

Исследование процессов разупрочнения в монокристаллических лентах вольфрама

© Л.Н. Пронина, А.А. Мазилкин, И.М. Аристова

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

(Поступила в Редакцию 20 мая 1997 г.

В окончательной редакции 15 сентября 1997 г.)

Исследовались процессы возврата в деформированных прокаткой монокристаллах вольфрама (001)[110] различной степени чистоты. Показано, что образовавшаяся при пластической деформации монокристаллов вольфрама дислокационная структура преобразуется при последующих высокотемпературных отжигах в систему дислокационных субграниц; при этом в образцах при нагреве до температуры, близкой к температуре плавления, происходит лишь полигонизация, сохраняющая их монокристаллическую структуру. Процесс образования субграниц проходит в два этапа с последовательным преобразованием нестабильной структуры в конфигурацию, обладающую минимумом энергии. Определяющим фактором, влияющим на скорость полигонизации, является величина энергии дефекта упаковки; существенное влияние оказывает также присутствие примесей.

Процессы возврата в сильно деформированных монокристаллах тугоплавких ОЦК-металлов были изучены нами на примере молибдена и ниобия [1–3]. Было показано, что специальным образом деформированные монокристаллы молибдена сохраняют свою монокристаллическую структуру при высокотемпературных отжигах. Дислокационный возврат в этих монокристаллах проходит в несколько стадий, причем при отжиге монокристаллов молибдена продолжительностью 3 min при температуре 2000°C образуется структура из параллельных краевых дислокаций $a[001]$, идентичная структуре, получаемой в результате продолжительного (2 h) отжига при той же температуре. Представляется интересным сравнить полученные данные по молибдену с данными о поведении при нагреве других тугоплавких ОЦК-металлов. Данная работа посвящена изучению процессов возврата в монокристаллических лентах вольфрама различной степени чистоты.

1. Методика

Исследовались монокристаллы вольфрама с ориентацией оси роста [110], выращенные методом электронно-лучевой зонной плавки, с отношением электросопротивлений $R_{300\text{K}}/R_{4.2\text{K}} = RRR = 50\,000$ и $200\,000$. Образцы для прокатки вырезались электро-эрозионным способом, механически шлифовались и полировались в растворе NaOH. Исследование проводилось на монокристаллах, плоскость и направление прокатки которых были (001)[110]. Степень деформации прокатанных монокристаллов составляла $\sim 80\%$. Отклонение от заданной ориентации контролировалось методом Лауэ и составляло не более 3° . Отжиг образцов осуществлялся пропусканием тока в безмасляном вакууме 10^{-8} Торр при температуре 2300°C. Образцы для электронной микроскопии готовились методом струйной электролитической полировки в 1.5% раство-

ре NaOH. Электронно-микроскопические исследования проводились на электронных микроскопах JEM-100CX и JEM-2000FX.

2. Результаты

1) Структура после деформации. В предыдущей работе [4] авторами была подробно изучена структура, формирующаяся в результате деформации прокаткой монокристаллов вольфрама (001)[001]. Было показано, что присутствующие в структуре монокристаллов с суммарным обжатием $\varepsilon = 0.5\%$ винтовые дислока-

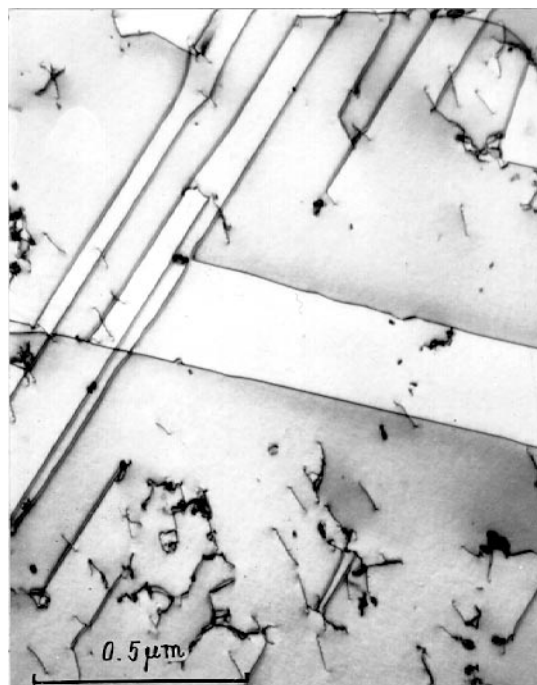


Рис. 1. Структура слабо деформированного монокристалла вольфрама ($\varepsilon = 0.5\%$).

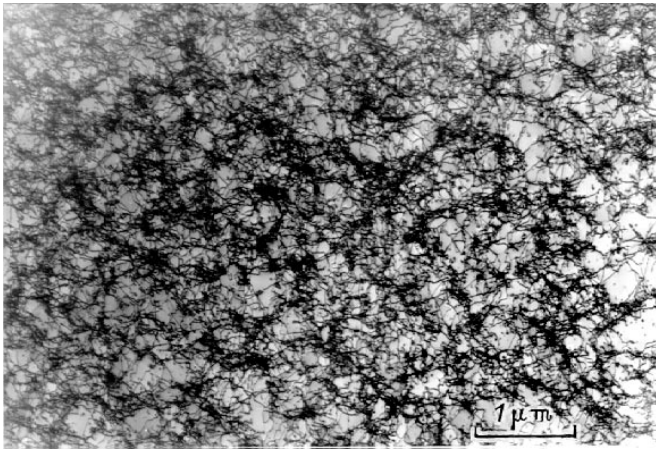
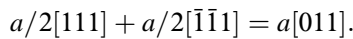


Рис. 2. Структура монокристалла, прокатанного до степени суммарного обжатия 80%.

ции $a/2\langle 111 \rangle$ образуют плоскую дислокационную сетку в результате взаимодействия по реакции (рис. 1)



Увеличение деформации приводит к развитию процессов поперечного скольжения как механизма преодоления возникающих барьеров $a\langle 001 \rangle$ и как следствие к формированию объемной дислокационной сетки.

В результате прокатки до степени обжатия $\varepsilon = 80\%$ образцы вольфрама $(001)[110]$ сохраняют монокристаллическую структуру исходной ориентации с однородным распределением дислокаций (рис. 2). Такая структура характерна для деформированных монокристаллов тугоплавких ОЦК-металлов данной ориентации, что связано с действием продольных систем скольжения $(10\bar{1})[111]$, $(101)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(01\bar{1})[111]$, $(011)[\bar{1}\bar{1}1]$.

2) Структура формирующаяся в результате отжига. В результате высокотемпературного отжига дислокационная структура, сформировавшаяся в монокристаллах вольфрама $(001)[110]$ при прокатке, преобразуется в систему дислокационных субграниц, различных по строению и составу, при этом материал остается монокристаллическим и сохраняет исходную кристаллографическую ориентацию.

Нагрев прокатанных монокристаллов вольфрама с отношением электросопротивлений 50 000 уже в течение 10 с до 2300°C приводит к образованию в них субграниц. Часть субграниц представляет собой дислокационные сетки. Наблюдаются сетки двух типов: 1) гексагональная сетка, состоящая из двух семейств дислокаций типа $a/2\langle 111 \rangle$, в точках пересечения которых образуются дислокации с векторами Бюргера $a[001]$ (рис. 3); 2) сетка, образовавшаяся на пересечении двух семейств дислокаций с $b = a\langle 100 \rangle$: в местах их пересечения можно было бы ожидать образования сегментов дислокаций $a\langle 110 \rangle$, однако, поскольку дислокации с таким вектором Бюргера не обладают устойчивостью в ОЦК-структуре, при этом

образуется связка из четырех тройных узлов, в каждом из которых одна из дислокаций $a\langle 100 \rangle$, а две других — $a/2\langle 111 \rangle$ (рис. 4).

Дислокации, входящие в состав этих сеток, имеют краевую или смешанную ориентацию, а сами сетки являются субграницами смешанного типа.

В структуре наблюдается также другой тип субграниц (рис. 5). Анализ поведения дифракционного контраста на дислокациях, из которых состоит субграница, позволяет сделать вывод о том, что эти дислокации являются краевыми с вектором Бюргера $a[001]$, а субграница представляет собой вертикальную стенку из краевых дислокаций, являющуюся границей наклона. Линии дислокаций вытянуты в направлении, совпадающем с направлением прокатки $[110]$.

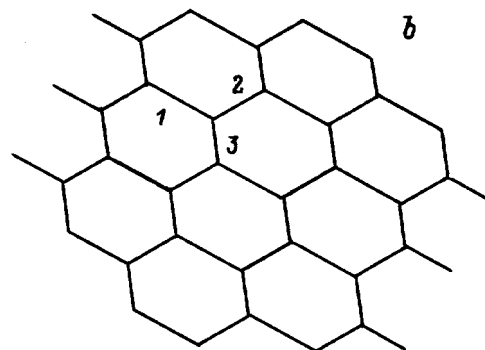
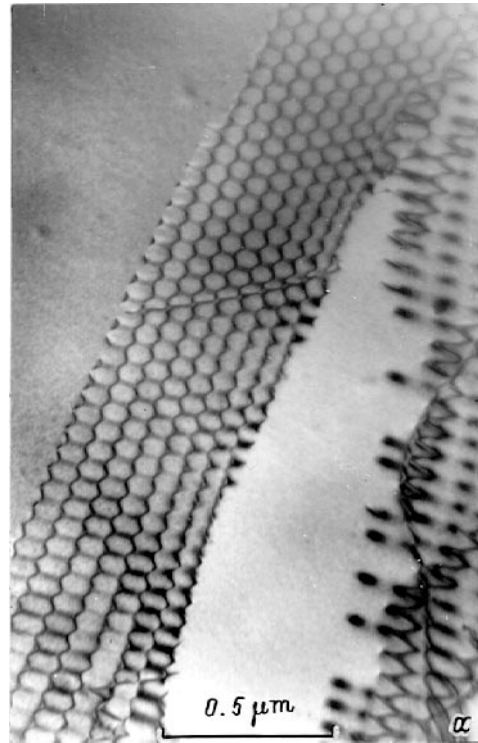


Рис. 3. а) Гексагональная сетка в вольфраме после прокатки и отжига. $RRR = 50\ 000$, 2300°C , 10 с. б) Схема субграницы с анализом векторов Бюргера дислокаций: $b_1 = a[001]$, $b_2 = a/2[\bar{1}\bar{1}1]$, $b_3 = a/2[111]$.

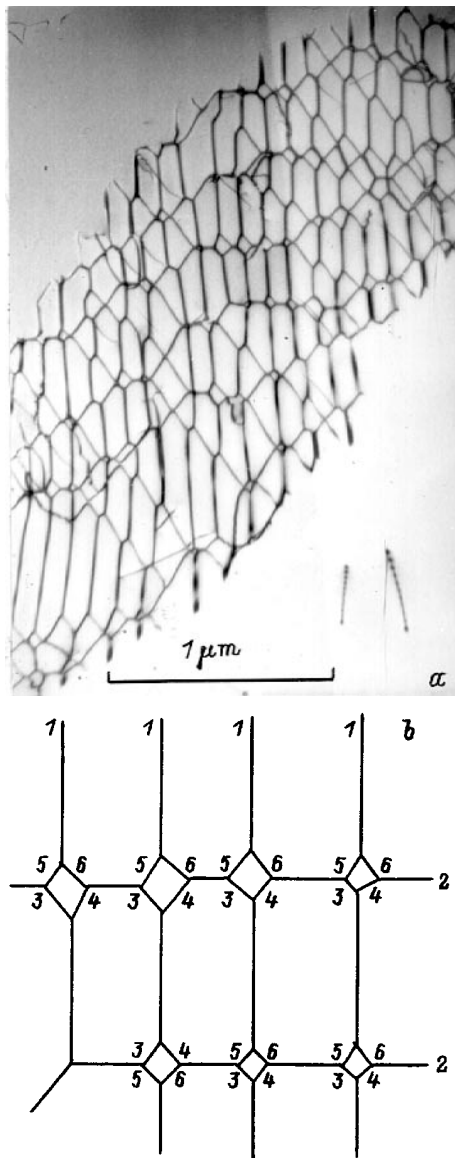


Рис. 4. а) Дислокационная субграница в вольфраме после прокатки и отжига, содержащая связи из четырех тройных узлов. $RRR = 50\,000$, 2300°C , 10 s. б) Схема субграницы с анализом векторов Бюргера дислокаций: $b_1 = a[001]$, $b_2 = a[100]$, $b_3 = a/2[\bar{1}11]$, $b_4 = a/2[1\bar{1}1]$, $b_5 = a/2[111]$, $b_6 = a/2[11\bar{1}]$.

Структура после отжига длительностью 60 s состоит преимущественно из стенок длинных краевых дислокаций $a[001]$, и в ней практически отсутствуют дислокационные сетки.

Исследование структуры монокристаллов вольфрама с отношением $RRR = 200\,000$ показало, что в них уже при отжигах самой малой длительности (до 3 s) образуются субграницы наклона. Они состоят из длинных, параллельно расположенных краевых дислокаций $a[001]$ и идентичны тем, которые наблюдались в монокристаллах с $RRR = 50\,000$ (рис. 6). Стадия образования дислокационных сеток отсутствует.

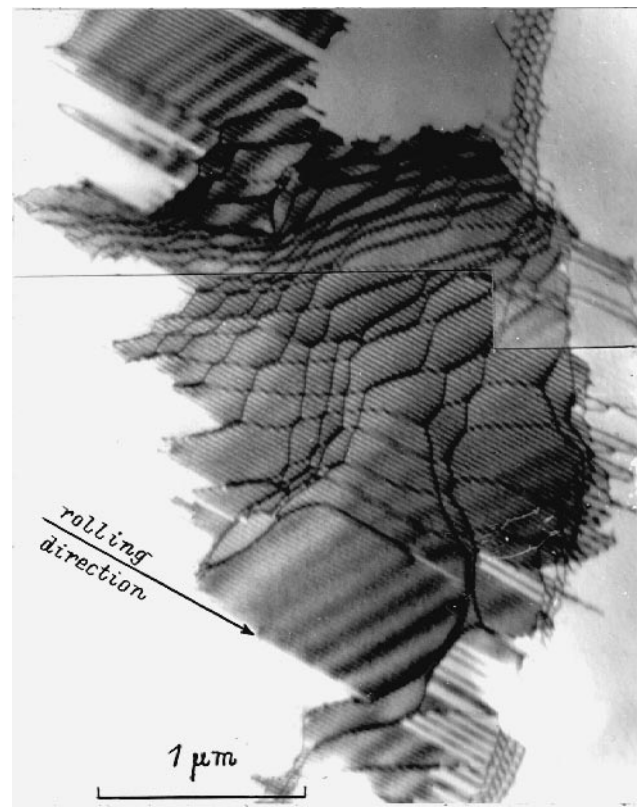


Рис. 5. Субграница наклона в вольфраме после прокатки и отжига. $RRR = 50\,000$, 2300°C , 10 s.



Рис. 6. Субграница наклона в вольфраме после прокатки и отжига. $RRR = 200\,000$, 2300°C , ~ 3 s.

3. Обсуждение результатов

В монокристаллах вольфрама формирование структуры включает в себя стадию образования дислокационных сеток. Известно, что устойчивость дислокационных границ связана с создаваемыми ими полями напряжений. Имеющиеся расчеты [5] показывают, что стабильными дислокационными границами могут быть стенки краевых дислокаций, представляющие собой границы наклона, или сетки из чисто винтовых дислокаций, являющиеся границами кручения, поскольку у них отсутствуют дальнедействующие поля напряжений. Сетки, образующиеся в результате отжига монокристаллов вольфрама, согласно тем же расчетам, неравновесны (не обладают минимумом энергии) из-за значительной краевой составляющей у входящих в ее состав дислокаций и с увеличением времени отжига преобразуются в конфигурацию с минимумом энергии — стенки краевых дислокаций.

Перестройка дислокационной структуры при полигонизации включает в себя скольжение в плоскости сдвига, переползание краевых компонент в соседние плоскости и поперечное скольжение винтовых компонент. Скорость всего процесса лимитируется, очевидно, переползанием, т. е. притоком вакансий к дислокациям или возникновением новых вакансий на дислокациях. Легче всего вакансии присоединяются к дислокации (или образуются) на ступеньках. Поэтому большая концентрация ступенек на дислокациях облегчает процесс полигонизации. Поскольку переползание — термически активируемый процесс [6], скорость полигонизации v_p можно определить следующим выражением:

$$v_p \sim \exp(-Q_p/kT), \quad (1)$$

где $Q_p = Q_j + Q_f + Q_m$ — энергия активации процесса полигонизации. В последнем выражении Q_j — энергия активации образования ступеньки, Q_f — энергия активации образования вакансии, Q_m — энергия активации миграции вакансий. Сумма $Q_f + Q_m$ равна энергии активации самодиффузии.

Величины энергии активации самодиффузии для молибдена, вольфрама и ниобия приведены в таблице [7]. В таблице приведены также значения энергии дефекта упаковки γ . Величины γ , полученные различными исследователями для одного и того же материала, различаются, что связано, видимо, с особенностями метода определения, однако общим для них является то, что в ряду Nb–Mo–W величина энергии дефекта упаковки воз-

растает. В таблице приведены значения γ , полученные Хартли из теоретических расчетов [8].

Металл	$Q_f + Q_m$, kJ/mol	γ , erg/cm ²
Nb	397.7	150
Mo	464.7	430
W	641	500

растает. В таблице приведены значения γ , полученные Хартли из теоретических расчетов [8].

Представляет интерес провести сравнение полученных данных с данными исследований, проведенных на монокристаллических лентах молибдена и ниобия [1–3]. Для всех трех материалов характерно образование стенок из краевых дислокаций с вектором Бюргерса $a[001]$. Время, за которое полигонизация полностью протекает в молибдене, составляет порядка 3 min. В ниобии даже за время отжига больше 2 h наряду со стенками наблюдаются также дислокационные сетки. Если в выражении для скорости полигонизации (1) учитывать только энергию активации самодиффузии, тогда скорость полигонизации в ниобии должна быть наибольшей и уменьшаться при переходе к молибдену и вольфраму, что, однако, противоречит полученным результатам. Следовательно, в (1) определяющую роль играет энергия активации образования ступеньки Q_j . Известно, что величина Q_j связана с энергией дефекта упаковки материала γ : она тем меньше, чем больше γ . Равновесная концентрация ступенек на дислокациях зависит от температуры также по экспоненциальному закону

$$n_j \sim \exp(-Q_j/kT). \quad (2)$$

При большой Q_j уменьшается концентрация ступенек; следовательно, сокращается число образующихся на них вакансий и уменьшается скорость полигонизации, связанная с переползанием дислокаций. С другой стороны, величина энергии дефекта упаковки определяет ширину расщепления дислокаций. Растянутая дислокация может скользить лишь в плоскости дефекта упаковки. Чтобы произошел переход из одной плоскости скольжения в другую, необходимо предварительное стягивание частичных дислокаций в единичную. Это осложняет поперечное скольжение и, следовательно, уменьшает скорость полигонизации, особенно если энергия дефекта упаковки мала.

Известно также, что на диффузионные процессы и, в частности, полигонизацию большое влияние оказывает присутствие примесей. В том случае, если имеется небольшая концентрация малоподвижной примеси, которая имеет высокую энергию связи с вакансиями, не все вакансии смогут свободно перемещаться; некоторые из них окажутся "захваченными" атомами примеси. Образующиеся вокруг дислокаций атмосферы примесей затрудняют движение дислокаций, а также могут приводить к уменьшению энергии дефекта упаковки. Необходимо также учесть роль ступенек: при взаимодействии примесей со ступеньками, более сильно, чем с остальной частью дислокаций, ступеньки, адсорбирующие примеси, теряют свою эффективность как источники и стоки вакансий, и скорость переползания уменьшается [6].

Результаты по исследованию процесса отжига высокочистых монокристаллов вольфрама подтверждает тот известный факт, что на диффузионные процессы большое влияние оказывают присутствие примесей. Образующиеся вокруг дислокаций атмосферы примесей затрудняют

их движение, и в монокристаллах с $RRR = 50\,000$ мы наблюдаем две стадии процесса полигонизации, в то время как в монокристаллах с отношением электро-сопротивлений $RRR = 200\,000$ промежуточная стадия не фиксируется из-за более высокой скорости полигонизации.

Авторы выражают свою глубокую благодарность доктору профессору Г. Готтштейну (Dr. Prof. G. Gottstein) как за плодотворную дискуссию и полезные замечания к работе, так и за предоставленную возможность проведения экспериментов на электронном микроскопе в Институте металловедения и металлофизики, Аахен, Германия (Institut für Metallkunde and Metallphysik, RWTH, Aachen).

Авторы также благодарны Немецкому научному обществу (Deutsche Forschungsgemeinschaft) и Российскому фонду фундаментальных исследований (грант РФФИ 96-02-17536) за оказание финансовой поддержки.

Список литературы

- [1] L.N. Pronina, S. Takeuchi, K. Suzuki, M. Ichihara. *Phil. Mag.* **A45**, 5, 859 (1982).
- [2] Л.Н. Пронина, И.М. Аристова. *ФТТ* **35**, 10, 2701 (1993).
- [3] Л.Н. Пронина, М.В. Баязитова, А.А. Мазилкин. *ФТТ* **38**, 3, 792 (1996).
- [4] Л.Н. Пронина, И.М. Аристова, А.А. Мазилкин. *ФТТ* **38**, 3, 800 (1996).
- [5] J.C.M. Li. In: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*. N.Y. (1963). P. 713–779.
- [6] Дж. Хирт, И. Лоте. *Теория дислокаций*. Пер. с англ. Атомиздат, М. (1972). 600 с.
- [7] *Diffusion in Solid Metals and Alloys* // Ed. H. Mehrer. Springer Verlag (1990). 747 p.
- [8] C.S. Hartley. *Acta Met.* **14**, 9, 1133 (1966).