

(9) 48-51

分析测试经验介绍(48-51)

# 用透射电镜观察铝中位错时应注意 的几个问题

费广涛

(中国科学院固体物理研究所 合肥 230031)

TG 146.21

TG 115.215

**摘要** 介绍了用透射电镜观察铝中位错组态时应该注意的问题,包括制样及观察两个方面,并对比给出了有效及无效结果的实例。

**关键词** 透射电镜 制样 铝 位错 观察区域

## 1 引言

金属材料的形变、断裂都涉及到材料内部的位错组态及组态变化。要深入研究材料的形变、断裂的机理就必须了解材料的位错组态及组态变化。透射电镜是这一研究的有力的工具。位错组态的透射电镜观察是一个精细的过程。不正确的制样过程或不正确的观察区域的选择都会使观察结果不能反映材料的真实情况,造成错误的分析和判断,导致错误的结论。

## 2 试样制备

透射电镜实验的关键之一即是试样的制备。可以有很多种方法制备试样,但对于位错观察,应该注意选择那些对位错组态改变不大的制样方法。我们是采取化学减薄和电解减薄相结合的方法,具体步骤如下。

2.1 将试样用线切割机切成厚度为 0.8 mm,直径大于 4 mm 的薄片,所切试样的厚度不可太薄,因为线切割机是靠局部熔化的方法将试样切断的。若厚度太薄,线切割所放出的热量将改变试样的位错组态。我们比较了线切割厚度为 1.5 mm 及 0.8 mm 的试样的位错组态,所得结果相同,因此选择线切割厚度为 0.8 mm,薄片直径的选择是从后续的化学减薄考虑的,是为了使试样经化学减薄后直径不至于小于 3 mm。

2.2 将线切割的试样用丙酮擦去表面的油渍及污物后放入饱和 NaOH 水溶液中进行化学减薄,选择 NaOH 是因其减薄比较均匀。这一过程在室温下 ( $T < 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 进行,如果温度过高,则化学反应速度很快,放热多,此热量将使试样内部的位错组态有很大的改变,会造成错误的结果,图 1 为退火态 99.999 m%Al 试样在室温下化学减薄后的位错组态,基本上可以代表大块试样中的情况。图 2 为同样退火态试样在  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右的温度下化学减薄后的位

收稿日期: 1995-12-26; 收到修改稿日期: 1996-02-06.

错组态,可见,在 80℃ 条件下,位错基本上形成了多边化墙,这是由于强烈的放热造成的。待试样经化学减薄至 0.2 ~ 0.3 mm 厚时取出(一般需经 2 d 左右的时间),用清水洗净。



图1 退火态 99.999 m%Al 试样在室温下  
化学减薄后的位错组态

Fig.1 Dislocation configuration of annealed and thickness  
chemically reduced 99.999 m%Al at room temperature



图2 退火态 99.999 m%Al 试样在 80℃ 下  
化学减薄后的位错组态

Fig.2 Dislocation configuration of annealed and thickness  
chemically reduced 99.999 m%Al at 80℃

2.3 用锋利的刀片在玻璃上将试样切成直径约为 3 mm 的小圆片。我们也曾试用其它方法如用专用的冲子冲或用剪刀剪,但这些方法都或多或少地造成试样变形,所以,对于观察位错来说是不合适,根据经验,用刀片切割几乎不会造成试样变形。

2.4 最后将切割好的试样放在双喷穿孔机上进行电解减薄,电解液为硝酸和甲醇,  $\phi(\text{硝酸})=0.25$ , 电解电流为 0.30 ~ 0.32 A, 电压为 15 ~ 18 V, 时间 1 min, 试样即穿孔,制得的试样穿孔区域应该是发亮的,若穿孔区域发乌或发灰,则说明电流、电压选择不合适,应适当地改变电流、电压的数值。试样穿孔后立即取出,放入纯酒精中清洗 3 ~ 4 遍,然后用滤纸吸去试样上的酒精,制样即可完成。

### 3 观察区域的选择

在位错的电镜观察中,观察区域的选择也是一个重要的方面。孔洞边缘区域处的位错组态不能代表大块试样的真实情况,因为这一区域内位错几乎不受约束,大部分位错都逸出试样了,只有少量的短位错存在。图 3 即为退火态 99.999 m%Al 试样孔洞边缘的位错组态。文献<sup>[1]</sup>认为在 Al 中厚度小于 200 nm 的区域内位错缠结已明显解开,观察区域越厚,越能反映真实试样的情况。我们一般选择 10 个等厚条纹以上的区域,厚度约在 600 nm 以上。

在位错的电镜观察中,另一个值得注意的情况是应该避免由于装夹等操作不慎使试样产生变形,当试样由于装夹造成变形时,电镜观察中常常可以看到一些等倾条纹,或者出



图3 退火态 99.999 m%Al 试样孔洞边缘的位错组态

Fig. 3 Dislocation configuration at the hole margin of annealed 99.999 m% Al



图4 退火态 99.9999 m%Al 试样中近乎平行排列的长直位错

Fig. 4 Nearly paralleled long and straight dislocation of annealed 99.999 m% Al

现许多近似平行排列的长的位错,这是由于变形引入的。图4即为这样的近乎平行排列的长直位错,文献<sup>[1]</sup>认为,这些位错有可能与试样中的真实位错分布相混淆,难以区分,要消除由于装夹而引入的位错,在装夹过程中动作要轻拿轻放,仔细正确的装夹操作是可以消除这种由装夹而引入的长直位错的。最好的办法是多观察几个试样及其不同的区域。

在电镜观察中,尤其值得强调的是,应该选取那些在所观察到的视场中占有较大比率的位错组态作为典型组态,这样才能使得观察的结果更准确可靠。

#### 4 结 语

综上所述,制样过程的关键在于尽量不使试样产生变形,同时又能得到较好的、较大的观察区域。电镜观察的关键在于应该尽量选择能够反映大块试样真实情况的观察区域。

虽然在制样减薄过程中由于长程应力的释放,有一部分位错逸出试样了,有一部分位错重新排列,但是位错组态的形状仍然保留着。只要在制样过程中仔细操作,谨慎地选择观察区域,就能得到可信的结果。

### 参 考 文 献

- [1] 赫什 P, 豪伊 A, 尼科尔森 R B, 帕施利 D W, 惠兰 M J 著, 刘安生, 李永洪译. 薄晶体电子显微学, 北京, 科学出版社, 1983:55.

## Some Attentive Aspects of Aluminum Dislocation Configuration Observed with TEM

Fei Guangtao

(Institute of Solid State Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230030)

**abstract** Two attentive aspects about the dislocation configuration observed with TEM have been discussed. Some valid and invalid examples are given.

**Key words** TEM foil preparation Al dislocation observation region