

高压扭转大塑性变形 Al-Mg 铝合金中的层错和形变孪晶

刘满平¹, 王 俊¹, 蒋婷慧¹, 吴振杰¹, 谢学锋¹, 刘 强¹, Hans J. ROVEN²

(1. 江苏大学 材料科学与工程学院 江苏省高端结构材料重点实验室, 镇江 212013;

2. Department of Materials Science and Engineering,
Norwegian University of Science and Technology, Trondheim 7491, Norway)

摘 要: 利用高分辨透射电镜研究高压扭转大塑性变形纳米结构 Al-Mg 铝合金中的位错、层错和形变孪晶。结果表明: 在纳米晶和超细晶内均存在高密度的层错和形变孪晶; 形成层错的 Shockley 部分位错可分别由 0° 纯螺型位错和 60° 混合位错分解得到; 纳米孪晶既可由晶内层错动态叠加而形成, 也可由晶界向晶内不断发射部分位错而向晶内长大, 从而分别实验证实了分子动力学模拟预测的均质和非均质形核长大的孪生机制; 观察到了由 4 层层错动态叠加而形成的特殊纳米孪晶。此外, 高分辨透射电镜观察表明: 在不同滑移面上的层错相交时, 形成层错而产生的拖曳部分位错相遇可反应生成压杆位错和 Lomer-Cottrell 位错锁。依据经典位错理论和晶界发射部分位错的机制, 提出了描述超细晶面心立方金属和合金中层错和形变孪晶形核长大的新模型。

关键词: 铝合金; 高压扭转; 形变孪晶; 层错; 位错

中图分类号: TG146.21

文献标志码: A

Stacking faults and deformation twins in Al-Mg alloys subjected to high pressure torsion

LIU Man-ping¹, WANG Jun¹, JIANG Ting-hui¹, WU Zheng-jie¹, XIE Xue-feng¹, LIU Qiang¹, Hans J. ROVEN²

(1. School of Materials Science and Engineering, Jiangsu Province Key Laboratory of High-end Structural Materials, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China;

2. Department of Materials Science and Engineering,
Norwegian University of Science and Technology, Trondheim 7491, Norway)

Abstract: Dislocation, stacking faults (SFs) and deformation twins (DTs) in nanostructured Al-Mg alloys processed by high pressure torsion were identified using high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM). The results show that SFs and DTs with high density exist within both nanocrystalline and ultrafine grains. SFs formed by Shockley partials can be dissociated from both 0° screw and 60° mixed dislocations. The homogeneous and heterogeneous twinning mechanisms previously predicted by molecular dynamics simulations were directly verified by HRTEM. A special four-layer twin formed by the dynamic overlapping of four SFs is experimentally observed. In addition, HRTEM observations suggest that stair-rod dislocations and Lomer-Cottrell locks form by the reactions of trailing partials of SFs meted on different slip planes. Based on the classical dislocation theory and the partial emission from grain boundaries, a new model to describe the nucleation and growth of SFs and DTs in ultrafine-grained FCC metals and alloys was proposed.

Key words: aluminum alloy; high pressure torsion; deformation twin; stacking fault; dislocation

基金项目: 江苏省自然科学基金资助项目(BK2012715); 国家自然科学基金资助项目(50971087); 江苏大学高级人才启动基金资助项目(11JDG070, 11JDG140); 江苏省高端结构材料重点实验室资金资助项目(hsm1301); 江苏省材料摩擦学重点实验室基金资助项目(Kjsmex2011004)

收稿日期: 2013-09-29; **修订日期:** 2014-03-21

通信作者: 刘满平, 教授, 博士; 电话: 0511-88780192; E-mail: manping-liu@263.net; manpingliu@ujs.edu.cn

20 世纪 80 年代中期 GLEITER^[1]首先提出纳米晶材料的概念,即晶粒尺寸在 1~100 nm 的材料。随后,VALIEV 等^[2]于 20 世纪 90 年代初首先发现可以通过大塑性变形 (SPD) 制备超细晶/纳米晶的纳米结构材料。与其他制备纳米晶材料方法相比,SPD 法获得的纳米结构材料往往具有一系列特殊的物理、化学和力学性能^[1-5]。大塑性变形纳米结构材料所具有的优良力学性能,如既具有很高强度又具有良好的塑韧性,是与其存在的与相应粗晶材料相比完全不同的变形机制有关^[4]。特别是形变孪晶对材料的变形行为和力学性能具有深远的影响。

众所周知,在纳米结构材料中引入孪晶界,既可以成为促进塑性变形的位错源,又可以阻碍位错的进一步运动,从而能同时提高材料的强度和韧性^[6]。一般认为,在通常的塑性变形情况下,常规金属的晶粒尺寸越小,形变孪晶越难形成^[4]。然而,最近的实验研究和分子动力学模拟均表明,形变孪晶或纳米孪晶经常出现在具有非常小晶粒的面心立方纳米晶金属如 Al、Ni、Cu 和 Pd 中^[2,4,6-15]。特别有意思的是,铝的层错能很高,粗晶铝即使在高冲击压力或接近绝对零度的温度下变形也观察不到形变孪晶。但是,无论是 YAMAKOV 等^[7]的分子动力学模拟还是 CHEN 等^[8]的高分辨透射电镜 (HRTEM) 研究均发现了纳米晶铝中的形变孪晶和层错的存在。尽管如此,对纳米晶面心立方金属特别是铝中能够产生形变孪晶的原因,还很难找到令人信服的答案,其孪生机理还不很清楚。

目前,纳米晶面心立方金属中容易产生形变孪晶和层错的主要原因通常用 ZHU 等^[4]、CHEN 等^[8]和 ASARO 等^[16]根据经典位错理论提出的模型来解释,即在纳米尺度条件下,产生 Shockley 孪生部分位错所需的临界切应力远远小于产生全位错所需的临界切应力。虽然这一模型已经为大多数研究者所接受,但是根据该模型能够在铝中产生形变孪晶和层错的最大晶粒尺寸约为 15 nm,因而不能解释 HAN 等^[11]最近在铝单晶中的发现,即在晶粒尺寸约为 200 nm 的条件下,铝中仍可能产生层错和形变孪晶。

本文作者对几种不同成分的二元 Al-Mg 铝合金和一种商用 AA5182 铝合金在室温下进行高压扭转 (HPT) 大塑性变形实验,用透射电镜 (TEM) 和 HRTEM 研究高压扭转 Al-Mg 铝合金中的位错、层错和形变孪晶,分析讨论高压扭转 Al-Mg 铝合金的变形机制、孪生机制及层错和形变孪晶形成的机理。

1 实验

1.1 实验过程

试验材料为 3 种二元 Al-Mg (0.5%、1.0% 和 2.5% Mg, 质量分数) 和一种商用 AA5182 (Al-4.1Mg-0.35Mn-0.13Si-0.32Fe, 质量分数, %) Al-Mg 铝合金。不同成分的铝合金锭由挪威海德鲁 (Hydro) 铝业公司采用直接水冷半连续铸造 (DC casting) 工艺制备,随后进行均匀化处理,均匀化处理工艺为 420 °C 保温 6 h 后,以 300 °C/h 的冷却速度冷却至室温。从均匀化后的铝合金圆锭上横向切取出高压扭转用的盘状试样,随后将 HPT 盘状试样放在图 1 所示的 HPT 装置中,在室温、压力 6 GPa 和转速 1 r/min 工艺条件下高压扭转变形。HPT 前的原始尺寸分别为 d 20 mm × 0.5 mm 和 d 20 mm × 2 mm 两种,前者扭转 5 圈,后者扭转 10 圈, HPT 后试样的厚度分别约为 0.2 和 0.6 mm。HPT 工艺原理如图 1 所示。盘状试样置于上下压头之间的模具中,上压头固定不动,下压头扭转的同时对试样施加高达 6 GPa 的压力,试样表面与压头之间的摩擦力使试样产生极高的剪切应变,从而实现试样的扭转剪切变形。经计算^[17],厚度分别为 0.2 和 0.6 mm 的试样, HPT 后产生的剪切应变分别约为 1569 和 1046,其等效应变分别约为 906 和 604。

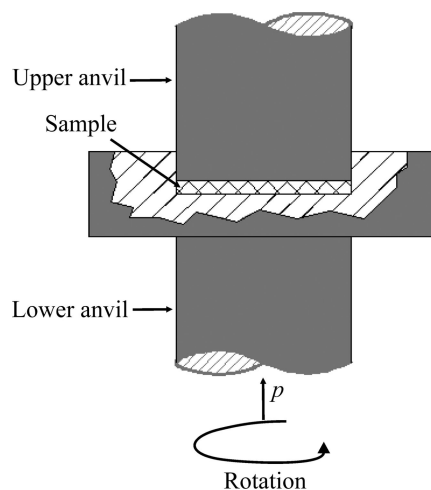


图 1 HPT 工艺装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of device used for HPT

TEM 和 HRTEM 观察采用 JEM-2010 和 JEOL-2010F (场发射) 高分辨透射电镜,点分辨率可达 0.23 nm,工作电压为 200 kV。透射电镜样品的制备过程如下:首先从 HPT 盘状试样的边缘用冲孔器截取直

径为 d 3 mm 的小圆片, 随后用 Gatan 手动研磨盘将圆片减薄至 30~70 μm , 再用 Gatan 凹坑仪减薄至 15 μm 左右, 最后在 Ar+和 3 kV 加速电压下用 Gatan 精密离子减薄仪减薄到电子束能透明的厚度(即刚开始穿孔时)。

1.2 晶粒大小

表 1^[17]所列为 TEM 暗场像和 X 射线衍射(XRD)技术测得的高压扭转 Al-Mg 合金中的微观结构参数, 表 1 中 d_{TEM} 为 TEM 暗场像技术测得的平均晶粒尺寸, D_{XRD} 、 a 、 $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ 和 ρ 分别是 XRD 测得的平均晶粒尺寸、晶格常数、微应变和位错密度。TEM 暗场像和 XRD 技术的测试方法及其相关的晶粒形貌照片参见文献[17]。由表 1 中 TEM 暗场像测得的平均晶粒尺寸 d_{TEM} 可见, 经 HPT 变形的 Al-0.5Mg、Al-1.0Mg、Al-2.5Mg 和 AA5182 合金的平均晶粒尺寸分别为 265、200、86 和 71 nm^[17]。其中, HPT Al-0.5Mg 合金晶粒尺寸在 50~580 nm 之间, AA5182 合金晶粒尺寸在 10~180 nm 之间。可见, 随着镁含量(质量分数)从 0.5% 增加到 4.1%, 平均晶粒尺寸从 265 减小到 71 nm, 平均晶粒尺寸随含 Mg 量的增加明显减小。而且, 所研究的 4 种合金晶粒尺寸分布很不均匀, 不同尺寸的晶粒共存, 晶粒尺寸呈对数正态分布, 且随着镁含量增加, 晶粒尺寸分布越来越均匀^[17]。同时, 表 1 中的 XRD 分析表明, 随着镁含量增加, HPT Al-Mg 合金中的平均位错密度也逐步增加, HPT Al-0.5Mg 和 AA5182 合金中的平均位错密度分别为 $0.37 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 和 $4.97 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, 增加了一个数量级^[17]。

2 结果和分析

2.1 纳米晶范围内(20~50 nm)的层错和形变孪晶

图 2 所示为 HPT Al-1.0Mg 合金纳米孪晶和层错(SFs)的典型 TEM 像。通过 HRTEM 分析发现, 在高

压扭转 Al-Mg 合金的较小晶粒或亚晶(晶粒尺寸 20~50 nm)内部, 经常存在密度极高的纳米孪晶和层错。图 2(a)所示为晶粒尺寸约为 30 nm 亚晶 G1 的 TEM 明场像; 图 2(b)所示为图 2(a)中白色方框部分的 HRTEM 像及其傅立叶变换谱(FFT); 图 2(c)所示为图 2(b)中白色方框部分的逆傅立叶滤波像(IFFT)。如图 2(b)所示, 在晶粒尺寸约为 30 nm 亚晶 G1 内存在密度极高的面缺陷, 图中的白色箭头表明这些面缺陷具有明显的惯习面(111)。图 2(b)中的 FFT 图是典型的面心立方(FCC)金属中产生孪晶时基体和孪晶之间形成的图谱^[6,8], 因而图中的面缺陷为孪晶和层错。同时, 由图 2(c)可知, 这些孪晶和层错的局部密度高达 $10^{16} \sim 10^{18} \text{ m}^{-2}$, 厚度仅为 1~4 层(111)面之间的间距(0.2~1 nm), 从而可被称为纳米孪晶^[18]。不难发现, 这些纳米孪晶和层错往往首先在晶界亚晶界处形核, 随后不断向晶内长大(见图 2(a)~(c))。因此, 其孪生形核和长大过程是: 首先通过晶界亚晶界处全位错分解为 Shockley 部分位错而形核, 随后从晶界亚晶界不断发射 Shockley 部分位错到相邻滑移面, 从而从晶界不断向晶内长大。这一结果证实了 YAMAKOV 等^[7]分子动力学模拟预测的非均质形核和长大的孪生机制。

2.2 超细晶尺寸(100~500 nm)范围内的层错和形变孪晶

图 3 所示为 HPT Al-0.5Mg 合金超细晶晶粒内存在高密度层错和纳米孪晶的 TEM 像。TEM 和 HRTEM 分析表明, 高密度层错和纳米孪晶经常存在于 HPT Al-Mg 合金的超细晶尺寸(100~500 nm)范围内, 而且晶界和三叉晶界附近的密度更高。如图 3(b)和(c)所示, 在晶粒尺寸约为 300 nm 的晶粒内(见图 3(a)), 存在大量层错和纳米孪晶, 其层错宽度在 5~10 nm 之间, 局部层错密度高达 $6.73 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 。分子动力学模拟^[7]和 CHEN 等^[8]的实验研究认为, 在 FCC 金属中, 由晶界发射部分位错而产生孪晶和层错的变形方式仅存在于晶粒尺寸为 10~50 nm 的纳米晶中。但是, 本实验中

表 1 TEM 暗场像和 XRD 技术测得的高压扭转 Al-Mg 合金中微观结构参数^[17]

Table 1 Microstructural parameters of HPT Al-Mg alloys determined by TEM dark field images and quantitative XRD method^[17]

Alloy	d_{TEM}/nm	$a/\text{\AA}$	D_{XRD}/nm	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}/\%$	ρ/m^{-2}
Al-0.5Mg	265	4.0515 ± 0.0001	86 ± 3	0.026 ± 0.007	0.37×10^{14}
Al-1.0Mg	200	4.0536 ± 0.0001	75 ± 4	0.048 ± 0.011	0.77×10^{14}
Al-2.5Mg	86	4.0614 ± 0.0001	60 ± 4	0.120 ± 0.010	2.41×10^{14}
AA5182	71	4.0683 ± 0.0001	46 ± 3	0.190 ± 0.010	4.97×10^{14}

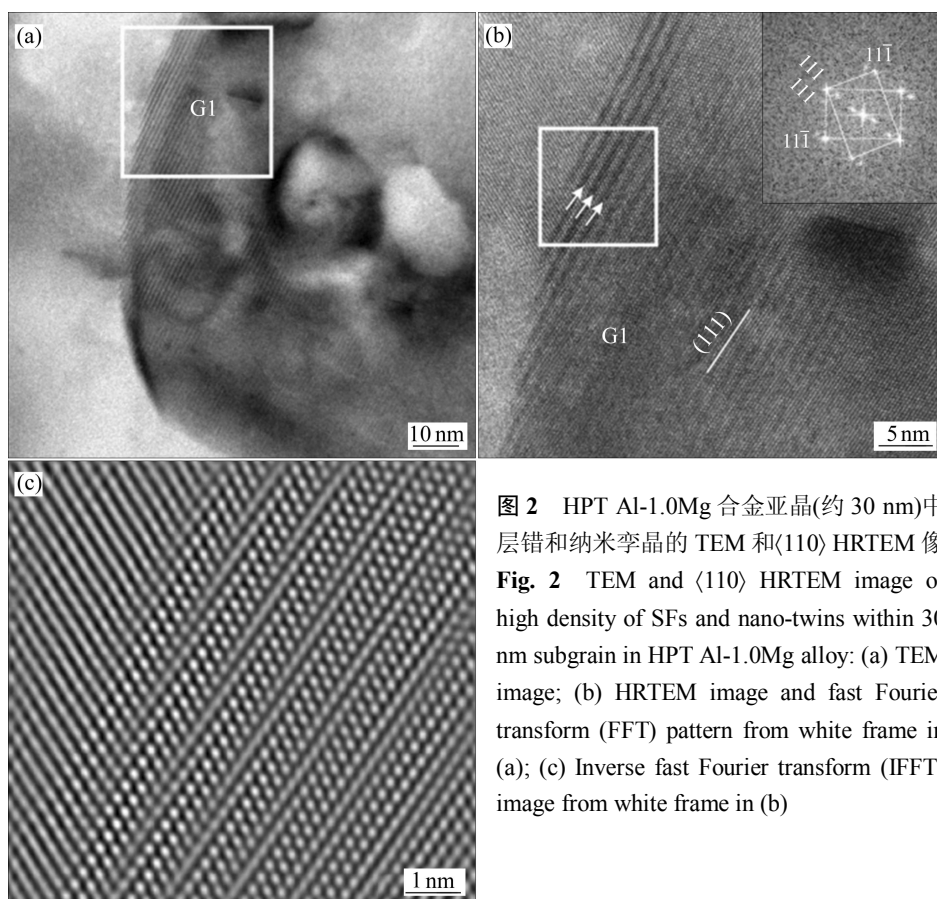


图 2 HPT Al-1.0Mg 合金亚晶(约 30 nm)中层错和纳米孪晶的 TEM 和 $\langle 110 \rangle$ HRTEM 像
Fig. 2 TEM and $\langle 110 \rangle$ HRTEM image of high density of SFs and nano-twins within 30 nm subgrain in HPT Al-1.0Mg alloy: (a) TEM image; (b) HRTEM image and fast Fourier transform (FFT) pattern from white frame in (a); (c) Inverse fast Fourier transform (IFFT) image from white frame in (b)

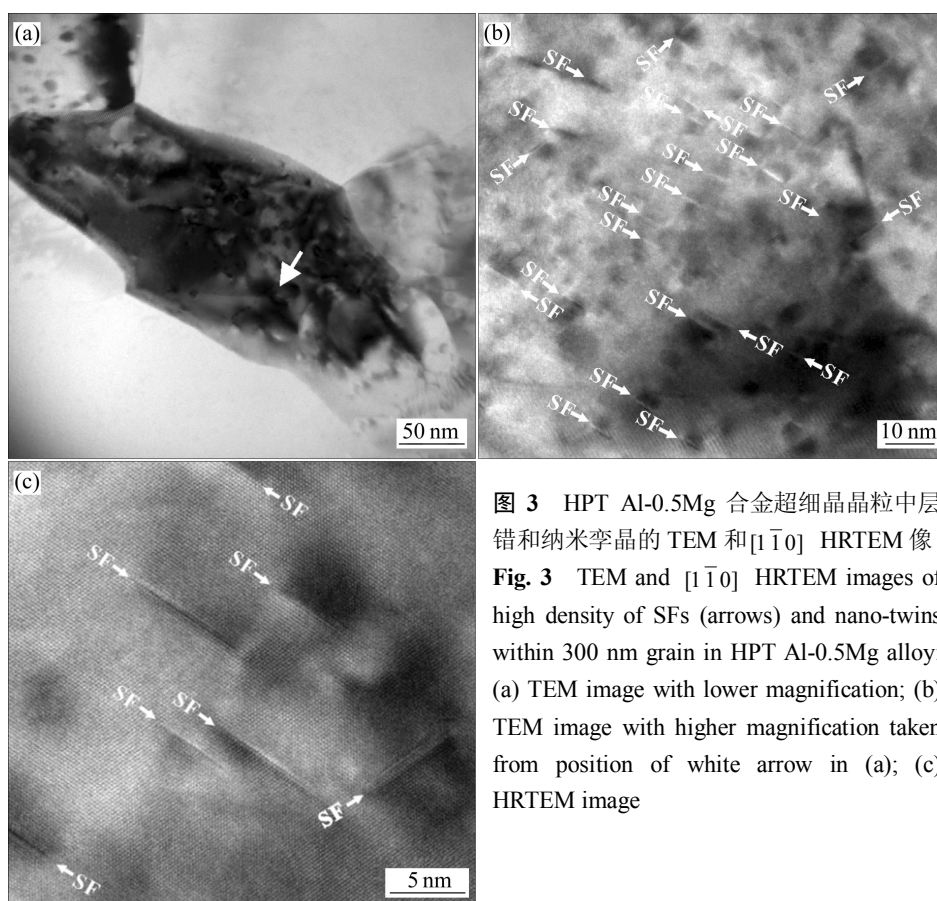


图 3 HPT Al-0.5Mg 合金超细晶晶粒中层错和纳米孪晶的 TEM 和 $[1\bar{1}0]$ HRTEM 像
Fig. 3 TEM and $[1\bar{1}0]$ HRTEM images of high density of SFs (arrows) and nano-twins within 300 nm grain in HPT Al-0.5Mg alloy: (a) TEM image with lower magnification; (b) TEM image with higher magnification taken from position of white arrow in (a); (c) HRTEM image

的 TEM 和 HRTEM 分析经常在 HPT 大塑性变形铝合金的超细晶尺寸(100~500 nm)范围内直接观察到由晶界发射部分位错而产生的高密度层错和纳米孪晶。这些直接证据证实, 在大塑性变形过程中, 由晶界发射部分位错而产生孪晶和层错的变形机制, 同样可以存在于超细晶 FCC 金属中。最近, LI 等^[19]在大塑性变形 Cu-30%Zn 铜合金中也观察到了这一新的变形机制。

2.3 扩展位错和层错

众所周知, FCC 金属中的全位错和部分位错可用 Thompson 四面体表示(见图 4)。如图 4 所示, 如果 HRTEM 分析时电子束的入射方向是 $Z[1\bar{1}0]$, 那么伯氏矢量为 $1/2[10\bar{1}]$ 的端视(End-on)位错是一个 60° 的混合位错, 而伯氏矢量为 $1/2[1\bar{1}0]$ 的端视(End-on)位错是一个 0° 的纯螺型位错。 60° 混合位错的伯氏矢量与位错线之间的角度为 60° , 0° 纯螺型位错的伯氏矢量与位错线之间的角度为 0° 。一定条件下, 这两种 $1/2\langle 110 \rangle$ 型的全位错可分解成两个部分位错, 并在这两个部分位错之间形成一个层错(即扩展位错)。如图 4 所示, 一个 60° 位错分解为部分位错的表达式是

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

即

$$BC \rightarrow B\delta + \delta C \quad (2)$$

式中: $1/6[2\bar{1}\bar{1}]$ 和 $1/6[11\bar{2}]$ 分别是 30° 和 90° Shockley 部分位错的伯氏矢量。相应地, 一个 0° 位错分解为部分位错的表达式是

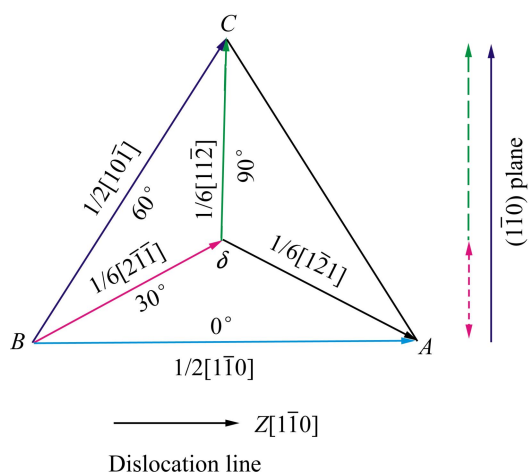


图4 Thompson 四面体在 D_6 上的投影

Fig. 4 Thompson tetrahedron projected along D_6

$$\frac{1}{2}[1\bar{1}0] \rightarrow \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{6}[1\bar{2}1] \quad (3)$$

即

$$BA \rightarrow B\delta + \delta A \quad (4)$$

式中: $1/6[2\bar{1}\bar{1}]$ 和 $1/6[1\bar{2}1]$ 是柏氏矢量大小相等而方向不同的两个 30° Shockley 部分位错。

有意思的是, 上述两种全位错分解为部分位错形成层错的位错扩展方式, 在本实验所研究的 HPT 大塑性变形 Al-Mg 合金中, 均能经常用 HRTEM 分析观察到。图 5 所示为 HPT AA5182 铝合金中观察到的 60° 混合位错分解为部分位错而形成层错的 HRTEM 像。HRTEM 分析时电子束的入射方向是 $[1\bar{1}0]$, 原晶粒尺寸约为 500 nm。如图 5 所示, 如果围绕包含两个部分位错的整个扩展位错画一个伯氏回路, 可得出该扩展位错的柏氏矢量为 $1/4[11\bar{2}]$ 。由图 4 可见, 在电子束入射方向为 $[1\bar{1}0]$ 的条件下, 柏氏矢量为 $1/4[11\bar{2}]$ 的位错, 就是柏氏矢量为 $1/2[10\bar{1}]$ 的 60° 混合位错在 $(1\bar{1}0)$ 面的投影(即为图 4 右侧的带箭头实线)。因此, 可以推断图 5 中的扩展位错是由 60° 混合位错分解为部分位错后而形成的。同时, 如果分别围绕图 5 中两个部分位错画伯氏回路, 那么就可确定图 4 中 90° 和 30° Shockley 部分位错投影到 $(1\bar{1}0)$ 面上的柏氏矢量分别为 $1/6[11\bar{2}]$ 和 $1/12[11\bar{2}]$ (如图 5 中的箭头所示, 即分别为图 4 右侧的长箭头虚线和箭头向上的短虚线), 这两个部分位错之间则形成一个层错, 该层错的宽度约为 5 nm。

同样, HPT Al-Mg 合金中也经常观察到 0° 纯螺型位错分解为部分位错而形成的层错。图 6 所示为 HPT Al-2.5Mg 铝合金中 0° 纯螺型位错分解为部分位错而形成层错的典型 HRTEM 像。HRTEM 分析时电子束的入射方向是 $[1\bar{1}0]$, 原晶粒尺寸约为 200 nm。如图 6 所示, 如果围绕包含两个部分位错的整个扩展位错画一个伯氏回路, 可得出该扩展位错的柏氏矢量为 0。由图 4 可见, 在电子束入射方向为 $[1\bar{1}0]$ 的条件下, 柏氏矢量为 $1/2[1\bar{1}0]$ 的 0° 纯螺型位错与 $(1\bar{1}0)$ 面之间的角度为 90° , 因而其在 $(1\bar{1}0)$ 面上的投影为 0。因此, 图 6 中的扩展位错应当是由柏氏矢量为 $1/2[1\bar{1}0]$ 的 0° 纯螺型位错分解为部分位错后而形成的。相似地, 如果分别围绕图 6 中两个部分位错画伯氏回路, 那么能很容易确定这两个部分位错为图 4 中两个 30° Shockley 位错在 $(1\bar{1}0)$ 面上的投影, 投影后的柏氏矢量分别为 $1/12[11\bar{2}]$ 和 $1/12[1\bar{1}2]$, 两者大小相等而方

向相反(如图 6 中的箭头所示,即分别为图 4 右侧的箭头向上的短虚线和箭头向下的短虚线)。由图 6 可以确定,这两个 30° 部分位错之间形成层错的宽度约为 3 nm。

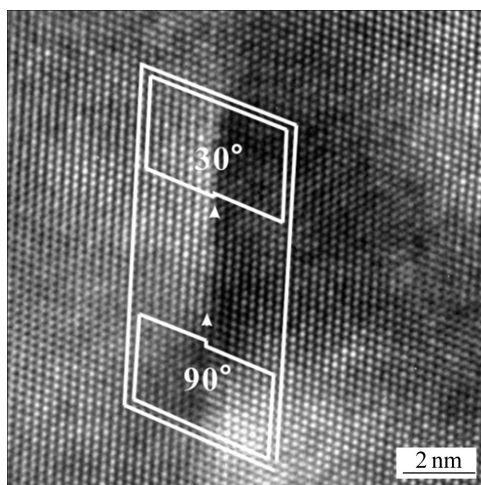


图 5 HPT AA5182 铝合金中 60° 端视位错分解为 30° 和 90° 部分位错而形成层错的 $[1\bar{1}0]$ HRTEM 像

Fig. 5 $[1\bar{1}0]$ HRTEM image of end-on 60° dislocation dissociated into 30° and 90° partials, connected by stacking fault in HPT AA5182 alloy

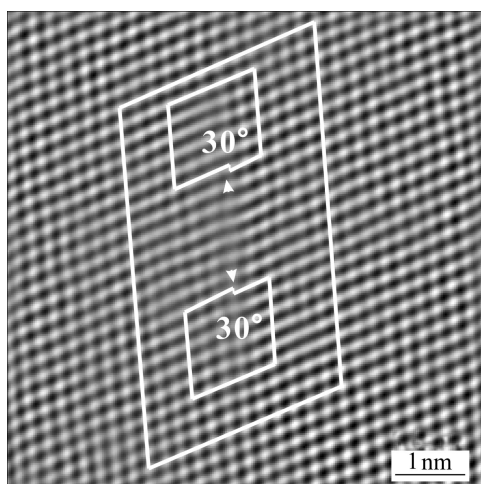


图 6 HPT Al-2.5Mg 铝合金中端视螺型位错分解为两个 30° 部分位错而形成层错的 $[1\bar{1}0]$ HRTEM 像

Fig. 6 $[1\bar{1}0]$ HRTEM image of end-on screw dislocation dissociated into two 30° partials, connected by stacking fault in HPT Al-2.5Mg alloy

由以上分析可见,在高压扭转大塑性变形 Al-Mg 铝合金中形成的层错,既可由 60° 混合位错分解为 90° 和 30° Shockley 部分位错形成,又可由 0° 纯螺型位错分解为两个 30° Shockley 部分位错而形成。

2.4 厚度为 1 nm 的特殊纳米孪晶

根据 YAMAKOV 等^[13]的分子动力学模拟预测, FCC 纳米晶金属中的孪晶可由全位错分解形成的单个层错逐个动态叠加而形成,称为均质形核和长大的孪生机制。这种机制的孪生形核和长大过程是,首先晶粒内部的全位错分解为 Shockley 部分位错而形成一个层错,随后相邻滑移面上以同样方式形成的层错逐个动态叠加到先前形成的层错上,最终形成几个层错叠加形成的特殊纳米孪晶。本实验中 HPT 大塑性变形 Al-Mg 铝合金的 HRTEM 分析证明了这种孪生的均质形核长大机制。图 7 所示为 HPT Al-2.5Mg 铝合金晶粒内部(晶粒尺寸约为 200 nm)中观察到的这种纳米孪晶的 HRTEM 像,其厚度为 4 个(111)面之间的距离,约为 1 nm。由图 7 可见,该纳米孪晶实际上是由 4 层层错叠加而形成的厚度为 1 nm 的纳米孪晶,即由全位错分解而形成的 4 个层错在相邻滑移面上动态叠加而形成。不难理解,如果该孪晶附近有更多的全位错分解,那么就能产生更多的层错添加到孪晶两边,从而使孪晶不断长大。值得注意的是, LIAO 等^[20]曾在液氮球磨纯 Al 中用 HRTEM 观察到两层层错叠加而形成的纳米孪晶。图 8 所示为这种孪生机制形成过程的示意图。图 8(a)所示为是 FCC 金属中无晶体缺陷时晶格沿 $\langle 110 \rangle$ 晶向的投影,其堆垛顺序为正常的 ABCABCABC。图 8(b)所示为晶粒内部的全位错分解为 Shockley 部分位错而形成一个层错,其堆垛顺序变为 ABCBCABC。图 8(c)所示为重复图 8(b)的过程,由 4 个层错叠加形成的纳米孪晶,堆垛顺序为 ABCBABABC。

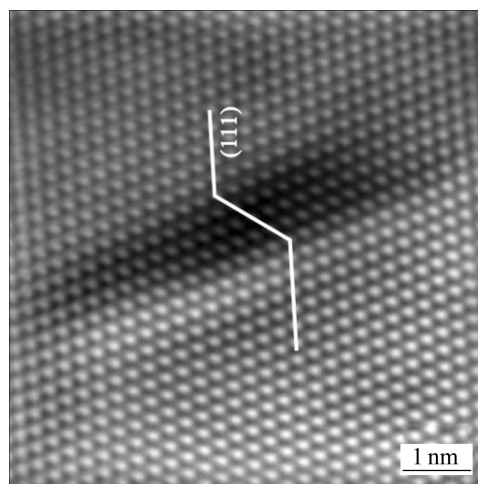


图 7 HPT Al-2.5Mg 铝合金中由 4 层层错叠加而形成孪晶的 $[1\bar{1}0]$ HRTEM 像

Fig. 7 $[1\bar{1}0]$ HRTEM image of four-layer twin formed by dynamic overlapping of four SF ribbons in HPT Al-2.5Mg alloy

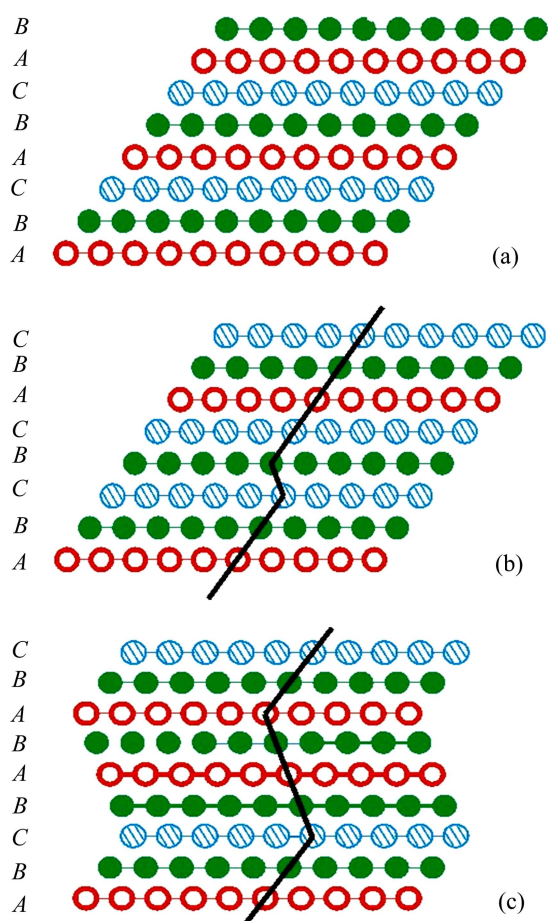


图 8 FCC 金属中由层错动态叠加而形成孪晶的示意图

Fig. 8 Schematic illustration of twin formed by dynamic overlapping of stacking faults in FCC metals: (a) $\langle 110 \rangle$ projection of perfect FCC lattice showing $ABCABCABC$ stacking sequence; (b) Stacking fault formed by Shockley partials dissociated from one full dislocation showing $ABCBCABC$ stacking sequence; (c) A twin formed by dynamic overlapping of four stacking faults by repeating process in (b), showing $ABCBABABC$ stacking sequence

2.5 压杆位错和位错锁

通过 HRTEM 分析发现, HPT Al-Mg 合金中的层错经常同时出现在两个不同的滑移面上(见图 2)。图 9 所示为 HPT Al-0.5Mg 合金中不同滑移面上同时形成层错且相交的典型 HRTEM 像。在 FCC 金属中存在 4 个等价的 $\{111\}$ 滑移面。如果不同滑移面上均产生全位错的分解而形成部分位错和层错, 不同滑移面上的部分位错相遇将反应生成各种不可动的压杆位错 (Stair-rod dislocation), 从而形成位错锁^[7, 13-15, 21]。根据形成压杆位错 $\{111\}$ 滑移面之间的角度, 可确定位错锁的类型: 锐角 (70.53°) 为 $1/6\langle 110 \rangle$ 型 L-C 位错锁

(Lomer-Cottrell locks), 钝角 (109.47°) 为 $1/3\langle 110 \rangle$ 型位错锁^[13, 21]。由图 9(a)和(b)可见, 在 (111) 和 $(1\bar{1}\bar{1})$ 两个滑移面上分别通过两个全位错分解成部分位错而形成了层错 SF1 和 SF2 并相交, 两者之间的夹角为 70.53° , 可形成 $1/6\langle 110 \rangle$ 型 L-C 位错锁。在 (111) 和 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面上两个全位错的分解可分别表示为

$$1/2[01\bar{1}] \rightarrow 1/6[\bar{1}2\bar{1}] + 1/6[11\bar{2}] \quad (5)$$

$$1/2[101] \rightarrow 1/6[112] + 1/6[2\bar{1}1] \quad (6)$$

由上述两个全位错分解而产生的两个 30° Shockley 拖曳部分位错 (Trailing partials) 将发生如下反应:

$$1/6[\bar{1}2\bar{1}] + 1/6[2\bar{1}1] \rightarrow 1/6[110] \quad (7)$$

从而可产生 $1/6[110]$ 压杆位错而形成 L-C 位错锁。压杆位错是一种不可动的更稳定的位错, 位错锁能成

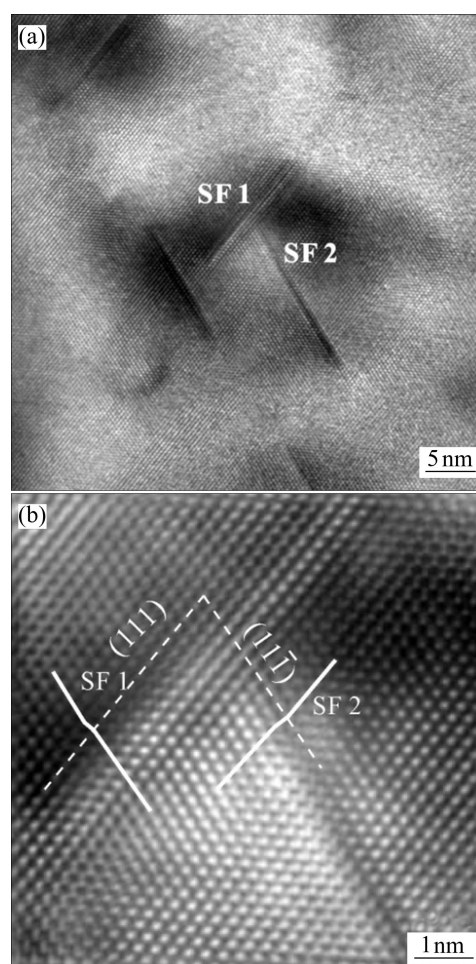


图 9 HPT Al-0.5Mg 合金中压杆位错和位错锁的 $[1\bar{1}0]$ HRTEM 像

Fig. 9 HRTEM $[1\bar{1}0]$ images of stair-rod dislocation and locks in HPT Al-0.5Mg alloy: (a) HRTEM image; (b) Inverse fast Fourier transform image from (a)

为其他位错运动的障碍,可对其他位错起钉扎作用,有利于位错的塞积,因而可能会对 HPT 大塑性变形 Al-Mg 铝合金的力学性能产生重要影响^[12-13]。

3 讨论

如前所述,常规金属的晶粒尺寸越小,形变孪晶越难形成^[4],而且,铝的层错能很高,粗晶铝即使在高冲击压力或接近 0 K 的温度下变形也不会产生形变孪晶^[14]。但是,TEM 和 HRTEM 分析表明,本实验中 HPT 大塑性变形 Al-Mg 铝合金中确实存在大量的层错和形变孪晶。这些层错和形变孪晶不仅存在于晶粒尺寸为 20~50 nm 纳米晶中(见图 2),而且出现在晶粒尺寸为 100~500 nm 的超细晶中(见图 3)。

分子动力学模拟结果指出,在尺寸小于 100 nm 的纯铝中,形变孪晶的形核长大可能具有非均质孪生和均质孪生两种机制^[7]。无论是非均质孪生还是均质孪生机制都认为,孪晶的形核长大与层错的形成有关。这两种由分子动力学模拟得出的孪生机制均被已本实验的 HRTEM 证实。图 2 所示为存在于 HPT Al-Mg 铝合金纳米晶(晶粒尺寸为 20~50 nm)晶界附近,以非均质形核长大孪生机制形成的密度极高的纳米孪晶和层错,其局部密度高达 $10^{16}\sim 10^{18} \text{ m}^{-2}$,厚度仅为 0.2~1 nm。这种机制的孪生形核和长大过程是,首先通过晶界亚晶界处全位错分解为 Shockley 部分位错而形核,随后从晶界亚晶界不断发射 Shockley 部分位错到相邻滑移面,从而从晶界不断向晶内长大。

HRTEM 分析表明,在 HPT Al-Mg 铝合金超细晶(200~500 nm)晶粒内部,存在由 4 层层错叠加而形成的厚度为 1 nm 的特殊纳米孪晶(见图 7)。这一结果证实, HPT Al-Mg 铝合金中的层错和形变孪晶可通过均质形核长大的孪生机制形成。这种机制的孪生形核和长大过程是,首先晶粒内部的全位错分解为 Shockley 部分位错而形成一个层错(见图 5 和 6),随后相邻滑移面上以同样方式形成的层错逐个动态叠加到先前形成的层错,最终形成几个层错叠加形成的特殊纳米孪晶。

MEYERS 等^[14]认为,至少有 3 个导致纳米晶 FCC 金属产生形变孪晶的可能原因:1) 传统的孪晶形核机理在纳米尺度下失效;2) 局部应力集中导致局部应力明显提高;3) 部分位错的扩展在纳米尺度加剧,从而促进孪生。目前,纳米晶 FCC 金属中容易产生形变孪晶和层错的主要原因通常用 ZHU 等^[4]、CHEN 等^[8]和 ASARO 等^[16]根据经典位错理论提出的模型来解释。但是这些模型仅适用于纳米晶(1~100 nm),根据该模

型能够在铝中产生形变孪晶和层错的最大晶粒尺寸约为 15 nm,因而不能解释本实验中 HPT Al-Mg 铝合金超细晶(200~500 nm)中仍可能产生层错和形变孪晶的现象。

根据经典位错理论^[8],使全位错(1/2<110>)形核所需的临界剪切应力(τ_N)可表示为

$$\tau_N = \frac{2\alpha\mu b_N}{D} \quad (8)$$

式中: D 为晶粒尺寸; μ 为剪切模量(铝的剪切模量为 35 GPa); b_N 为全位错的伯氏矢量的大小; 参数 α 是反应位错的特征(刃型和螺型位错的 α 分别为 0.5 和 1.5)以及位错源的长度和晶粒尺寸大小之间的比因子。

而产生 Shockley 孪生部分位错(1/6<112>)进而形成层错和形变孪晶的临界剪应力(τ_P)可用以下公式表示:

$$\tau_P = \frac{2\alpha\mu b_P}{D} + \frac{\gamma}{b_P} \quad (9)$$

式中: b_P 是 Shockley 部分位错伯氏矢量的大小; γ 是层错能(SFE, 铝的层错能为 166 mJ/m²^[14])。式(9)的模型仅适用于纳米晶金属,且不包括弹性各向异性、小佩尔斯-纳巴罗应力、局部应力集中、溶质效应以及晶界和位错间的相互作用的影响。

事实上,从图 5 和 6 中扩展位错的宽度可以直接估算所研究 HPT 铝合金的层错能。估算后的层错能称为有效层错能 γ_e , 可以以下公式表示:

$$\gamma_e = \frac{\mu a^2}{24\pi w} \quad (10)$$

式中: a (=0.4049 nm)是晶格参数; w 是层错的宽度。取 $w=5 \text{ nm}$, 可以算出有效层错能 $\gamma_e=16 \text{ mJ/m}^2$ 。所估算的有效层错能 γ_e 仅为粗晶铝层错能的 1/10。这一计算结果表明,在所研究的 HPT 大塑性变形 Al-Mg 铝合金中,存在一些其他因素影响其层错能和层错宽度。在大塑性变形条件下,局部应力集中在变形孪生的形成过程中发挥了关键的作用。

考虑到局部应力集中对变形孪生的促进作用^[22], 式(9)可以写成如下形式:

$$n\tau_P = \frac{2\alpha\mu b_P}{D} + \frac{\gamma}{b_P} \quad (11)$$

式中: n 是应力集中系数。在形核的初始阶段,所需要的 n 值为 2~4^[22]。

取 $\tau_N=\tau_P$, 由式(8)和(11)可得到晶粒尺寸的临界值

D_c

$$D_c = \frac{2\alpha\mu(nb_N - b_p)b_p}{\gamma} \quad (12)$$

当晶粒尺寸小于临界值 D_c 时, $\tau_p < \tau_N$ 。以 $\alpha = 1.5$ 和 Al 的相关参数代入式(12), 在 $n=2$ 和 4 时, D_c 分别为 42 和 102 nm。如果式(12)中的 γ 用 γ_e 取代, 那么, 式(12)可以写成

$$D_c = \frac{2\alpha\mu(nb_N - b_p)b_p}{\gamma_e} \quad (13)$$

令 $\gamma_e = 16 \text{ mJ/m}^2$, $n=1$ 和 2, 则 D_c 分别为 131 和 440 nm。这一估算结果与所试验的 HPT 大塑性变形铝合金的 HRTEM 分析完全一致, 即由晶界发射部分位错而产生孪晶和层错的变形机制, 同样可以存在于几百纳米大小的超细晶 FCC 金属中。

由上分析可见, CHEN 等^[8]的模型仅适用于纳米晶(1~100 nm)条件下形变孪晶和层错的形成过程, 而本文作者得到的公式模型可以很好地解释 HPT Al-Mg 铝合金超细晶(200~500 nm)中仍可能产生层错和形变孪晶的现象。

4 结论

1) 在 HPT 大塑性变形 Al-Mg 铝合金纳米晶(20~50 nm)的晶界附近观察到了局部密度高达 $10^{16} \sim 10^{18} \text{ m}^{-2}$ 、厚度仅为 0.2~1 nm 的层错和形变孪晶。这一结果实验证实了分子动力学模拟预测的由晶界处全位错不断分解成部分位错并向晶内发射而形成孪晶的非均质形核和长大的孪生机制。

2) 在超细晶尺寸(100~500 nm)晶粒中经常观察到由晶界发射部分位错而产生的高密度层错和形变孪晶, 其层错宽度在 5~10 nm 之间, 局部层错密度高达 10^{15} m^{-2} 。这些直接证据表明, 通常仅发生在 10~50 nm 纳米晶中由晶界发射部分位错而产生孪晶和层错的变形机制, 同样可以存在于超细晶 FCC 金属中。依据经典位错理论, 提出了适用于大塑性变形超细晶 FCC 金属中形成形变孪晶和层错的模型。

3) HRTEM 分析表明, 在 HPT Al-Mg 铝合金中形成的层错, 既可由 60° 混合位错分解为 90° 和 30° Shockley 部分位错形成, 又可由 0° 纯螺型位错分解为两个 30° Shockley 部分位错而形成, 首次同时实验证实了 FCC 金属中两种不同 $1/2\langle 110 \rangle$ 型全位错的位错扩展方式。

4) HRTEM 观察到由 4 层层错叠加而形成的厚度

为 1 nm 的特殊纳米孪晶, 实验证实了分子动力学模拟预测的由全位错分解形成的层错动态叠加而形成孪晶的均质形核和长大的孪生机制。

5) HRTEM 观察到了由全位错分解而产生的层错出现在不同滑移面上并相交成 70.53° , 全位错分解而产生的拖曳部分位错相遇反应可生成不可动的压杆位错, 从而形成 $1/6\langle 110 \rangle$ 型位错锁。

REFERENCES

- [1] GLEITER H. Noncrystalline materials[J]. Progress in Materials Science, 1989, 33: 223-315.
- [2] VALIEV R Z, ISLAMGALIEV R K, ALEXANDROV I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation[J]. Progress in Materials Science, 2000, 45(2): 103-189.
- [3] 康志新, 彭勇辉, 赖晓明, 李元元, 赵海东, 张卫文. 剧塑性变形制备超细晶/纳米晶结构金属材料的研究现状和应用展望[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(4): 587-598.
KANG Zhi-xin, PENG Yong-hui, LAI Xiao-ming, LI Yuan-yuan, ZHAO Hai-dong, ZHANG Wei-wen. Research status and application prospect of ultrafine grained and/or nano-crystalline metallic materials processed by severe plastic deformation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(4): 587-598.
- [4] ZHU Y T, LIAO X Z, WU X L. Deformation twinning in bulk nanocrystalline metals: experimental observations[J]. JOM, 2008, 60(9): 60-64.
- [5] 汪程鹏, 李付国, 陆红亚, 王磊, 乔慧娟. 剧烈塑性变形制备微纳米材料的变形细化机理[J]. 金属热处理, 2012, 37(2): 14-19.
WANG Cheng-peng, LI Fu-guo, LU Hong-ya, WANG Lei, QIAO Hui-juan. Refinement and deformation mechanism of severe plastic deformation for micron-nanometer materials[J]. Heat Treatment of Metals, 2012, 37(2): 14-19.
- [6] LU L, CHEN X, HUANG X, LU K. Revealing the maximum strength in nanotwinned copper[J]. Science, 2009, 323(5914): 607-610.
- [7] YAMAKOV V, WOLF D, PHILLIPS S R, GLEITER H. Deformation twinning in nanocrystalline Al by molecular-dynamics simulation[J]. Acta Materialia, 2002, 50(20): 5005-5020.
- [8] CHEN M W, MA E, HEMKER K J, SHENG H W, WANG Y M, CHENG X M. Deformation twinning in nanocrystalline aluminum[J]. Science, 2003, 300(5623): 1275-1277.
- [9] NI S, WANG Y B, LIAO X Z, LI H Q, FIGUEIREDO R B, RINGER S P, ZHU Y T. Effect of grain size on the competition between twinning and detwinning in nanocrystalline metals[J]. Physical Review B, 2011, 84(23): 235401-4.
- [10] WANG Y B, SUI M L. Atomic-scale in situ observation of

- lattice dislocations passing through twin boundaries[J]. *Applied Physics Letters*, 2009, 94(2): 021909-3.
- [11] HAN W Z, CHENG G M, LI S X, WU S D, ZHANG Z F. Deformation induced microtwins and stacking faults in aluminum single crystal[J]. *Physical Review Letters*, 2008, 101(11): 115505-4.
- [12] WU X L, ZHU Y T, WEI Y G, WEI Q. Strong strain hardening in nanocrystalline nickel[J]. *Physical Review Letters*, 2009, 103(20): 205504-4.
- [13] YAMAKOV V, WOLF D, PHILLIPOT S R, GLEITER H. Dislocation-dislocation and dislocation-twin reactions in nanocrystalline Al by molecular dynamics simulation[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(14): 4135-4147.
- [14] MEYERS M A, MISHRA A, BENSON D J. Mechanical properties of nanocrystalline materials[J]. *Progress in Materials Science*, 2006, 51(4): 427-556.
- [15] LIAO X Z, ZHOU F, LAVERNIA E J, HE D W, ZHU Y T. Deformation twins in nanocrystalline Al[J]. *Applied Physics Letters*, 2003, 83(24): 5062-5064.
- [16] ASARO R J, KRYSL P, KAD B. Deformation mechanism transitions in nanoscale FCC metals[J]. *Philosophical Magazine Letters*, 2003, 83(12): 733-743.
- [17] LIU M P, ROVEN H J, MURASHKIN M Y, VALIEV R Z. Structure and mechanical properties of nanostructured Al-Mg alloys processed by severe plastic deformation[J]. *Journal of Materials Science*, 2013, 48: 4681-4688.
- [18] ZHU Y T, LANGDON T G. Influence of grain size on deformation mechanisms: An extension to nanocrystalline materials[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2005, 409(1): 234-242.
- [19] LI Y, ZHAO Y H, LIU W, XU C, HORITA Z, LIAO X Z, LAVERNIA E J. Influence of grain size on the density of deformation twins in Cu-30% Zn alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(16): 3942-3948.
- [20] LIAO X Z, ZHOU F, LAVERNIA E J, SRINIVASAN S G, BASKES M I, HE D W, ZHU Y T. Deformation mechanism in nanocrystalline Al: Partial dislocation slip[J]. *Applied Physics Letters*, 2003, 83(4): 632-634.
- [21] LIU M P, ROVEN H J. High density hexagonal and rhombic shaped nanostructures in a FCC aluminum alloy induced by severe plastic deformation at room temperature[J]. *Applied Physics Letters*, 2007, 90(8): 083115-3.
- [22] HUAMNG C X, WANG K, WU S D, ZHANG Z F, LI G Y, LI S X. Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate[J]. *Acta Materialia*, 2006, 54(3): 655-665.

(编辑 陈卫萍)