[256]	(30 $\bar{1}$)	(143)
52	1.647	1.927	$a/3.741$	[469]	(31 $\bar{2}$)	($\bar{3}5\bar{2}$)
53	1.683	1.779	$a/3.464$	[358]	(222)	(5 $\bar{3}0$)
54	1.732	1.775	$a/3.741$	[578]	($\bar{1}3\bar{2}$)	(51 $\bar{4}$)
55	1.732	1.732	$a/1.414$	[113]	($\bar{1}10$)	(12 $\bar{1}$)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{h_1} (= a \sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
56	1.732	1.897	$a/\sqrt{3}$	{138}	(3 $\bar{1}$ 0)	($\bar{1}$ 5 2)
57	1.732	1.915	$a/2$	{159}	(1 $\bar{2}$ 1)	(4 1 $\bar{1}$)
58	1.779	2.041	$a/\sqrt{3}$	{178}	(2 2 $\bar{2}$)	(5 $\bar{3}$ 2)
59	1.826	1.915	$a/2$	{234}	(1 $\bar{2}$ 1)	(4 0 $\bar{2}$)
60	1.826	2.081	$a/2$	{125}	(1 2 $\bar{1}$)	(4 $\bar{2}$ 0)
61	1.871	1.871	$a/2$	{023}	(2 0 0)	(1 3 $\bar{2}$)
62	1.871	1.958	$a/\sqrt{3}$	{459}	(2 2 $\bar{2}$)	(4 5 $\bar{1}$)
63	1.890	1.927	$a/\sqrt{3}$	{679}	(2 $\bar{3}$ 1)	(4 $\bar{3}$ 5)
64	1.897	2.049	$a/\sqrt{3}$	{267}	(3 $\bar{1}$ 0)	(2 4 $\bar{4}$)
65	1.915	2.082	$a/2$	{179}	(2 1 $\bar{1}$)	(3 $\bar{3}$ 2)
66	1.927	2.105	$a/\sqrt{3}$	{689}	(1 $\bar{3}$ 2)	(6 0 4)
67	1.949	2.098	$a/\sqrt{3}$	{239}	(0 $\bar{3}$ 1)	(6 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
68	1.958	2.041	$a/\sqrt{3}$	{279}	(2 2 $\bar{2}$)	(6 $\bar{3}$ 1)
69	2.041	2.121	$a/\sqrt{3}$	{189}	(2 2 $\bar{2}$)	(5 4 $\bar{3}$)
70	2.082	2.236	$a/2$	{579}	(1 $\bar{2}$ 1)	(4 $\bar{1}$ 3)
71	2.098	2.145	$a/\sqrt{3}$	{349}	(3 0 $\bar{1}$)	(2 $\bar{6}$ 2)
72	2.121	2.121	$a/2$	{014}	(2 0 0)	(1 4 $\bar{1}$)
73	2.236	2.280	$a/\sqrt{3}$	{269}	(3 $\bar{1}$ 0)	(3 5 $\bar{4}$)
74	2.236	2.236	$a/1$	{133}	(0 1 $\bar{1}$)	(3 0 $\bar{1}$)
75	2.380	2.449	$a/2$	{345}	(1 $\bar{2}$ 1)	(5 0 $\bar{3}$)
76	2.449	2.516	$a/2$	{146}	(2 1 $\bar{1}$)	(4 4 2)
77	2.449	2.646	$a/1$	{112}	(1 $\bar{1}$ 0)	(2 2 $\bar{2}$)
78	2.490	2.608	$a/\sqrt{3}$	{389}	(3 0 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 6 5)
79	2.550	2.550	$a/2$	{034}	(2 0 0)	(1 4 $\bar{3}$)
80	2.550	2.739	$a/2$	{015}	(2 0 0)	(0 5 $\bar{1}$)
81	2.646	2.646	$a/1$	{115}	(1 $\bar{1}$ 0)	($\bar{2}$ $\bar{3}$ 1)
82	2.646	2.708	$a/2$	{237}	($\bar{2}$ $\bar{1}$ 1)	(4 5 $\bar{1}$)
83	2.708	2.887	$a/2$	{147}	(1 $\bar{2}$ 1)	(6 2 $\bar{2}$)
84	2.739	2.739	$a/2$	{025}	(2 0 0)	(1 5 $\bar{2}$)
85	2.915	3.082	$a/2$	{035}	(2 0 0)	(0 5 $\bar{3}$)
86	2.944	3.000	$a/2$	{238}	(1 $\bar{2}$ 1)	(6 4 0)
87	2.944	3.000	$a/2$	{456}	(1 $\bar{2}$ 1)	(6 0 4)
88	3.000	3.162	$a/1$	{122}	(0 1 $\bar{1}$)	(4 1 1)
89	3.082	3.082	$a/2$	{016}	(2 0 0)	(1 6 1)
90	3.215	3.366	$a/2$	{258}	(1 $\bar{2}$ 1)	(7 2 $\bar{3}$)
91	3.240	3.240	$a/2$	{045}	(2 0 0)	(1 5 4)
92	3.317	3.317	$a/1$	{335}	($\bar{1}$ 1 0)	(2 3 $\bar{3}$)
93	3.317	3.366	$a/2$	{149}	(1 2 $\bar{1}$)	($\bar{7}$ 4 $\bar{1}$)
94	3.366	3.416	$a/2$	{168}	(2 1 $\bar{1}$)	(4 6 4)
95	3.512	3.559	$a/2$	{259}	(2 1 $\bar{1}$)	(4 7 $\bar{3}$)
96	3.512	3.559	$a/2$	{567}	(1 $\bar{2}$ 1)	(7 0 5)
97	3.536	3.674	$a/2$	{017}	(2 0 0)	(0 7 $\bar{1}$)
98	3.605	3.605	$a/1$	{155}	(0 1 $\bar{1}$)	(5 0 $\bar{1}$)
99	3.605	3.605	$a/1$	{117}	(1 $\bar{1}$ 0)	($\bar{3}$ 4 1)
100	3.674	3.674	$a/2$	{027}	(2 0 0)	(1 7 2)
101	3.840	3.840	$a/2$	{037}	(2 0 0)	(1 7 $\bar{3}$)

续表

序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{R_1} (= a \sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
102	3.873	3.873	$a/1.414$	[355]	(0 $\bar{1}$ 1)	($\bar{5}$ 1 2)
103	3.937	3.937	$a/2.000$	[056]	(2 0 0)	(1 $\bar{6}$ 5)
104	4.062	4.062	$a/2.000$	[018]	(2 0 0)	(1 $\bar{8}$ 1)
105	4.062	4.062	$a/2.000$	[047]	(2 0 0)	(1 $\bar{7}$ 4)
106	4.083	4.123	$a/2.449$	[678]	(1 $\bar{2}$ 1)	(8 0 $\bar{6}$)
107	4.123	4.123	$a/1.414$	[337]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 3 $\bar{3}$)
108	4.123	4.242	$a/1.414$	[223]	(1 $\bar{1}$ 0)	(3 3 $\bar{4}$)
109	4.242	4.359	$a/1.414$	[114]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 4 $\bar{2}$)
110	4.301	4.301	$a/2.000$	[038]	(2 0 0)	(1 $\bar{8}$ 3)
111	4.301	4.416	$a/2.000$	[057]	(2 0 0)	(0 $\bar{7}$ 5)
112	4.528	4.637	$a/2.000$	[019]	(2 0 0)	(0 9 $\bar{1}$)
113	4.583	4.583	$a/1.414$	[119]	($\bar{1}$ 1 0)	(4 5 $\bar{1}$)
114	4.637	4.637	$a/2.000$	[029]	(2 0 0)	(1 $\bar{9}$ 2)
115	4.637	4.637	$a/2.000$	[067]	(2 0 0)	(1 $\bar{7}$ 6)
116	4.655	4.690	$a/2.449$	[789]	(1 $\bar{2}$ 1)	(9 0 $\bar{7}$)
117	4.690	4.795	$a/1.414$	[233]	(0 $\bar{1}$ 1)	($\bar{6}$ 2 2)
118	4.743	4.743	$a/2.000$	[058]	(2 0 0)	(1 8 $\bar{5}$)
119	4.950	4.950	$a/2.000$	[049]	(2 0 0)	(1 9 $\bar{4}$)
120	5.000	5.000	$a/1.414$	[177]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{7}$ 1 0)
121	5.000	5.000	$a/1.414$	[557]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 3 $\bar{5}$)
122	5.147	5.242	$a/2.000$	[059]	(2 0 0)	(0 9 $\bar{5}$)
123	5.196	5.196	$a/1.414$	[377]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{7}$ 2 1)
124	5.338	5.338	$a/2.000$	[078]	(2 0 0)	(1 8 $\bar{7}$)
125	5.568	5.568	$a/1.414$	[577]	(0 1 $\bar{1}$)	(7 $\bar{2}$ $\bar{3}$)
126	5.701	5.788	$a/2.000$	[079]	(2 0 0)	(0 9 $\bar{7}$)
127	5.745	5.745	$a/1.414$	[559]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 $\bar{5}$ 5)
128	5.745	5.831	$a/1.414$	[144]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{8}$ 1 1)
129	5.745	5.831	$a/1.414$	[225]	(1 $\bar{1}$ 0)	($\bar{5}$ 5 4)
130	5.831	5.913	$a/1.414$	[334]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 4 $\bar{6}$)
131	6.041	6.041	$a/2.000$	[089]	(2 0 0)	(1 $\bar{9}$ 8)
132	6.164	6.245	$a/1.414$	[116]	(1 $\bar{1}$ 0)	(6 6 $\bar{2}$)
133	6.404	6.404	$a/1.414$	[199]	(0 1 $\bar{1}$)	(9 1 0)
134	6.404	6.480	$a/1.414$	[344]	(0 1 $\bar{1}$)	(8 $\bar{3}$ $\bar{3}$)
135	6.708	6.708	$a/1.414$	[779]	(1 $\bar{1}$ 0)	(4 $\bar{5}$ 7)
136	6.855	6.855	$a/1.414$	[599]	(0 1 $\bar{1}$)	(9 $\bar{2}$ $\bar{3}$)
137	7.279	7.279	$a/1.414$	[799]	(0 1 $\bar{1}$)	(9 $\bar{3}$ 4)
138	7.348	7.416	$a/1.414$	[255]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 0 2 2)
139	7.549	7.615	$a/1.414$	[445]	(1 $\bar{1}$ 0)	(5 5 $\bar{8}$)
140	7.549	7.615	$a/1.414$	[227]	($\bar{1}$ 1 0)	($\bar{7}$ $\bar{7}$ 4)
141	8.124	8.185	$a/1.414$	[455]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 0 4 4)
142	8.124	8.185	$a/1.414$	[118]	($\bar{1}$ 1 0)	(8 8 $\bar{2}$)
143	8.543	8.602	$a/1.414$	[166]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 2 1 1)
144	8.999	9.056	$a/1.414$	[447]	($\bar{1}$ 1 0)	($\bar{7}$ $\bar{7}$ 8)
145	9.056	9.109	$a/1.414$	[338]	(1 $\bar{1}$ 0)	(8 8 $\bar{6}$)
146	9.273	9.327	$a/1.414$	[556]	(1 $\bar{1}$ 0)	(6 6 $\bar{1}$ 0)
147	9.433	9.486	$a/1.414$	[229]	($\bar{1}$ 1 0)	($\bar{9}$ 9 4)

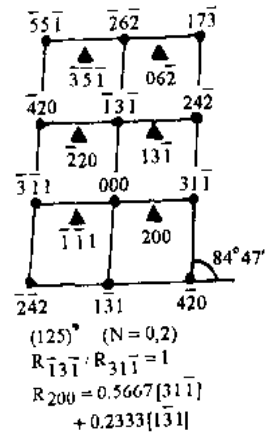
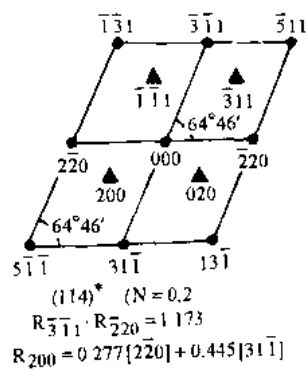
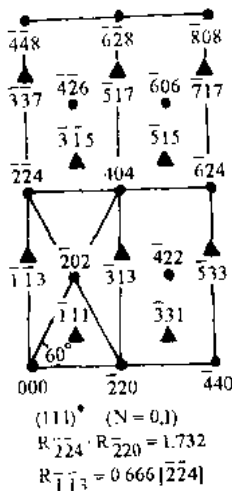
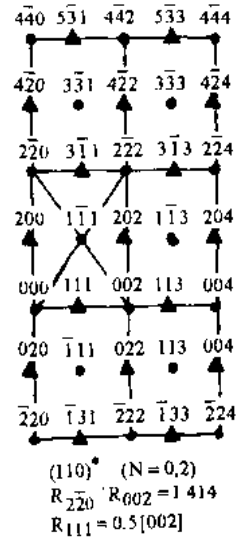
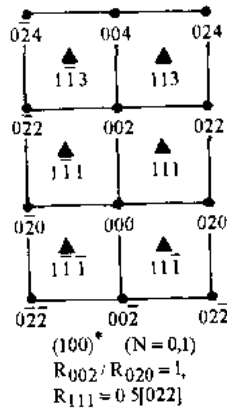
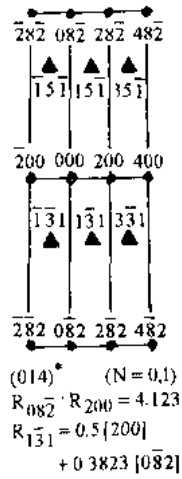
续表

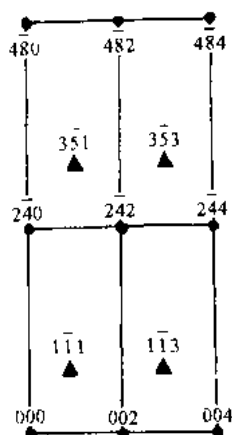
序 号	R_2/R_1	R_3/R_1	$d_{R_1} (= a/\sqrt{N})$	膜 面	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$
148	9.848	9.899	$a/1.414$	[566]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ $\bar{2}$ 5 5)
149	10.10	10.15	$a/1.414$	[277]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 4 $\bar{2}$ $\bar{2}$)
150	10.63	10.68	$a/1.414$	[449]	(1 $\bar{1}$ 0)	(9 9 $\bar{8}$)
151	10.68	10.72	$a/1.414$	[477]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 4 $\bar{4}$ $\bar{4}$)
152	10.68	10.72	$a/1.414$	[558]	(1 1 $\bar{0}$)	(8 8 $\bar{1}$ 0)
153	11.00	11.04	$a/1.414$	[667]	(1 $\bar{1}$ 0)	(7 7 $\bar{1}$ 2)
154	11.36	11.40	$a/1.414$	[188]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 6 $\bar{1}$ $\bar{1}$)
155	11.58	11.62	$a/1.414$	[677]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 4 $\bar{6}$ $\bar{6}$)
156	11.70	11.75	$a/1.414$	[388]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 6 $\bar{3}$ $\bar{3}$)
157	12.37	12.41	$a/1.414$	[588]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ $\bar{6}$ 5 5)
158	12.73	12.77	$a/1.414$	[778]	(1 $\bar{1}$ 0)	(8 8 $\bar{1}$ 4)
159	12.88	12.92	$a/1.414$	[299]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 8 $\bar{2}$ $\bar{2}$)
160	13.30	13.34	$a/1.414$	[788]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 6 $\bar{7}$ $\bar{7}$)
161	13.34	13.38	$a/1.414$	[499]	(0 1 $\bar{1}$)	(1 8 $\bar{4}$ $\bar{4}$)
162	14.46	14.49	$a/1.414$	[889]	(1 $\bar{1}$ 0)	($\bar{9}$ $\bar{9}$ 1 6)
163	15.03	15.07	$a/1.414$	[889]	(0 1 $\bar{1}$)	($\bar{1}$ 8 8 8)

附录 V 高阶、零阶劳厄区 电子衍射谱重叠图形

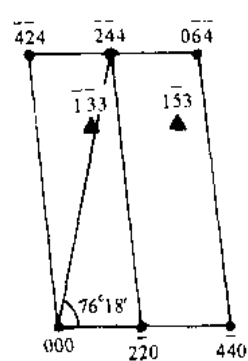
一、面心立方高阶、零阶劳厄区重叠图形

- 零阶劳厄区衍射斑点
 ▲ 正一阶劳厄区衍射斑点

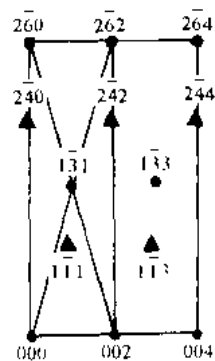




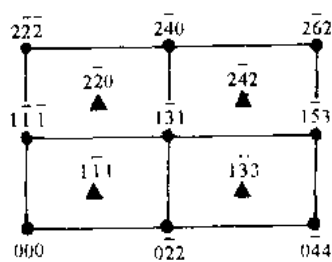
$(210)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{240}/R_{002} = 2.236$
 $R_{111} = 0.5[002] + 0.3[240]$



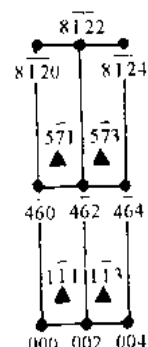
$(223)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{244}/R_{220} = 2.121$
 $R_{111} = 0.1472[220] + 0.2941[424]$



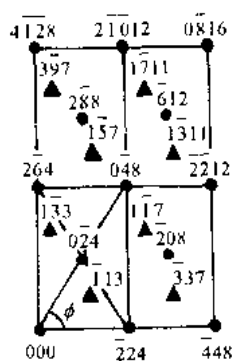
$(310)^*$ ($N=0,2$)
 $R_{260}/R_{002} = 3.162$
 $R_{240} = 0.7[260]$



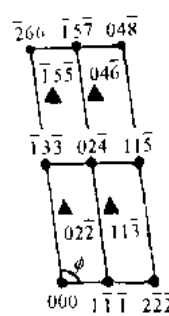
$(211)^*$ ($N=0,2$)
 $R_{022}/R_{111} = 1.6133$
 $R_{111} = 0.5[022] + 0.3[111]$



$(320)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{460}/R_{002} = 3.606$
 $R_{111} = 0.5[002] + 0.193[460]$



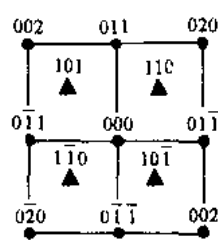
$(421)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{264}/R_{224} = 1.528$
 $R_{133} = 0.167[224]$
 $+ 0.571[264]$
 $\phi = 56.79^\circ$



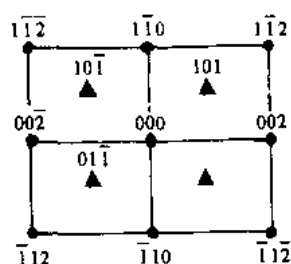
$(321)^*$ ($N=0,2$)
 $R_{133}/R_{111} = 2.517$
 $R_{022} = 0.214[111]$
 $+ 0.643[133]$
 $\phi = 97.61^\circ$

二、体心立方高阶、零阶劳厄区重叠图形

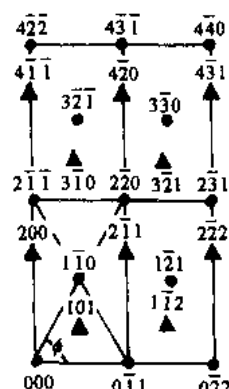
● 零阶劳厄区衍射斑点
▲ 正一阶劳厄区衍射斑点



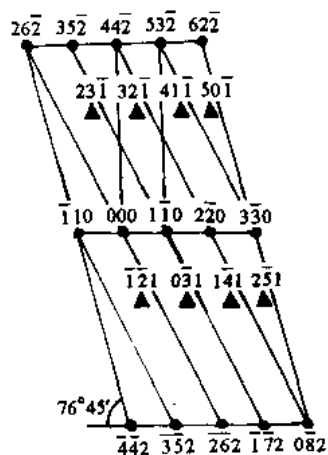
$(100)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{011}/R_{01\bar{1}}=1$
 $R_{110}=0.5[020]$



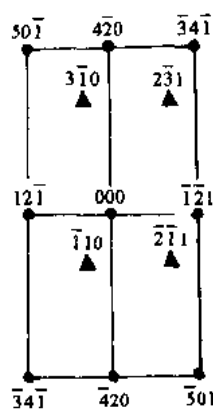
$(110)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{002}/R_{1\bar{1}0}=1.414$
 $R_{101}=0.5[1\bar{1}2]$



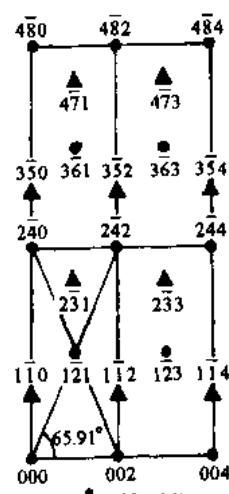
$(111)^*$ ($N=0,2$)
 $R_{2\bar{1}\bar{1}}/R_{0\bar{1}1}=1.732$
 $R_{200}=0.667[2\bar{1}\bar{1}]$
 $\phi \approx 60^\circ$



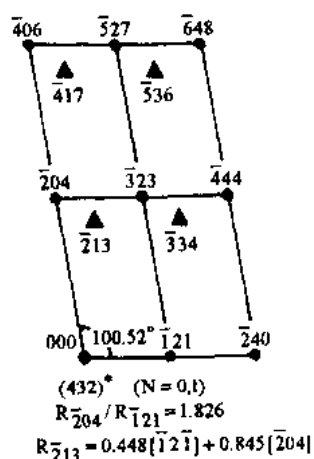
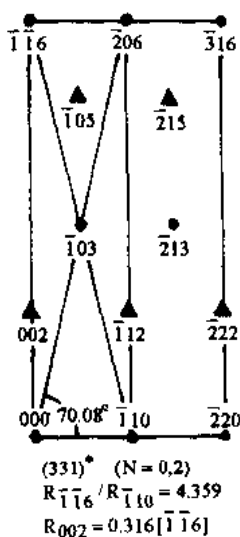
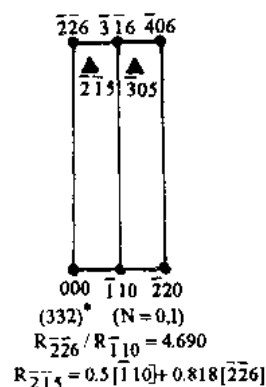
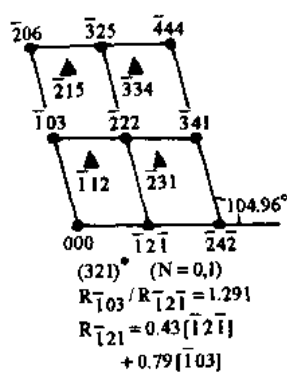
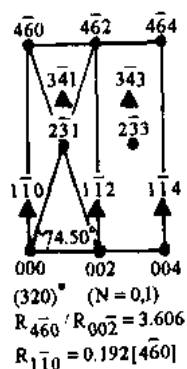
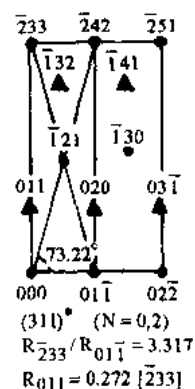
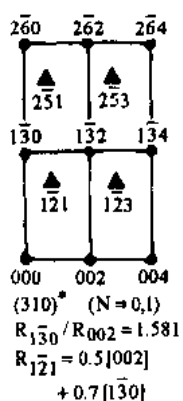
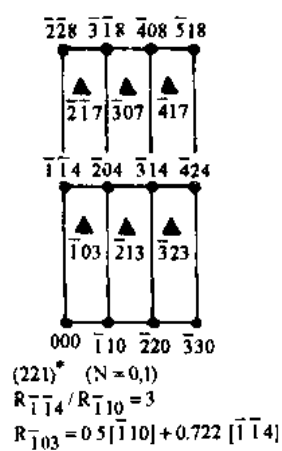
$(114)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{442}/R_{110}=4.242$
 $R_{031}=0.7225[1\bar{1}0]$
 $+0.389[2\bar{6}2]$



$(125)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{420}/R_{120}=1.826$
 $R_{110}=0.1668[12\bar{1}]$
 $+0.3[420]$



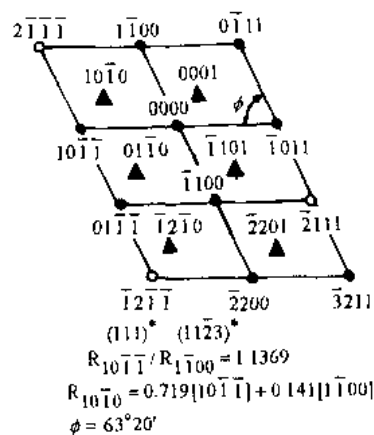
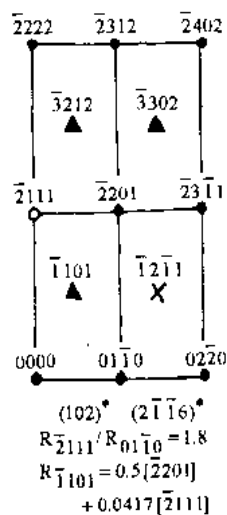
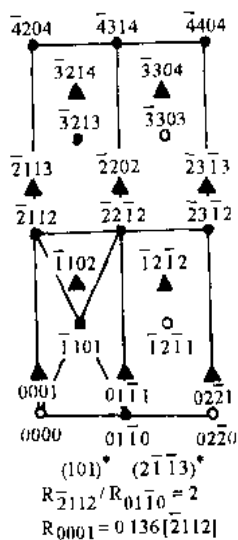
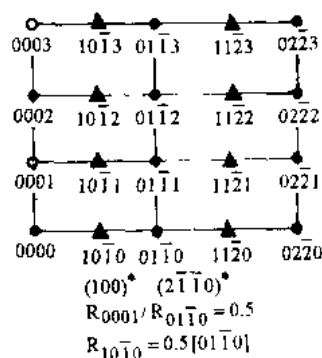
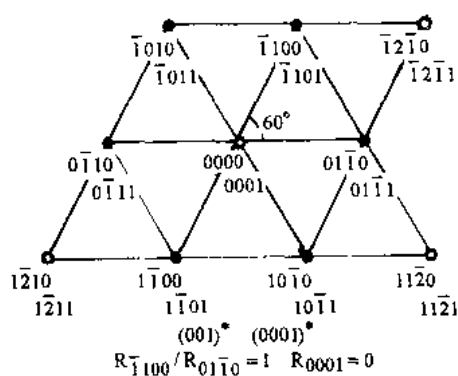
$(210)^*$ ($N=0,1$)
 $R_{240}/R_{002}=2.236$
 $R_{110}=0.3[240]$

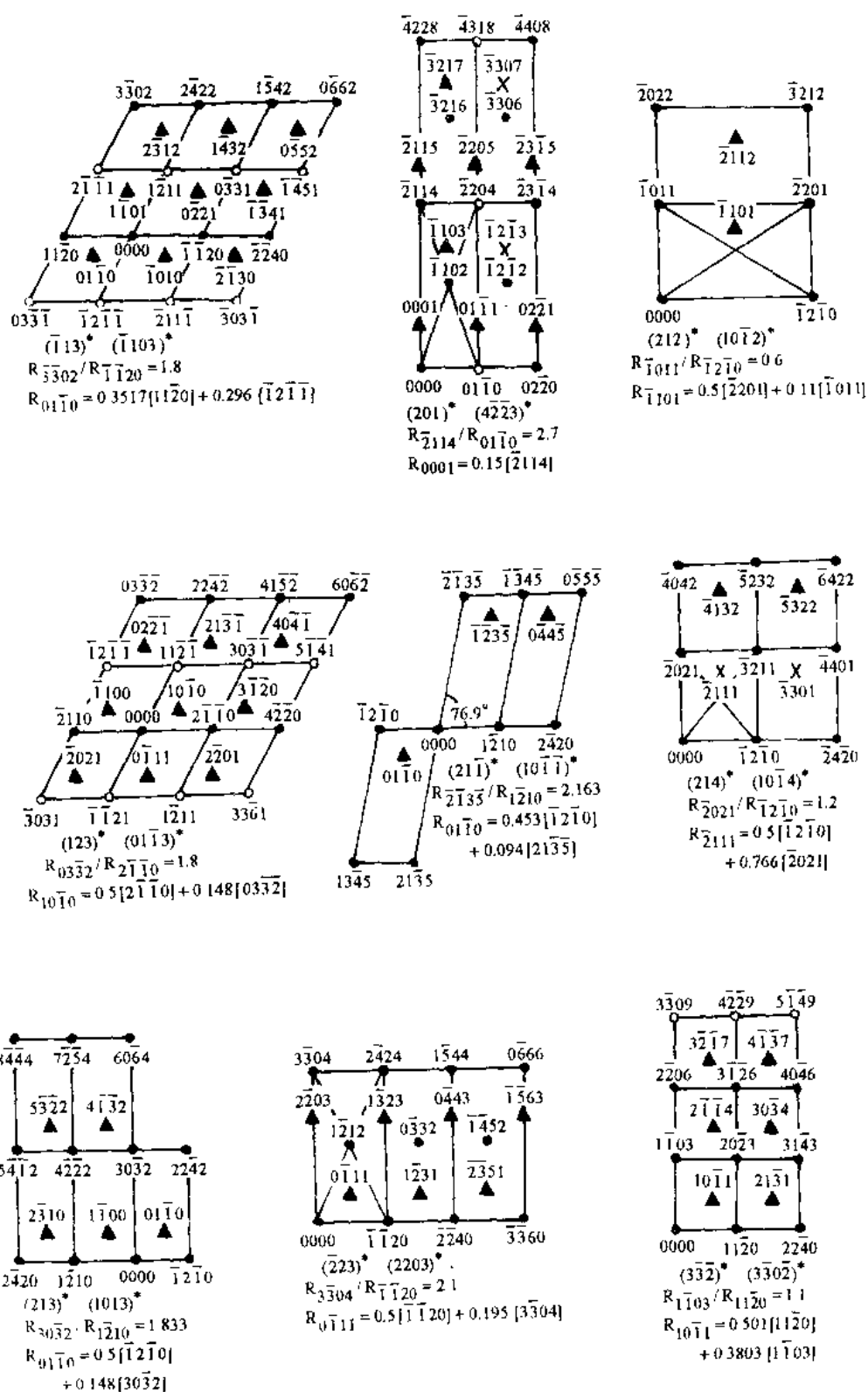


三、六方晶系高阶、零阶劳厄区重叠图形

(适用于 $c/a = 1.633$)

- 零阶劳厄区衍射斑点
○ 零阶劳厄区禁止衍射斑点
▲ 正一阶劳厄区衍射斑点





参 考 文 献

- [1] Hirsch P B, Howir A, Nicholson R B, et al. 薄晶体电子显微学. 刘安生等译. 北京:科学出版社, 1983
- [2] 赵伯麟. 薄晶体电子显微像的衬度理论. 上海:上海科学技术出版社, 1980
- [3] Reimer L. Transmission Electron Microscopy, Pyiscs of Image Formation and Microanalysis. Springer - Verlag, 1980
- [4] 黄孝瑛. 透射电子显微学. 上海:上海科学技术出版社, 1987
- [5] Ландоберг Г С. 光学(上册). 杨葭荪, 张之翔译. 北京:人民教育出版社, 1957 121~130
- [6] 黄孝瑛. 电子显微图像分析原理与应用. 北京:宇航出版社, 1989
- [7] 刘文西, 黄孝瑛, 陈玉如. 材料结构电子显微分析. 天津:天津大学出版社, 1989
- [8] Amelinckx S. The Direct Observation of Dislocations. New York:Academic Press, 1964
- [9] 黄孝瑛. 衍衬成象理论及常用分析技术简介. 材料科学与工程, 1985, 4~1986, 1
- [10] Von Heimendahl M. Electron Micro., 1973, 4:111
- [11] Taylor G I. Proc. Roy. Soc., 1973, A145:362
- [12] Thomson N. Proc. Phys. Soc., 1953, B66:481
- [13] Berghzan A, Fourdeux A, Amelinckx S. Acta Met., 1961, 9:46
- [14] 黄孝瑛. 中国金属学会第二届全国金相图片展览获奖作品选. 中国金属学会金属学与金属物理学技术委员会, 1980
- [15] Schock G, Seeget A. Rep. Conf. on Defects in Crystalline Solids. 1955, 340
- [16] Mott N F. Proc. Phys. Soc., 1951, B64:729
- [17] 林栋樑. 晶体缺陷. 上海:上海交大出版社, 1996
- [18] 徐祖耀, 李鹏兴主编. 材料科学导论. 上海:上海科学技术出版社, 1986
- [19] Cottrell A H, Bilby B A. Phil. Mag., 1951, 42:573
- [20] Fleischer R L. Acta Met., 1961, 9:996
- [21] Beachem C D. Fracture, 1968, 1:243
- [22] Stroh A N. Proc. Roy. Soc., 1954, 223A: 404; 1955, 232A:548
- [23] Cottrell A H. Trans. AIEE, 1958, 212:192
- [24] Stroh A H. Phys., 1957, 6:418
- [25] Abrahamson E P, Grant N J. Trans. ASME, 1958, 50:705
- [26] Bridgeman P W. Special report on Studies in large plastics flow and fracture, 1952
- [27] Grant N J, Chaudhuri A R. Creep and recovery, 1957, 284
- [28] Chang H C, Grant N J. Trans. AIME, 1952, 194:619
- [29] Grant N J, Serv I S, Chaudhuri A R. Trans. AIME, 1953, 197:217
- [30] Schoeck G. Mechanical behavior of Materials at elevated temperature, 1961, 79
- [31] Edington J W. Practical Electron Microscopy in Materials Science, Monograph 3: Interpretation of Transmission Electron Micrographs. Macmillan(Philips Technical Library), 1975
- [32] 黄孝瑛. 立方晶系材料柏式矢量测定. 钢铁研究总院内部技术报告, 1976
- [33] Thomas G, Gorings M J. Transmission Electron Microscopy of Material. New York:John Wiley, 1979

- [34] 黄孝瑛. 含 6.5%Al 的镍基合金中的位错与位错结构. 金属学报, 1985, 21(1): A34
- [35] Whelan M J. Proc. Roy. Soc., 1959, A249: 114
- [36] Howie A, Whelan M J. Diffraction Contrast and electron microscopy images of Crystal lattice defects. Proc. Roy. Soc., 1961, A263: 217; 1962, 267: 206
- [37] Hashimoto H, Howie A and Whelan M J. Anomalous electron absorption effects in metals. Phil. Mag., 1960, 5: 967; Proc. Roy. Soc., 1962, A269: 80
- [38] Suzuki H and Barrett C S. Acta Met., 1958, 6: 156
- [39] Thornton P R and Hirsch P B. Phil. Mag., 1958, 3: 738
- [40] Howie A and Swann P R. Phil. Mag., 1961, 6: 1215
- [41] Seeger R L, Brenner R and Wolf H. Z. Phys., 1959, 155: 738
- [42] 黄孝瑛, 潘天喜. 双相不锈钢中层错结构的电子衍射研究. 金属材料研究, 1982, 8(3): 10
- [43] Brown L M. Phil. Mag., 1964, 10: 441
- [44] Cockayne D J H, Ray R L F, Whelan M J. Proc. 4th Eur. Conf. E. M., Rome, 1968, ed. D. S. Bocciarelli, Rome: Ital. Microscopia Electronica, Vol. 1. 129
- [45] Cockayne D J H, Ray I L F, Whelan M J. Phil. Mag., 1969, 29: 1265
- [46] Rosenhaim W, Humphrey J C. Iron J Steel Inst., 1913, 87: 219
- [47] Mott N F. Proc. Phys. Soc., 1948, 60: 391
- [48] Ke T S. J. Appl. Phys., 1949, 20: 274
- [49] Frank F C. In "Symposium on the Plastic Deformation of Crystalline Solids", Pittsburgh, Pa, Office of Naval Research, 1950, 150
- [50] Bilby B A, Bullough R, Smith E. Proc. Roy. Soc., London, 1955, A231: 261
- [51] Burgers J M. Proc. Kon. Ned. Akad. Wet., 1939, 42: 293
- [52] Bragg W L. Proc. Phys. Soc., 1940, 52: 54
- [53] 罗承萍, 刘正义. FCC/BCC 相界面结构的理论和实验研究. 见李恒德, 肖纪美主编. 材料表面与界面. 清华大学出版社, 1990, 201
- [54] Bilby B A. In Report of Conference on Defects in Crystalline Solids, The Physical Society, London, 1955, 123
- [55] Bullough R, Bilby B A. Proc. Phys. Soc., 1956, B69: 1276
- [56] Christian J W. The Theory of Phase Transformation in Metals and Alloys, Part I, chap. 8. Oxford: Pergamon Press, 1975
- [57] Christian J W. Tran. Jpn. Inst. Met, Suppl. 1976, 17: 21
- [58] Luo C P, Weatherly G C. Phil. Mag., 1988, 58: 445
- [59] Baro G, Gleiter H. Acta Met., 1973, 21: 1405
- [60] Knowles K M, Smith D A. Acta Cryst., 1982, A38: 34
- [61] Hall M G, Aaronson H I, Kinsman K R. Surface Sci., 1972, 31: 257
- [62] Luo C P, Weatherly G C. Acta Met., 1987, 75: 1963
- [63] Dahmen U. Acta Met., 1982, 30: 63
- [64] Bollmann W. Physica Status Solid, (a) 1974, 21: 543
- [65] Jawson M A, Wheeler J A. Acta Cryst., 1948, 1: 216
- [66] Read W T. Dislocations in Crystals, New York: Mc Graw - Hill Co., 1953, Chapter 11, 12
- [67] Knowles K M. Phil. Mag., 1982, 46: 951

- [68] Ashby M F, et al. *Acta Met.*, 1978,26:1647
- [69] Pond P C, Vitek V, Smith D A. *Acta Met.*, 1979,27:235
- [70] Sutton A P, Vitek V. *Phil. Trans. R. Soc.*, London, 1983, A309:1,37,55
- [71] Sutton A P. Ph.D. Thesis. University of Pennsylvania, U.S.A., 1981
- [72] Head L K, et al. *Computed Elwtro Micrographs and Defects Identification*. North - Holland, Amsterdam, 1973
- [73] Pond R C. *Inst. of Phys. Conf. Ser* No41, 1978,357
- [74] 周政谦等. 晶界的衍射及电子显微学研究. 见李恒德,肖纪美主编. 材料表面与界面. 清华大学出版社, 1990, 185
- [75] Menter J W. *Proc. Roy. Soc.*, 1956, A236:119
- [76] Lizima S. *J. Appl. Phys.*, 1971, 49:5891
- [77] Cowley J W. *Diffraction Physics*. North Holland, Amsterdam, 2nd ed, 1981
- [78] Cowley J W, Moodie A F. *Acta Cryst.*, 1957, 10:609
- [79] 李斗星. 表面与界面的纳米尺度分析技术与应用. 中国科学院金属研究所内部研究报告, 1997
- [80] Boersch H. *Zeits. Naturefor.*, 1947, 22:615
- [81] O'Keefe M A, Buseck P R. *Trans. Am. Cryst. Assoc.*, 1979, 15:24
- [82] Stadelmann P A. *Ultramicrosc.*, 1987, 2:131
- [83] Smith D J, et al. *Ultramicrosc.*, 1982, 9:203
- [84] Guan D Y, Sass S L. *Phil. Mag.*, 1973, 27:1211
- [85] Van der Merwe J H. *Proc. Phys. Soc. London*, 1950, 43:616
- [86] 黄孝瑛. 用电子衍射技术对金属与合金的界面进行研究. *电子显微学报*, 1988, 7:209
- [87] Sass S L, Bristowe P D. *Diffraction studies of Atomic structure of Grain Boundaries*, in "Grain Boundary Structure and Kinetics", ASM, 1980, 71~114
- [88] Honig H, Heimendahl M V. *Z. Metall.*, 1979, 70:419
- [89] Edington J W. *Practical Electron Microscopy in Materials Science, Part III*. Philips Technical Library, 1975
- [90] 梁伟. TEM 精确测定位错线方向的双次投影解析法. *自然科学进展*, 1999, 9(9):840
- [91] 罗承萍, 肖晓玲, 吴东晓. 一种精确测定惯习面(界面)位向的 TEM 方法—双 Edge-on 迹线分析法. *自然科学进展*, 1997, 7(5):612
- [92] Ibers J A. *Acta Cryst.*, 1957, 10:86
- [93] Weertman J E. *J. Appl. Phys.*, 1955, 26:1213; 1957, 28:1185
- [94] Balluffi R W, Brokman A, King A H. *Acta Met.*, 1982, 30:1453
- [95] Bonnet R, Durand F. *Phil. Mag.*, 1975, 32:997
- [96] 黄孝瑛. 电子衍射分析原理及其应用. *金属材料研究*, 1976, 4(2):110
- [97] 黄孝瑛, 潘天喜, 陈炜. 18Ni(250 级)马氏体时效钢焊缝显微组织对断裂韧性的影响. *钢铁*, 1981, 16(1):42
- [98] 黄孝瑛, 潘天喜, 陈炜. 18Ni(250 级)马氏体时效钢焊接过程逆转变奥氏体的形成机制. *钢铁*, 1981, 16(2):60
- [99] 黄孝瑛. WC-Co 硬质合金的微观结构与形变过程的电子衍射研究. *金属学报*, 1982, 18(6):689
- [100] Huang X Y. *New Trends of Electron Microscopy in Atom Resolution*. Materials Science and Biology, ed, K.H. Kuo, Beijing, 1981, 120

- [101] 黄孝瑛,蔡其珏,潘犬喜等. 镍基高温合金应变疲劳断裂机制研究. 钢铁,1984,19(5):42
- [102] Huang X Y. Proceedings of the 1st International Conf. on Microstructure and the Mechanical Behavior of Materials, A29, EMAS LTD. United Kingdom, 1985
- [103] Huang X Y. A Study on Microstructure of a Rail Eutectoid Steel. Proceedings of BCETA, Beijing, 1985, Vol. I:369
- [104] Huang X Y, et al. Diffraction Contrast Study of Microstructure and Deformation Process of WC-Co Cemented Carbide. Inter. J. of Refractory & Hard Metals, 1983, 2(3):129
- [105] 黄孝瑛. WB 技术及其在几种合金精细结构研究中的应用. 电子显微学报, 1985, 4(2):10
- [106] Huang X Y, et al. Proceedings of 5th Asia-Pacific Electron Microscopy Conf., "Electron Microscopy" eds, Kuo K H and Zhai Z H. 1992, 1:464
- [107] Huang X Y, et al. An Investigation on the Phase Structure of α/γ Duplex Stainless Steel 1Cr21Ni5Ti By means of TEM. In Proceedings of 18th Conf. on Electron Microscopy, Kyoto, 1986, 1265
- [108] Huang X Y, et al. A TEM Study on The Dislocation Arrangement and Interface Structure of an Eutectoid Alloy. in Proc. of 3rd Beijing Conf. and Exhib on Instrument Analysis. Beijing, 1989, pA31
- [109] 黄孝瑛. 热喷涂(焊)层相结构的 TEM 研究. 电子显微学报, 1984, 3(4):32
- [110] Huang X Y, et al. Observation and Investigation on Microstructure of low Carbon Phosphorus-added Deep drawing Steel Sheets. in Proc. of the 3rd China-Japan Metal Physics & Physical Metallurgy Symposium. Shanghai, 1988, p238
- [111] Huang X Y, et al. A Study on Microstructure and Microfracture Process of A Pearlite Steel By Mean of EDC. Chinese Physics Letters 1986, 3(5):205
- [112] Wang G J(王桂金). Ph. D. Theses. University of Pennsylvania, U. S. A., 1984
- [113] 侯耀永, 李理. 疲劳过程中位错结构的电镜观察. 电子显微学报, 1988, 7(3):271
- [114] 侯耀永, 李理, 杨静漪. 纯镍多晶体循环形变过程中位错结构的 TEM 研究. 青岛化工学院学报, 1989, 10(4):51
- [115] Hou Yaoyong, Zhang Juxian, Li Li. Study on the Microstructure and Strengthening and Toughening Mechanisms of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ Nanocomposites. 6th International Symposium on Ceramic Materials & Components For Engines, Arita, Japan, October 1997, E7:19~23
- [116] 侯耀永, 蔺玉胜, 李理. ZrO_2 增韧 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ 复合陶瓷的力学性能及微结构. 现代技术陶瓷, 1997, 18(3):3~8
- [117] 侯耀永, 李理, 张巨先. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ 纳米复合材料微结构及强韧化机理研究. 电子显微学报, 1998, 17(2):156~161

- [101] 黄孝瑛,蔡其珏,潘犬喜等. 镍基高温合金应变疲劳断裂机制研究. 钢铁,1984,19(5):42
- [102] Huang X Y. Proceedings of the 1st International Conf. on Microstructure and the Mechanical Behavior of Materials, A29, EMAS LTD. United Kingdom, 1985
- [103] Huang X Y. A Study on Microstructure of a Rail Eutectoid Steel. Proceedings of BCETA, Beijing, 1985, Vol. I:369
- [104] Huang X Y, et al. Diffraction Contrast Study of Microstructure and Deformation Process of WC-Co Cemented Carbide. Inter. J. of Refractory & Hard Metals, 1983, 2(3):129
- [105] 黄孝瑛. WB技术及其在几种合金精细结构研究中的应用. 电子显微学报, 1985, 4(2):10
- [106] Huang X Y, et al. Proceedings of 5th Asia-Pacific Electron Microscopy Conf., "Electron Microscopy" eds, Kuo K H and Zhai Z H. 1992, 1:464
- [107] Huang X Y, et al. An Investigation on the Phase Structure of α/γ Duplex Stainless Steel 1Cr21Ni5Ti By means of TEM. In Proceedings of 18th Conf. on Electron Microscopy, Kyoto, 1986, 1265
- [108] Huang X Y, et al. A TEM Study on The Dislocation Arrangement and Interface Structure of an Eutectoid Alloy. in Proc. of 3rd Beijing Conf. and Exhib on Instrument Analysis. Beijing, 1989, pA31
- [109] 黄孝瑛. 热喷涂(焊)层相结构的 TEM 研究. 电子显微学报, 1984, 3(4):32
- [110] Huang X Y, et al. Observation and Investigation on Microstructure of low Carbon Phosphorus-added Deep drawing Steel Sheets. in Proc. of the 3rd China-Japan Metal Physics & Physical Metallurgy Symposium. Shanghai, 1988, p238
- [111] Huang X Y, et al. A Study on Microstructure and Microfracture Process of A Pearlite Steel By Mean of EDC. Chinese Physics Letters 1986, 3(5):205
- [112] Wang G J(王桂金). Ph. D. Theses. University of Pennsylvania, U. S. A., 1984
- [113] 侯耀永,李理. 疲劳过程中位错结构的电镜观察. 电子显微学报, 1988, 7(3):271
- [114] 侯耀永,李理,杨静漪. 纯镍多晶体循环形变过程中位错结构的 TEM 研究. 青岛化工学院学报, 1989, 10(4):51
- [115] Hou Yaoyong, Zhang Juxian, Li Li. Study on the Microstructure and Strengthening and Toughening Mechanisms of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ Nanocomposites. 6th International Symposium on Ceramic Materials & Components For Engines, Arita, Japan, October 1997, E7:19~23
- [116] 侯耀永, 蔺玉胜, 李理. ZrO_2 增韧 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ 复合陶瓷的力学性能及微结构. 现代技术陶瓷, 1997, 18(3):3~8
- [117] 侯耀永, 李理, 张巨先. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_{\text{nano}}$ 纳米复合材料微结构及强韧化机理研究. 电子显微学报, 1998, 17(2):156~161