

УДК 538.951-405

©1993

## ХАРАКТЕР ИЗМЕНЕНИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ В ПРОКАТАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТАХ МОЛИБДЕНА

*Л.Н.Прочина, И.М.Аристова*

Методами электронной микроскопии исследовались изменения в дислокационной структуре монокристаллов молибдена при высокотемпературных кратковременных отжигах. Образцами являлись полученные прокаткой монокристаллические ленты молибдена. Установлено, что формирование устойчивой дислокационной структуры проходит через несколько стадий. При этом равномерно распределенные сплетения дислокаций, формирующие структуру деформированных кристаллов, трансформируются последовательно в субграницы, состоящие из сеток дислокаций, а затем — в субграницы, состоящие преимущественно из длинных прямых параллельно расположенных краевых дислокаций.

Монокристаллы молибдена, деформированные прокаткой по плоскости (001) в направлении [110], обладают способностью сохранять монокристаллическую структуру на всех стадиях деформирования вплоть до больших степеней обжатия ( $\epsilon \cong 90\%$ ). Как было установлено в предыдущих работах, основная доля упрочнения приходится на начальные стадии деформации (до  $\epsilon \cong 10\%$ ) [1], а затем вплоть до 80% суммарного обжатия микротвердость практически не изменяется. Плотность ростовых дислокаций в монокристаллах молибдена  $\rho \cong 3 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ . При деформации до 0.5% кривая зависимости плотности дислокаций от степени деформации расположена почти вертикально: плотность дислокаций возрастает на три порядка (до  $\rho \cong 2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ ). Максимального значения ( $\rho \cong 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ) плотность дислокаций также достигает на начальных стадиях деформации ( $\epsilon \cong 10 \div 15\%$ ), а при деформации 75%  $\rho \cong 5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$  [2] (рис. 1).

При высокотемпературных продолжительных отжигах образцы не рекристаллизуются и сохраняют ориентацию исходного монокристалла. Характерным для структуры монокристаллической ленты молибдена, отожженной при 2000° С в течение 2 ч, является наличие областей, свободных от дислокаций и субграниц, состоящих преимущественно из краевых дислокаций с  $\mathbf{b} = \langle 001 \rangle$ , которые, согласно работе [3], не являются дислокациями, размноженными в процессе прокатки, а возникают как продукт реакции двух семейств дислокаций  $1/2\langle 111 \rangle$  (рис. 2).

В предлагаемой работе исследуются последовательные стадии термоактивируемой эволюции дислокационной структуры деформированных монокристаллов молибдена в структуру, образующуюся в результате высокотемпературного отжига, которая характеризуется наличием ма-

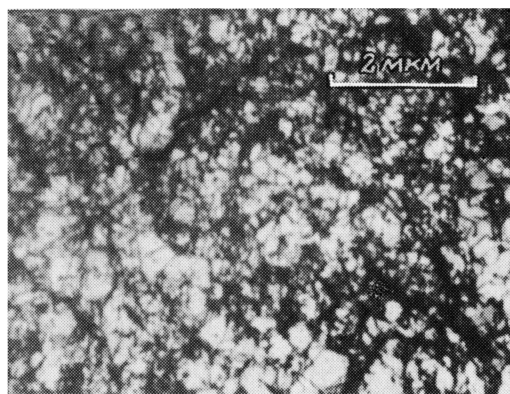


Рис. 1. Структура деформированных монокристаллов молибдена  $\epsilon \cong 75\%$ .

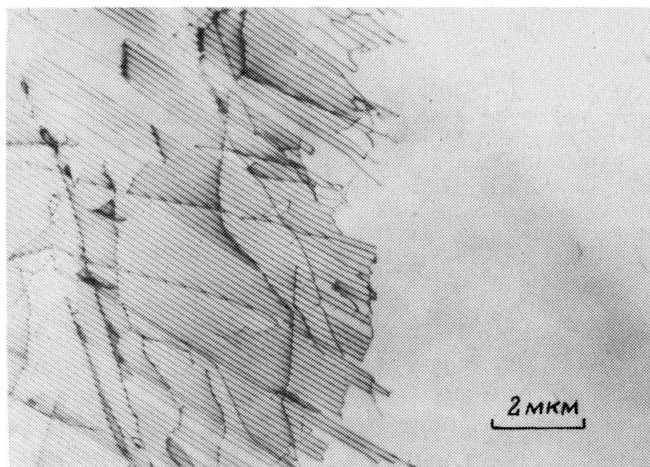


Рис. 2. Структура монокристаллической ленты молибдена.

Отжиг при  $2000^\circ \text{C}$ , 2 ч.

лоугловых границ, состоящих из прямолинейных краевых дислокаций и не изменяется при отжигах большой продолжительности.

### 1. Методика эксперимента

Исходным материалом для исследований являлись монокристаллы молибдена диаметром 18–20 мм с ориентацией оси роста  $[110]$ , полученные на установке электронно-лучевой бестигельной зонной перекристаллизации. Заготовки для прокатки, имеющие форму параллелепипеда, изготавливали путем электроискровой резки и механической обработки. Искривленный поверхностный слой удаляли электролитической полировкой, прокатку осуществляли по плоскости  $(001)$  в направлении  $[110]$ ; суммарная деформация при прокатке  $\epsilon \cong 75\%$ . Для контроля образцов в процессе прокатки и последующего отжига использовался стандартный метод обратной рентгеновской съемки по Лауэ.

Из полученной после прокатки монокристаллической ленты молибдена на электроискровом станке нарезаются образцы для отжига с размерами  $40 \times 3 \times 0.15$  мм. Нагрев образцов при высокотемпературных ( $2000^\circ \text{C}$ ) отжигах осуществлялся прямым пропусканием тока в безмасляном вакууме  $\cong 1 \cdot 10^{-8}$  Торр.

Для электронно-микроскопических исследований дислокационной структуры использовалась центральная часть образца, тонкие фольги из которой получали методом электролитической струйной обработки. Исследования микроструктуры проводились на электронных микроскопах с ускоряющим напряжением 100 и 1000 кВ.

## 2. Результаты эксперимента и их обсуждение

Для структуры деформированных кристаллов (рис. 1) характерны высокая плотность дислокаций ( $5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ), наличие сплетений и отдельных смешанных дислокаций с векторами Бюргера типа  $1/2\langle 111 \rangle$ , довольно равномерно распределенных по объему кристалла.

Весьма кратковременный отжиг (в течение 10 с) при  $2000^\circ \text{ C}$  уже приводит к значительным качественным изменениям дислокационной структуры. Она характеризуется наличием областей, практически свободных от дислокаций и сетки субграниц. Субграница состоит из дислокаций с векторами Бюргера  $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}1]$  и  $\mathbf{b} = 1/2[11\bar{1}]$  и продуктов их реакции с вектором Бюргера  $\mathbf{b} = [100]$  (рис. 3). В дислокационных узлах одного типа и на линиях дислокаций (преимущественно на дислокациях  $a/2[11\bar{1}]$ ) располагаются дефекты, которые мы в дальнейшем будем называть «локальными». Наклон образца на большой угол с помощью гониометрического столика не выявил значительного изменения формы и размеров изображения образовавшихся дефектов. Это позволяет утверждать, что «локальные дефекты» представляют собой некое объемное образование. Анализ контраста позволяет утверждать, что внутреннее строение дефектов сложное (рис. 4, а). Однако на дифракционной картине от исследуемого образца не наблюдается никаких дополнительных рефлексов (рис. 4, б).

При увеличении времени отжига до 20 с число «локальных дефектов» возрастает (рис. 5). Дефекты расположены как вдоль дислокаций с  $\mathbf{b} = a/2[1\bar{1}1]$ , так и вдоль линий дислокаций с  $\mathbf{b} = a/2[11\bar{1}]$ , а также заполняют практически все дислокационные узлы в сетке субграниц.

После отжига в течение 30 с (рис. 6) и дислокационные линии, составляющие субграницы, и дислокационные узлы свободны от наблюдавшихся на первых секундах высокотемпературного отжига «локальных де-

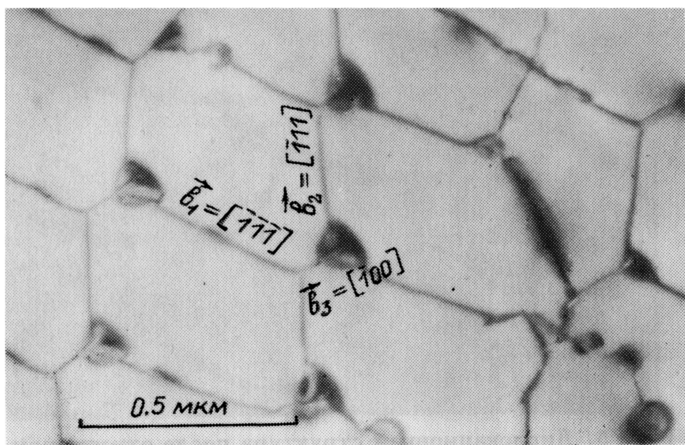


Рис. 3. Участок субграницы.  
Отжиг при  $2000^\circ \text{ C}$ , 10 с.

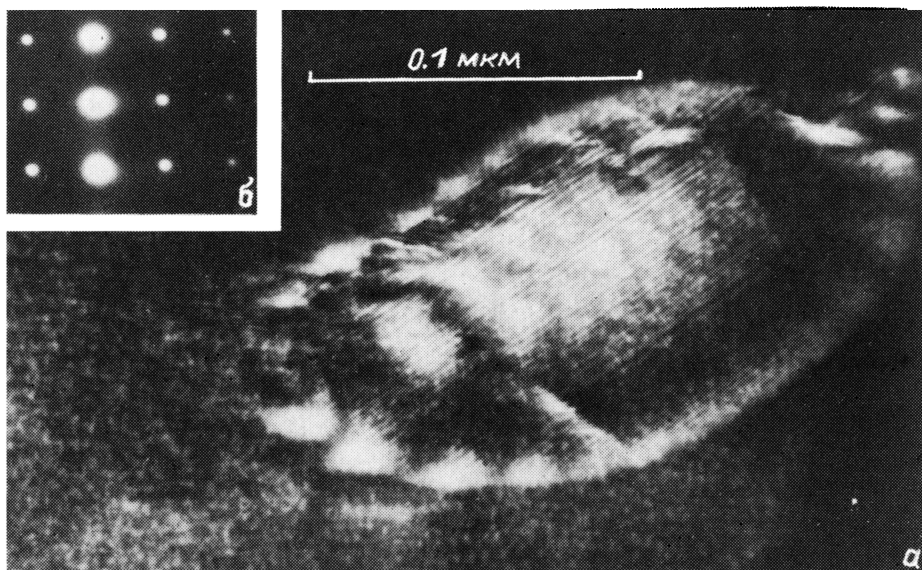


Рис. 4. «Локальный» дефект и микродифракционная картина.

фектов». Особенностью субгранц (30 с, 2000° С) является дислокация с вектором Бюргера  $a[001]$ , возникающая при пересечении дислокаций с векторами Бюргера  $a/2[\bar{1}11]$  и  $a/2[111]$ . Искривленные участки дислокации соединены узкими краевыми диполями, за которыми тянутся ряды мелких дислокационных петель. В целом дислокация вытянута вдоль направления прокатки, т.е. вдоль  $[110]$ . Такие же особенности наблюдаются в структуре субгранц и при увеличении времени отжига до 40 с (рис. 7).

Когда продолжительность отжига увеличивается до 1 мин, 20 с (рис. 8), в субграницах преобладают длинные прямолинейные краевые

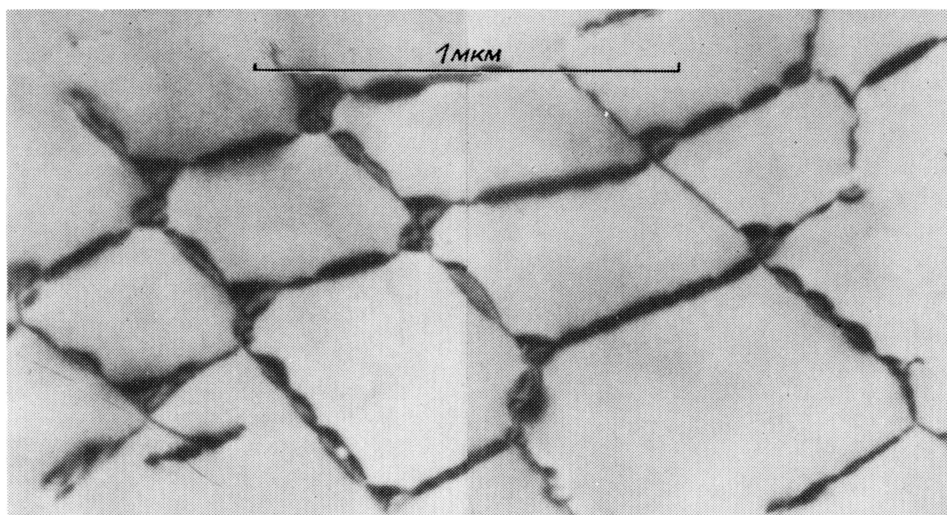


Рис. 5. Дислокационная структура после отжига при 2000° С в течение 20 с.

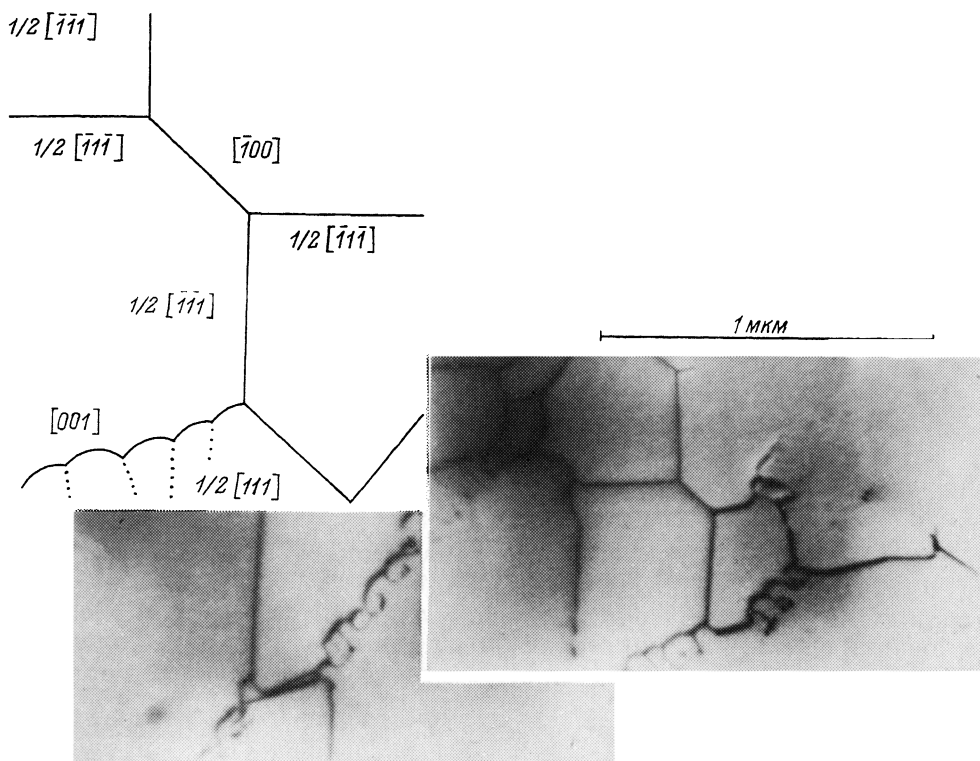


Рис. 6. Дислокационная структура после отжига при  $2000^\circ \text{C}$  в течение 30 с.

дислокации с вектором Бюргера  $a[001]$ , соединенные в тройных узлах дислокациями с вектором Бюргера  $a/2\langle 111 \rangle$ . Криволинейные участки дислокации  $a[001]$  и ряды мелких петель сохранились лишь на небольших по длине отрезках вблизи тройных дислокационных узлов.

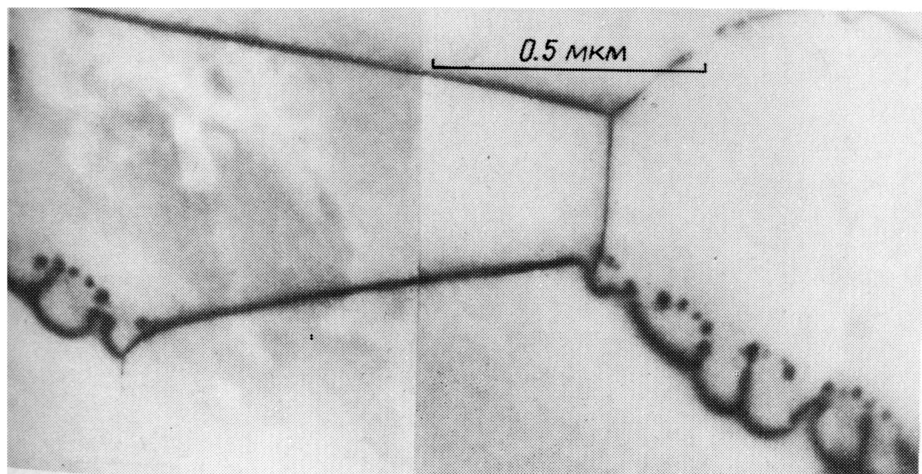
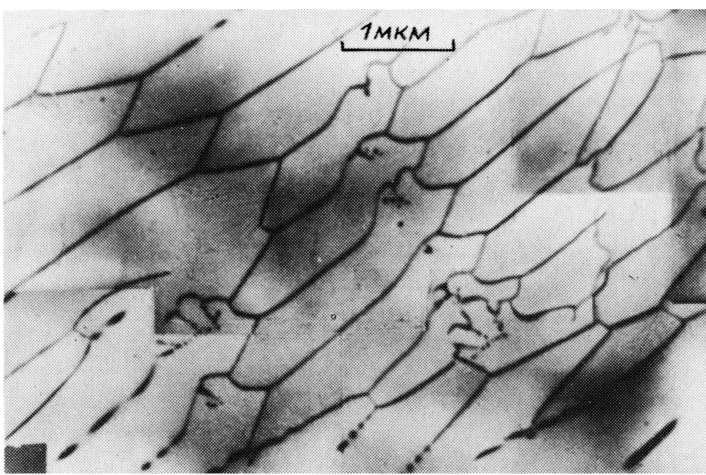


Рис. 7. Отжиг  $2000^\circ \text{C}$ , 40 с.



Субграница полностью сформирована после отжига в течение 5 мин (рис. 9). Подробный анализ дифракционного контраста [4] позволяет утверждать, что основу ее составляют длинные прямые параллельные дислокации с вектором Бюргерса  $a[001]$ , лежащие параллельно плоскости прокатки кристалла (001) и н:

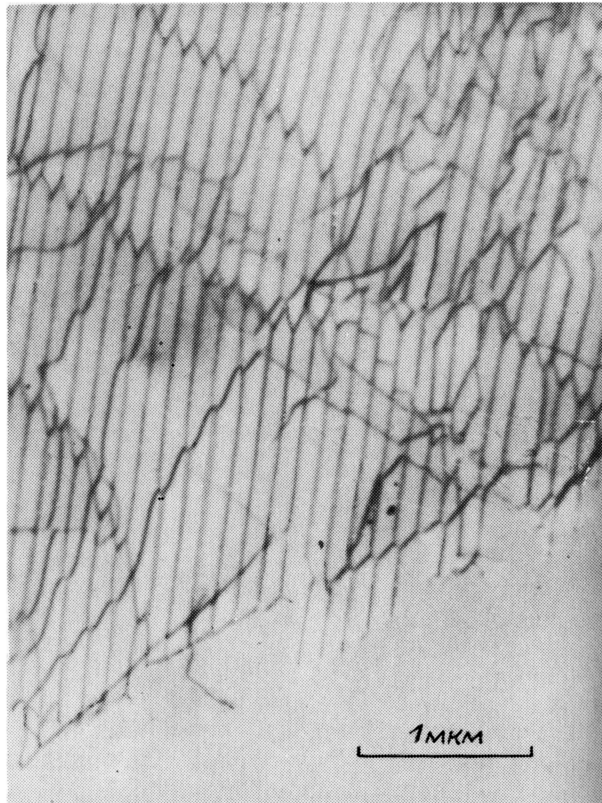


Рис. 9. Общий вид субграницы после отжига в течение 5 мин при 2000° С.

[110]. Расстояния между дислокациями в субграницах  $\cong 1500 \text{ \AA}$ . Образовавшаяся структура является стабильной. Качественно субграницы, образующиеся уже при отжиге в течение 5 мин, не отличаются от тех, что наблюдались в работе [3], когда время отжига при  $2000^\circ$  составляло 2 ч.

Таким образом, при высокотемпературном отжиге прокатанных (001) [110] монокристаллов молибдена происходят такие дислокационные перестройки, которые приводят к образованию областей кристалла, свободных от дислокаций и отделенных друг от друга малоугловыми дислокационными границами, устойчивыми при дальнейшем увеличении времени отжига. Т.е. отжиг при  $2000^\circ \text{ C}$  приводит к полигонизации структуры (001) [110] монокристаллов молибдена.

Как видим, кинетика процесса полигонизации сложна. Скорость всего процесса лимитируется, очевидно, наиболее медленным звеном — переползанием дислокаций, связанным с притоком вакансий, к дислокациям или возникновением новых вакансий на дислокациях. Легче всего вакансии присоединяются к дислокациям (или образуются) на ступеньках [5]. Чем больше ступенек на дислокациях, тем легче и быстрее должна идти полигонизация. В исследуемых монокристаллах вследствие больших степеней деформации присутствует большое число избыточных (по сравнению с равновесной концентрацией) вакансий и концентрация дислокационных ступенек велика. Скорость полигонизации поэтому лимитируется преимущественно скоростью миграции вакансий, и процесс полигонизации может идти очень легко.

Если скорость подхода вакансий к дислокациям больше скорости их исчезновения, на ступеньках может, по-видимому, реализоваться процесс образования вакансионных облаков Коттрелла вокруг дислокаций [6]. Вероятно, в локальных местах вдоль дислокационной линии, а также у дислокационных узлов создается высокая концентрация точечных дефектов, что может в свою очередь привести к существенному снижению энергии дефекта упаковки, величина которой для молибдена очень высока ( $300 \text{ эрг/см}^2$ ) [7]. Тогда часть полной дислокации, которая имеет вектор Бюргерса  $1/2[111]$ , могла бы [5] расщепиться по реакции

$$1/2[111] = 1/3[112] + 1/6[11\bar{1}].$$

Можно предположить, что наблюдавшиеся «локальные дефекты» образовались по механизму, который для ОЦК кристаллов предложили Коттрелл и Билби [5]. Часть полной  $1/2[111]$  решеточной дислокации

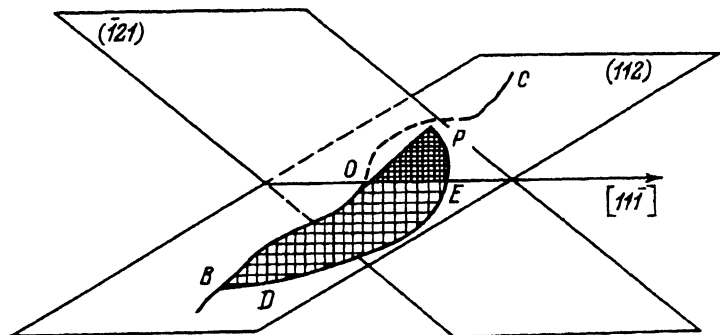


Рис. 10. Механизм Коттрелла-Билби для ОЦК кристаллов.

расщепляется в плоскости (112) (рис. 10) по  $OB$  с образованием узлов  $O$  и  $B$ . Частичная дислокация  $1/6[11\bar{1}]$ , способная скользить в плоскости  $\{112\}$ , отделяется от частичной дислокации  $1/3[112]$ , которая является си- дячей и в связи с этим остается параллельной  $OB$ . Район между двумя частичными дислокациями представляет собой двойниковый дефект упа-ковки. Отрезок  $EO$  является чисто винтовой частью дислокации. Ча- стичная дислокация  $1/6[11\bar{1}]$  поперечно скользит как в плоскости  $(\bar{1}21)$ , так и в плоскости  $(2\bar{1}1)$ , образуя при этом новые дефекты упаковки, ле-жащие в плоскости движения. Частичная дислокация  $1/6[11\bar{1}]$  может за-кручиваться вокруг полюсной  $1/3[112]$ , образуя спираль. Полюсная дис-локация  $1/3[112]$  имеет компоненту, перпендикулярную плоскости  $(\bar{1}21)$  и равную расстоянию между плоскостями  $(\bar{1}21)$ , и узел  $O$  удовлетворяет всем требованиям полюсного механизма.

По-видимому, наблюдавшиеся «локальные дефекты» крайне неустой-чивы и при увеличении времени отжига при столь высокой температуре, когда концентрация вакансий падает, идет обратный процесс, в резуль-тате которого частичные дислокации переходят в более стабильные для молибдена полные дислокации. Этот переход происходит с уничтожени-ем дефекта упаковки.

Параллельно с этими процессами в результате энергетически выгод-ного взаимодействия двух семейств дислокаций с векторами Бюргерса типа  $1/2\langle 111 \rangle$  в границах субзерен образуются и выстраиваются в вер-тикальные стенки краевые дислокации с вектором Бюргерса  $[001]$ . По-скольку вдоль вступающих в реакцию дислокаций типа  $1/2\langle 111 \rangle$  распо-лагаются «локальные дефекты», первоначально дислокация  $[001]$  имеет сложную форму, отдельные участки ее могут находиться в параллель-ных кристаллографических плоскостях. Однако, поскольку вблизи дис-локаций концентрация вакансий высока, при увеличении времени отжига вследствие переползания дислокационная линия выпрямляется.

При температуре  $2000^\circ\text{C}$  все дислокационные перестройки протекают чрезвычайно быстро, и, таким образом, при высокотемпературном отжи-ге прокатанных  $(001)[110]$  монокристаллов молибдена уже за время по-рядка 5 мин в результате полигонизации образуются малоугловые гра-ницы, устойчивые при дальнейшем увеличении времени отжига.

### Список литературы

- [1] Пронина Л.Н. Тугоплавкие металлы, сплавы и соединения с монокристалличе-ской структурой. М.: Наука, 1984. С. 191–195.
- [2] Аристова И.М., Пронина Л.Н. // Тез. докл. XII Всесоюзн. конф. по электронной микроскопии. М., 1982. С. 103.
- [3] Pronina L.N., Takeuchi S., Suzuki K., Ichihara M. // Phil. Mag. A. 1982. V. 45. N 5. P. 859–865.
- [4] Аристова И.М., Пронина Л.Н. // Препринт. Черноголовка, ИФТТ, 1992.
- [5] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций: Пер. с англ. М., 1972. 600 с.
- [6] Дислокации и механические свойства кристаллов: Пер. с англ. М., 1960. 552 с.
- [7] Polak J. // Czech. J. Phys. 1963. V. B13. P. 616.

Институт физики твердого тела РАН  
Черноголовка  
Московская область

Поступило в Редакцию  
19 мая 1993 г.