

ОРИЕНТАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ТЕРМИЧЕСКОГО УПРОЧНЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ СПЛАВА Ni_3Ge

© В.А.Старенченко,* Ю.В.Соловьева,* Ю.А.Абзаев,*
Б.И.Николаев, В.В.Шпейзман, Б.И.Смирнов

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

* Томская государственная архитектурно-строительная академия,
634003 Томск, Россия

(Поступила в Редакцию 25 марта 1996 г.)

Экспериментально исследованы температурные зависимости предела текучести и деформационного упрочнения различно ориентированных монокристаллов ($[001]$, $[i\bar{3}9]$, $[\bar{2}34]$, $[\bar{1}\bar{1}1]$) сплава Ni_3Ge , обладающего сверхструктурой $L1_2$. Природа наблюдаемого на опыте многостадийного изменения предела текучести анализируется в предположении действия двух механизмов термического упрочнения, а именно механизма Кира-Вильсдорф и механизма осаждения точечных дефектов на сверхдислокациях. Определены энергии активации стадий термического упрочнения.

Упорядоченные сплавы обладают рядом особенностей деформационного поведения, связанных со специфическим строением дислокаций. Наиболее яркое проявление этой специфики известно в литературе под названием «термическое упрочнение» и состоит в том, что в некоторых температурных интервалах напряжения течения изменяются аномально, а именно повышение температуры вызывает увеличение предела текучести и деформирующих напряжений.

Со времени открытия термического упрочнения в упорядоченных сплавах со сверхструктурой $L1_2$ были проведены многочисленные исследования, направленные на выявление закономерностей и природы этого явления. Библиография, посвященная исследованию термического упрочнения, содержит к настоящему времени около тысячи публикаций. При объяснении термического упрочнения наибольшее признание получил механизм термоактивируемой самоблокировки винтовых сверхдислокаций, предложенный Киром и Вильсдорф^[1]; большинство публикаций посвящено выяснению возможностей объяснения термического упрочнения сплавов с помощью этого механизма. Вместе с тем Флинном^[2] был предложен механизм блокировки краевых сверхдислокаций при участии точечных дефектов. Несмотря на очевидность значительной роли в процессах деформационного упрочнения взаимодействия точечных дефектов с дислокационным ансамблем, возможные последствия таких взаимодействий в сплавах со сверхструктурой $L1_2$ за редким исключением^[3-6] не обсуждаются, а основным и единственным механизмом, определяющим термическое упрочнение, считается упомянутый выше механизм блокировки винтовой сверхдислокации.

При детальном исследовании температурной зависимости предела текучести Ni_3Al авторы [3,7] обратили внимание на многостадийный характер возрастания предела текучести, который нельзя было объяснить единым механизмом термического упрочнения. В дальнейшем многостадийность возрастания предела текучести с температурой была обнаружена и в случае сплавов Ni_3Ge и Ni_3Ga [8,9]. Наконец, в последнее время было обнаружено наличие двух максимумов на температурной зависимости предела текучести монокристаллов Ni_3Ge [10]. Многостадийность термического упрочнения в сплавах со сверхструктурой $L1_2$ в настоящее время не вызывает сомнения и настоятельно требует привлечения к объяснению термического упрочнения механизмов, связанных с взаимодействием точечных дефектов со сверхдислокациями. Это, однако, осложняется малым количеством сведений о закономерностях проявления стадийности термического упрочнения в различных условиях испытания. В частности, до сих пор не исследован вопрос о влиянии ориентации оси деформации кристаллов на закономерности проявления стадий термического упрочнения. В связи с этим настоящая работа посвящена экспериментальному исследованию влияния ориентации кристаллов на стадийность термического упрочнения, анализу энергий активации стадий термического упрочнения и обсуждению возможных суперпозиций механизмов самоторможения сверхдислокаций, приводящих к многостадийному термическому упрочнению.

1. Методика и результаты экспериментов

Сплав Ni_3Ge был выплавлен из никеля марки H-O и германия высокой чистоты (99.999) в вакууме 10^{-4} Торр. Полученный сплав использовался в качестве сырья для роста монокристаллов Ni_3Ge по методу Бриджмена в атмосфере очищенного аргона. Далее электроискровым способом из монокристального слитка вырезались рабочие образцы с заданной (с точностью 2°) ориентацией и размером $3 \times 3 \times 6$ мм. После вырезки образцы подвергались химическому травлению в растворе $50\% \text{HNO}_3 + 50\% \text{HF}$ и затем отжигались в течение 48 h при 1200 K с последующим охлаждением в печи. Механические испытания производились в вакууме ($1-2 \cdot 10^{-2}$ Торр) при температурах 77–1000 K на машине типа УПР с усиленной ходовой частью. Температура в опытах задавалась постоянной с точностью до 2 K. Скорость деформации равнялась $3.3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Деформирование при низких температурах (до 4.2 K) осуществлялось в гелиевом криостате с помощью испытательной машины «Instron 1342».

На рис. 1 представлены зависимости критического напряжения сдвига τ_0 от температуры для монокристаллов Ni_3Ge для четырех ориентаций оси деформации: [234], [9174], [139], [001]. Наблюдаются существенные качественные изменения в общем характере зависимости предела текучести от температуры при изменении ориентации оси деформации кристаллов от вершины стереографического треугольника [001] к вершине [111]. В ориентациях вблизи угла [001] ([139], [001]) на температурной зависимости предела текучести выделяется несколько стадий термического упрочнения. На восходящей ветви графика $\tau_0(T)$ наблюдается низкотемпературная стадия относительно медленного возрастания предела текучести, простирающаяся до температур,

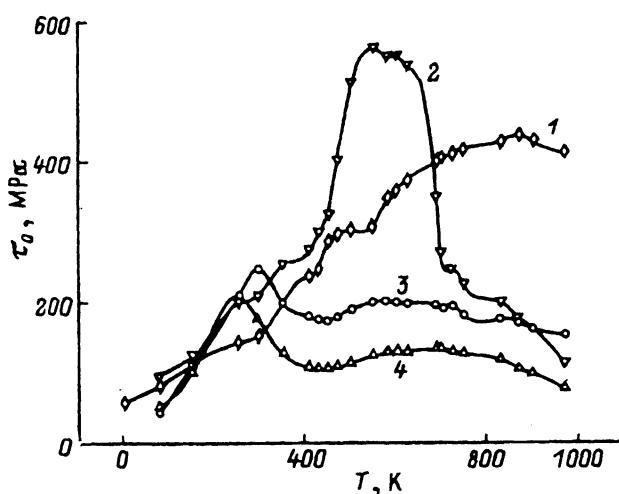


Рис. 1. Температурные зависимости критического напряжения сдвига монокристаллов сплава Ni₃Ge с различной ориентацией оси деформации.
1 — [001], 2 — [139], 3 — [9174], 4 — [234].

ненамного превышающих комнатную (300 К для ориентации [100], 350 К для ориентации [139]). Следует особо подчеркнуть, что в области криогенных температур термическое упрочнение на этой стадии возникает уже при переходе от 4.2 к 77 К. Соответствующие значения предела текучести в случае ориентации [001] равны $\tau_{4.2} = 55$ МПа, $\tau_{77} = 80$ МПа. Изменение условий испытания до более высоких температур сопровождается в этом случае появлением стадии быстрого возрастания предела текучести, которая сменяется стадией насыщения, где предел текучести остается постоянным либо изменяется незначительно ($T = 500\text{--}1000$ К в ориентации [001], $T = 500\text{--}650$ К в случае [139]). В ориентации [139] в отличие от ориентации [001] наблюдается термическое разупрочнение — резкое падение предела текучести при повышении температуры испытания до значений, больших 650 К.

Поведение предела текучести в ориентациях вблизи угла [111] при изменении температуры качественно отличается от описанного выше. В этом случае (ориентации [9174], [234]) на зависимости $\tau_0(T)$ наблюдаются два максимума: низкотемпературный, приходящийся на температуры, лежащие вблизи комнатной ($T \approx 297$ и ≈ 250 К), и высокотемпературный, выраженный менее ярко и носящий диффузный характер. Значение температуры второго максимума принадлежит в этом случае интервалу 550–800 К.

Существенные различия наблюдаются также и в изменениях криевых упрочнения монокристаллов разных ориентаций, вызванных вариациями температуры. На рис. 2 приведены кривые упрочнения, полученные при разных температурах для различно ориентированных кристаллов. Наблюдается определенная закономерность во влиянии температуры на кривые упрочнения по мере изменения ориентации оси деформации кристаллов от угла стереографического треугольника [111] к углу [001] (см. врезку на рис. 2, а). В низкотемпературной области наблюдаются кривые с возрастающим с деформацией ε коэффициентом упрочнения $dt/d\varepsilon$. При более высоких температурах кривые упрочнения вырождаются вначале в кривые с приблизительно по-

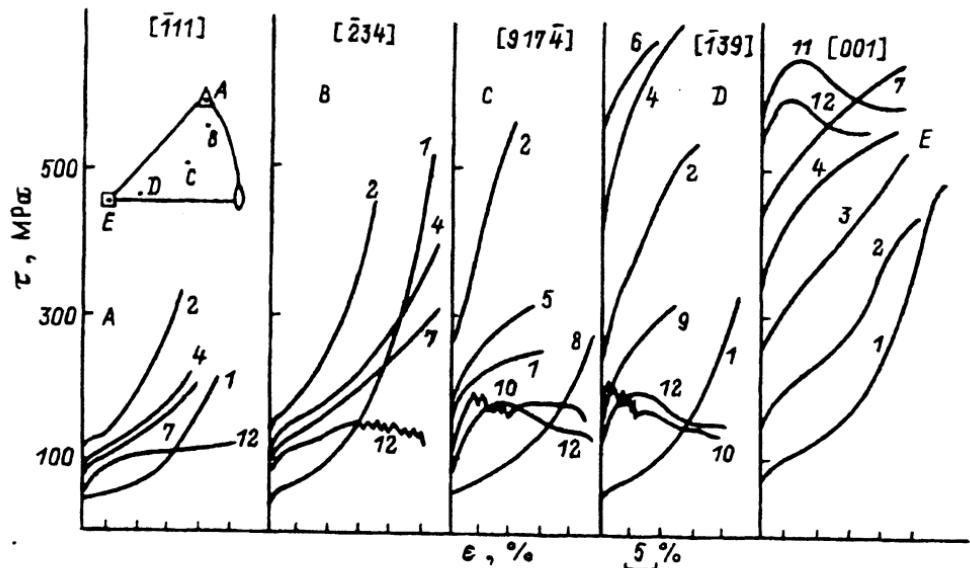


Рис. 2. Кривые деформации монокристаллов сплава Ni₃Ge для различных ориентаций (см. врезку на рис. 2, а) и температур деформации.

T (К): 1 — 77, 2 — 293, 3 — 423, 4 — 523, 5 — 573, 6 — 623, 7 — 673, 8 — 723, 9 — 773, 10 — 873, 11 — 893, 12 — 973.

стоянным коэффициентом упрочнения, а при дальнейшем увеличении температуры — в кривые с падающим коэффициентом упрочнения. В ориентациях [2̄3̄4], [9̄17̄4], [1̄3̄9] при температурах вблизи 1000 К имеет место прерывистое скачкообразное течение на фоне падающих по мере увеличения деформации напряжений. В целом при увеличении температуры наблюдаются изменения от кривых, обращенных выпуклостью вниз, к кривым, обращенным выпуклостью вверх.

Темпы изменения кривизны возрастают по мере изменения ориентации оси деформации от направления [1̄1̄1] к направлению [001]. При этом термическое упрочнение в большей степени проявляется в ориентациях, близких к [001]. В высокотемпературной области ($T \geq 893$ К) для ориентации [001] с возрастанием деформации наблюдается немонотонное изменение напряжений течения, связанное с возникновением макроскопической полосы локализации деформации [11], в то время как для других ориентаций в сходных температурных условиях суперлокализации деформации не обнаруживаются.

2. Обсуждение результатов

Остановимся на обсуждении характера температурной зависимости предела текучести монокристаллов с различной ориентацией оси деформации. Деформирующее напряжение, соответствующее макроскопическому пределу текучести, может быть представлено как

$$\tau_0 = \tau_f(T) + \tau_f^*(T) + \tau_d(T). \quad (1)$$

Здесь $\tau_f(T)$ — сопротивление движению дислокаций, связанное с преодолением стопоров недислокационной природы (в сплавах со сверхструктурой $L1_2$ этот вклад прежде всего связан с разрушением ближнего и дальнего порядков, перерезанием антифазных границ, преодолением барьера Пайерлса), τ_f^* — термоактивируемое самоторможение сверхдислокаций, связанное с действием механизмов Кира–Вильсдорф и осаждением точечных дефектов. Третий член соотношения (1) τ_d описывает вклад, связанный с междислокационным взаимодействием. Каждый из этих членов по-разному реагирует на изменение температуры, по-разному оказывается на температурной зависимости предела текучести. Величина и характер температурной зависимости этих вкладов чувствительны к типу дислокаций, осуществляющих деформацию.

Рассмотрим изменения вкладов в предел текучести, связанные с изменением температуры. Междислокационное взаимодействие $\tau_d = \alpha G b \rho^{1/2}$, где b — величина вектора Брюггера, зависит от температуры по двум причинам: 1) вследствие изменения с температурой параметра междислокационного взаимодействия α и модуля сдвига G ; 2) из-за влияния температуры на плотность дислокаций, накопившихся в процессе деформирования $\rho(T)$. Изменения плотности дислокаций вблизи предела текучести незначительны, и поэтому, пренебрегая накоплением дислокаций и изменениями модуля сдвига, единственной причиной температурной зависимости междислокационного взаимодействия можно считать изменение параметра α с температурой. В этом случае, согласно [10], междислокационное взаимодействие в зависимости от температуры описывается соотношением

$$\tau_d = (\alpha_0 - \beta T) G b \rho^{1/2}, \quad (2)$$

где β — некоторый температурный коэффициент.

Известно, что пластическая деформация в сверхструктуре $L1_2$ может осуществляться как кубическим, так и октаэдрическим скольжением. Пусть деформация осуществляется вследствие образования и движения дислокаций в плоскостях октаэдра {111}. В этом случае возможно проявление как механизмов торможения винтовых компонент дислокационных петель, формирующих зону сдвига (механизм Кира–Вильсдорф), так и механизмов торможения краевых компонент (осаждения точечных дефектов). В общем случае суммарный вклад этих механизмов может быть представлен как [10]

$$\tau_f = \gamma_1 \tau_s + \gamma_2 \tau_l, \quad (3)$$

где τ_s и τ_l — сопротивления движению винтовых и краевых дислокаций соответственно, γ_1, γ_2 — весовые коэффициенты ($\gamma_1 + \gamma_2 = 1$). Для равномерно расширяющейся прямоугольной дислокационной петли $\gamma_1 + \gamma_2 = 1/2$. Напряжения τ_s, τ_l могут быть представлены как [10, 12–14]

$$\tau_s = \tau_0^{(1)} \exp \left[-\frac{u_1(\xi_{(111)}, \tau)}{kT} \right], \quad (4a)$$

$$\tau_l = \tau_0^{(2)} \exp \left[-\frac{u_2(\xi_{(111)}, \tau)}{kT} \right] \left\{ \sum_i \exp \left(-\frac{u_i}{kT} \right) \right\}. \quad (4b)$$

Здесь u_1 — энергия активации механизма Кира–Вильсдорф, u_2 — энергия активации сощепления сверхчастичной дислокации, u_i — энергия активации движения точечного дефекта i -го типа, $\tau_0^{(1)}, \tau_0^{(2)}$ — максимальное предельное значение сопротивления движению винтовых и краевых сверхдислокаций (соответственно), $\xi_{(111)}$ — энергия антифазных границ в плоскости октаэдра, τ — деформирующее напряжение.

С учетом (1)–(4) суммарное сопротивление деформированию в условиях октаэдрического скольжения вблизи предела текучести представим приближенно как

$$\tau = \tau_f + (\alpha_0 - \beta T) G b \rho_0^{1/2} + \gamma_1 \tau_0^{(1)} \exp(-u_1/kT) + \gamma_2 \tau_0^{(2)} \exp\left[-(u_2 + v_d)/kT\right], \quad (5)$$

где v_d — эффективная энергия активации миграции точечных дефектов, ρ_0 — плотность дислокаций на пределе текучести.

В случае кубического скольжения, которое наблюдается за «пиком аномалии» [10, 15], имеет место иная ситуация. С одной стороны, рост температуры увеличивает подвижность винтовых дислокаций, скользящих в плоскости куба, что приводит к уменьшению деформирующих напряжений по закону [12, 13]

$$\tau_s = \tau_0^{(3)} \exp\left[\frac{u_3(\xi_{(111)}, \tau)}{kT}\right]. \quad (6)$$

где u_3 — энергия активации движения винтовых сверхчастичных дислокаций в плоскости куба. С другой стороны, активация подвижности точечных дефектов и увеличение частоты сощепления сверхчастичных дислокаций приводят к диффузному переползанию кубических дислокаций краевой ориентации и их закреплению. Суммарное сопротивление деформирования в этом случае может быть приближенно представлено как

$$\tau = \tau_f^* + (\alpha_0^* - \beta^* T) G b \rho_0^{1/2} + \gamma_1^* \tau^{(1)*} \exp\left(\frac{u_3}{kT}\right) + \gamma_2^* \tau_0^{(2)*} \exp\left[-\frac{(u_2^* + v_d)}{kT}\right]. \quad (7)$$

Здесь величины, отмеченные звездочкой, имеют тот же смысл, что и в соотношении (5), но относятся к скольжению дислокаций в плоскости куба.

Соотношения (5) и (7) были использованы нами для описания температурных зависимостей предела текучести монокристаллов Ni₃Ge с различной ориентацией оси деформации, представленных на рис. 1. С этой целью полагалось $\alpha_0 = \alpha_0^* = 1.8$, $\beta = \beta^* = 1.9 \cdot 10^{-3}$, $\tau_f = \tau_f^* = 5$ MPa, $G = 7 \cdot 10^4$ MPa, $b = 5 \cdot 10^{-8}$ см, $\rho_0 = 10^8$ см⁻² [5], а остальные параметры подбирались так, чтобы наиболее близко описать наблюдаемые экспериментальные зависимости. При этом было учтено, что октаэдрическое скольжение наблюдается на восходящей ветви пика аномалии, в то время как при температурах, превышающих температуру первого пика аномалии, деформация осуществляется кубическим скольжением [10, 13, 15]. Принималось во внимание различие в факторах Шмида χ для кубического и октаэдрического скольжения (в ориентациях [139] $\chi_{(111)} = 0.49$, $\chi_{(100)} = 0.23$, [234]

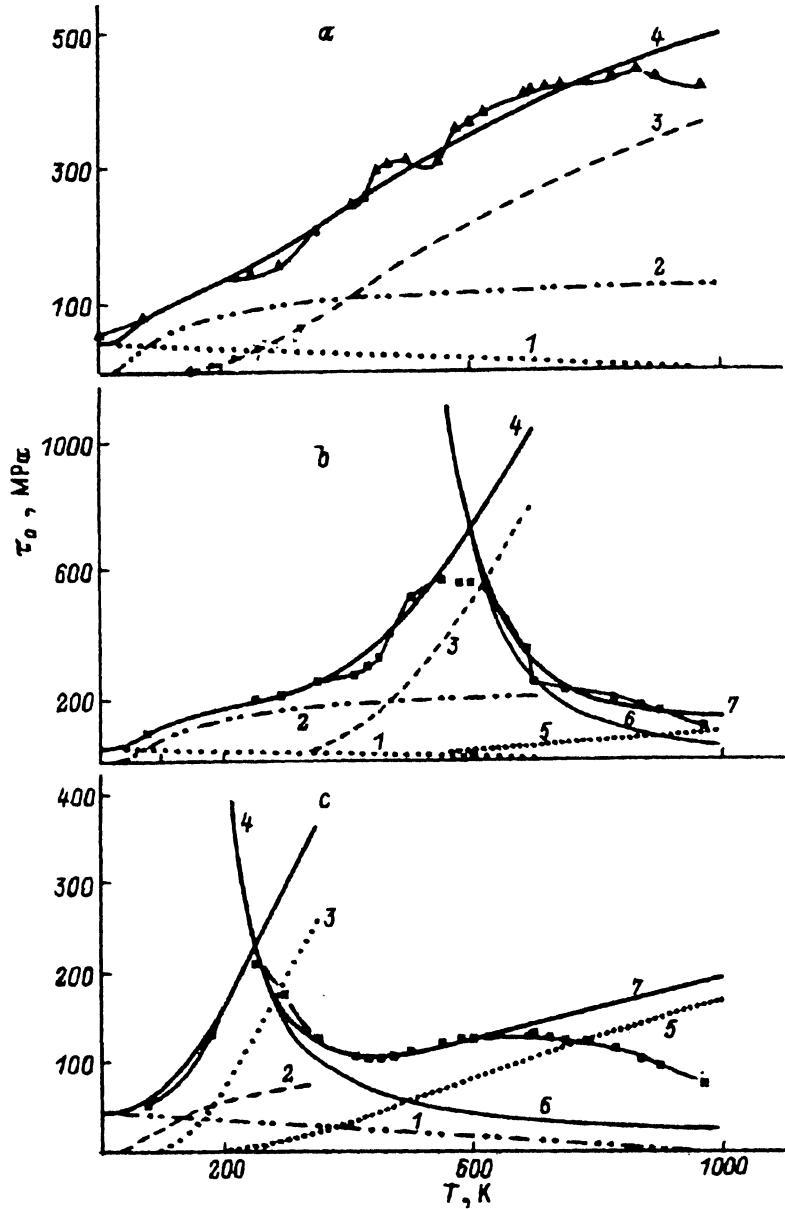


Рис. 3. Анализ вкладов механизмов термического упрочнения в предел текучести монокристаллов Ni_3Ge различной ориентации.

a — [001], *b* — [139], *c* — [234]. 1 — изменение междислокационного взаимодействия, 2 — вклад механизма Кира-Вильсдорф, 3 — торможение сверхдислокаций на точечных дефектах, 4 — суммарная кривая восходящей ветви термического упрочнения, 5 — торможение на точечных дефектах сверхдислокаций, скользящих в плоскостях {001}, 6 — изменение термоактивируемого сопротивления движению для сверхдислокаций в плоскостях {001}, 7 — суммарная кривая падающей ветви термического упрочнения. Точкиами нанесены экспериментальные данные.

Таблица 1

Параметры термической активации
восходящей ветви термического упрочнения

| Ориентация | u_1 , eV | $\gamma, \tau_0^{(1)}$, MPa | $u_2 + v_d$, eV | $\gamma_2 \tau_0^{(2)}$, MPa |
|------------|------------|------------------------------|------------------|-------------------------------|
| [001] | 0.0094 | 300 | 0.072 | 1 700 |
| [139] | 0.0106 | 500 | 0.17 | 28 000 |
| [234] | 0.0125 | 230 | 0.052 | 3 000 |

Таблица 2

Параметры термической активации
нисходящей ветви термического упрочнения

| Ориентация | u_3 , eV | $\tau_0^{(3)*}$, MPa | $u_2^* + v_d$, eV | $\tau_0^{(2)*}$, MPa |
|------------|------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|
| [139] | 0.28 | 1.25 | 0.156 | 30 |
| [234] | 0.062 | 1.25 | 0.075 | 30 |

$\chi_{(111)} = 0.42$, $\chi_{(100)} = 0.48$). Результаты такой аппроксимации представлены на рис. 3, соответствующие значения параметров — в табл. 1, 2. Как видно из рис. 3, а—с, с помощью соотношений (5), (7) особенности температурной зависимости τ_0 описываются удовлетворительно во всех трех характерных случаях. Параметры механизмов оказываются существенно зависимыми от ориентации кристаллов, при этом изменяются как энергии активации процессов, так и предэкспоненциальные величины. Последнее указывает на то, что не только величина расщепленности сверхчастичных дислокаций существенно изменяется в зависимости от ориентации оси деформации, как это указывалось в [14], в разной степени меняются также подвижности краевых и винтовых компонент дислокационной петли, а следовательно, и параметры зон сдвига.

Таким образом, только при допущении, что в термическое упрочнение вносит вклад несколько механизмов с существенно различающимися энергиями активации оказывается возможным описание характерных особенностей восходящей и нисходящей ветвей пика температурной зависимости предела текучести монокристаллов Ni₃Ge с различными ориентациями оси деформации. Полученные значения энергий активации позволяют связать термическое упрочнение в низкотемпературной области с механизмом Кира—Вильсдорф, а в высокотемпературной — с вовлечением в термическое упрочнение процесса диффузационной блокировки краевых дислокаций под воздействием межузельных атомов и бивакансий.

Список литературы

- [1] B.H. Kear, H.G.F. Wilsdorf. Trans. AIME **224**, 2, 382 (1962).
- [2] P.A. Flinn. Trans. AIME **218**, 1, 145 (1960).
- [3] Л.Е. Попов, И.В. Терешко, В.И. Барсанов. Изв. вузов. физика **14**, 11, 107 (1971).

- [4] В.А. Старенченко, Л.Е. Попов, И.И. Шалыгин. Изв. вузов. Чер. металлургия **33**, 10, 91 (1990).
- [5] В.А. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Л.Г. Черных. Металлофизика **8**, 12, 22 (1987).
- [6] Л.Я. Пудан, И.А. Терентьева, В.А. Старенченко, Л.Е. Попов. Изв. вузов. физика **32**, 5, 113 (1989).
- [7] A.E. Staton-Bevan, R.D. Rawlings. Phys. Stat. Sol. (a) **29**, 2, 613 (1975).
- [8] В.А. Старенченко, В.С. Кобытев, А.А. Теплякова, Л.Е. Попов. ФММ **47**, 1, 188 (1979).
- [9] В.А. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Э.В. Козлов, Н.А. Конева, ФММ **68**, 3, 595 (1989).
- [10] В.А. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Ю.В. Соловьева, Э.В. Козлов. ФММ **79**, 1, 147 (1995).
- [11] В.А. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Н.А. Конева. ФММ **64**, 6, 1178 (1987).
- [12] Б.А. Гринберг, В.И. Сюткина. Новые методы упрочнения упорядоченных сплавов. Металлургия. М. (1985). 176 с.
- [13] S. Takeuchi, E. Kuramoto. Acta Met. **21**, 3, 415 (1973).
- [14] F.E. Heredie, D.P. Pope. Acta Met. **39**, 12, 2027 (1991).
- [15] P. Veyssiere. Phil. Mag. **A50**, 2, 189 (1984).