# Эволюция дислокационной структуры при деформации монокристаллов сплава Ni<sub>3</sub>Ge разной ориентации

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

Томская государственная архитектурно-строительная академия, 634003 Томск, Россия \*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

#### (Поступила в Редакцию 29 октября 1997 г.)

Методами электронной микроскопии исследована дислокационная структура деформированных монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge разной ориентации. Изучена эволюция параметров дислокационной структуры в зависимости от степени деформации, температуры и ориентации монокристаллов. Из анализа экспериментальных зависимостей напряжений течения от плотности дислокаций сделаны выводы о температурно-зависимых вкладах различных механизмов торможения дислокаций в деформирующее напряжение, обсуждается природа термического упрочнения Ni<sub>3</sub>Ge.

Сплав Ni<sub>3</sub>Ge относится к классу интерметаллических соединений со сверхструктурой  $L1_2$ , которые проявляют необычное по сравнению с чистыми ГЦК-металлами изменение механических свойств с увеличением температуры: в большинстве случаев предел текучести, напряжения течения и коэффициент деформационного упрочнения возрастают в различных для разных сплавов температурных интервалах.

Механические свойства различных сплавов со сверхструктурой L12 в зависимости от ориентации оси деформирования достаточно полно отражены в научной литературе [1–7]. Экспериментальные исследования дислокационной структуры этих сплавов недостаточны. Несмотря на очевидные успехи авторов [8-12] в исследовании тонкой структуры отдельных дислокаций, отсутствуют необходимые для понимания природы явления систематические исследования эволюции дислокационной структуры с температурой и деформацией, а также количественные данные об изменении различных параметров дислокационной структуры. Подобные исследования проводились для сплава Ni<sub>3</sub>Fe, обладающего низкой энергией упорядочения [13], и монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge с высокой энергией антифазных границ, ориентированных в направлении [001] [14]. Целью настоящей работы является сравнительный качественный и количественный анализ дислокационной структуры монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge трех ориентаций: [001], [234] и [139]. Выбор сплава не случаен, поскольку именно этот материал обладает ярко выраженной аномалией механических свойств (предел текучести  $\tau_0$  возрастает более чем в 10 раз с увеличением температуры) и в отличие от других сплавов со сверхструктурой L12 проявляет сильную ориентационную зависимость термического упрочнения [15].

#### 1. Методика эксперимента

Методика приготовления монокристаллов и проведения механических испытаний описана подробно в нашей работе [16]. Из деформированных образцов вдоль плоскостей типа {100}, {110}, {111} на искровом станке с гониометрическим устройством вырезались пластины толщиной 0.3–0.4 mm, из которых изготавливались фольги для исследования в электронном микроскопе УЭМВ-100К. Для каждой ориентации исследовалась эволюция дислокационной структуры (ДС) в зависимости от степени деформации  $\varepsilon$  и температуры. Были выбраны пять температур (77, 293, 523, 673, 873 К), для каждой из которых проводился качественный и количественный анализ ДС по степеням деформации (приблизительно через 5% относительной деформации по кривой течения).

Использованный в настоящей работе метод дифракционной электронной микроскопии благодаря своей высокой разрешающей способности является наиболее эффективным средством детального исследования ДС. Вопрос о степени соответствия ДС, наблюдаемой в электронном микроскопе, структуре деформированного материала поднимался неоднократно. Применительно к исследуемому нами материалу отметим следующее. Опасность того, что ДС существенно отличается от исходной, прежде всего связана с утонением деформированного кристалла и с перераспределением дислокаций, которое может происходить после его разгрузки. Ожидается, что эти изменения в обоих случаях должны быть тем меньше, чем значительнее сопротивление движению дислокаций и чем ниже поля дальнодействующих напряжений. Исследуемый нами сплав в этом смысле является идеальным объектом, поскольку очень большие напряжения трения обусловливают высокую степень устойчивости ДС. Отсутствие скоплений и высокие напряжения сопротивления движению дислокаций должны обеспечивать минимальное перераспределение дислокаций в процессе разгрузки и утонения образцов. Тем не менее нами были предприняты меры для избежания ошибок, возникающих вследствие некоторого возможного изменения расположения дислокаций в фольге. В ориентации [234] в каждой точке, соответствующей фиксированному значению температуры и степени деформации, ДС исследовалась в трех сечениях (приблизительно (001), (111), (011)), различным образом ориентированных по отношению к элементам скольжения. Это позволяет, имея достаточную статистику наблюдений, контролировать некоторые эффекты перераспределения и ухода дислокаций на поверхность, связанные с утонением кристалла, поскольку в различных сечениях для дислокаций разного типа они происходят в неодинаковой степени. В ориентации [139] ДС исследовалась в фольгах, параллельных плоскости скольжения.

## 2. Качественные закономерности эволюции дислокационной структуры

Основываясь на информации о кристаллогеометрических особенностях деформации монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge ориентации [ $\overline{2}34$ ], полученной из анализа поверхности и формоизменения образцов [17], условно разделим температурный интервал на части, в которых деформация осуществляется октаэдрическим (T = 77-293 K) и кубическим (T = 293-953 K) скольжением.

Рассмотрим сначала качественные особенности ДС, наблюдаемой при T = 4.2-77 К. С самого начала деформации на электронно-микроскопических картинах в различных сечениях выделяются две системы дислокаций (рис. 1), которые соответствуют, как было выяснено из анализа картины следов скольжения и изменения формы кристалла, двум компланарным системам скольжения:  $[10\overline{1}](111)$  и  $[1\overline{10}](111)$ . При достаточно глубоких степенях деформации ( $\varepsilon > 10\%$ ) в структуре появляется третья система дислокаций, которая является признаком действия скрытой системы скольжения.

По классификации [18], ДС относится качественно к сетчатой хаотической. Основным элементом ДС являются прямолинейные дислокации, вытянутые вдоль плотноупакованных направлений типа (110). На дислокациях много изломов и прореагировавших участков. Обнаруживаются также диполи различных конфигураций, хотя доля их сравнительно низкая. В целом эволюция ДС с деформацией в интервале температур 4.2–77 К отличается от наблюдаемой при более высоких температурах. Нами было замечено, что доля прямолинейных дислокаций при



**Рис. 1.** Дислокационная структура сплава Ni<sub>3</sub>Ge ориентации [ $\bar{2}34$ ]. T = 77 K. Сечение фольги (111),  $\varepsilon = 10\%$ .



**Рис. 2.** Дислокационная структура сплава Ni<sub>3</sub>Ge ориентации [234]. T = 293 К. a — сечение фольги (111),  $\varepsilon = 7\%$ , b — сечение фольги (001),  $\varepsilon = 10\%$ .

этих температурах имеет тенденцию к увеличению с возрастанием деформации в криогенной области, в то время как при 293 К и выше, как уже отмечалось в [19], доля прямолинейных дислокаций сильно снижается с развитием деформации. В этом интервале температур, так же как и для ориентации [100] при 77 К с увеличением деформации получает преимущественное развитие одна система длинных прямолинейных дислокаций, располагающихся вдоль одного преимущественного направления. Такое поведение, по-видимому, свидетельствует о том, что прямолинейные дислокации, сформированные в условиях криогенных температур, могут иметь иную природу по сравнению с наблюдаемыми при более высоких температурах.

Комнатная температура соответствует нисходящей части первого пика на температурной зависимости  $\tau_0(T)$ , при которой наблюдается смешанное скольжение по плоскостям как октаэдра, так и куба [2]. На рис. 2 приведены изображения ДС, полученные при 293 К на фольгах, вырезанных параллельно действующим плоскостям скольжения. Наблюдаются различия между дислокациями кубической системы скольжения и залегающими в плоскости первичного октаэдра: длинные прямолинейные винтовые сегменты сверхдислокаций, расщепление которых не удается разрешить, характерны для октаэдрической системы скольжения, а сверхдислокации кубической системы сильно расщеплены и искривлены. Следует отметить, что, несмотря на то что комнатная температура соответствует падающей части первого пика аномалии, кубическое скольжение при этом менее развито, чем октаэдрическое. Это свидетельствует о том, что смена систем скольжения происходит постепенно, на протяжении некоторого температурного интервала в окрестности первого пика. Первые дислокации кубической системы скольжения наблюдались нами при комнатной температуре.

Дальнейшее повышение температуры приводит к полному исчезновению октаэдрического скольжения, при температурах  $T = 523, 673, 953 \,\mathrm{K}$  деформация осуществляется исключительно кубическим скольжением. Для получения более наглядной картины распределения дислокаций по кристаллу дислокации винтовой и краевой ориентации наблюдались отдельно. Особенности геометрии кубического скольжения кристаллов рассматриваемой ориентации позволили получить изображения ДС, в которых преимущественно разрешаются дислокации либо краевой, либо винтовой ориентации. Из схемы, приведенной на рис. 3, хорошо видно, что в фольгах, вырезанных параллельно грани (858), будут залегать в основном краевые дислокации (направление сдвига приблизительно перпендикулярно плоскости грани), а в фольгах параллельных грани (331), — винтовые дислокации (поскольку плоскость грани близка к плоскости залегания вектора сдвига [110]). Разделение винтовой и краевой компонент дислокационной петли по описанной методике было проведено для температур испытания, равных 523, 673, 953 К. При 523 К наблюдается слоистая ДС: длинные дислокации с ориентацией, близкой к краевой, образуют сгущения, разделенные разреженными участками с пониженной плотностью дислокаций (рис. 4, a). Такое распределение дислокаций сохраняется здесь до деформаций разрушения ( $\varepsilon \approx 20\%$ ). Подобная структура имеет место и при температуре 673 К. Однако описанная слоистость выражена здесь в меньшей мере.



**Рис. 3.** Схема расположения первичной кубической системы скольжения (001)[110] в кристалле с осью деформации [234] и гранями (858), (331).



**Рис. 4.** Дислокационная структура сплава Ni<sub>3</sub>Ge в ориентации [ $\overline{2}34$ ]. Сечение фольги ( $8\overline{5}8$ ),  $\varepsilon = 15\%$ . T = 523(a)и 953 K (b).

С повышением температуры до 953 К ДС испытывает значительные качественные изменения. Дислокации, насколько это видно из рис. 4, *b*, практически не связаны со своими плоскостями скольжения. По-видимому, процессы диффузии идут настолько интенсивно, что, являясь причиной переползания сверхдислокаций, сами становятся механизмом пластического течения. В сечениях, вырезанных для выявления винтовых дислокаций, наблюдаются торчковые дислокации или очень короткие сегменты дислокаций.

В ориентации [139] исследовалась эволюция ДС для пяти температур (77, 293, 523, 673, 873 K) в плоскостях, близких к плоскостям скольжения, при различных степенях деформации. Рассматриваемая ориентация характиризуется острым пиком температурной аномалии при температуре ~ 620 K [29]. Поэтому проанализируем отдельно особенности дислокационной структуры при T < 620 K и при T > 620 K.

В температурном интервале 77–620 К исследованы три температуры: 77, 293, 523 К. Структура, наблюдаемая при температуре 77 К, похожа на наблюдаемые при этой температуре в других ориентациях. В соответствии с выбранной ориентацией преимущественное развитие получает одна система скольжения, хотя следы второй, менее развитой, системы присутствуют. Основным элементом ДС являются прямолинейные дислокации с плотностью  $\rho_l$ , доля которых в структуре составляет примерно половину для  $\varepsilon = 5\%$ . Наблюдаются также искривленные дислокации, узкие диполи и петли дислокаций. Доля прямолинейных дислокаций с деформацией



**Рис. 5.** Дислокационная структура сплава Ni<sub>3</sub>Ge в ориентации [ $\overline{1}$ 39]. Сечение фольги (111). T = 293 K,  $\varepsilon = 7\%$ .



**Рис. 6.** Дислокационная структура сплава Ni<sub>3</sub>Ge в ориентации [ $\overline{1}$ 39]. Сечение фольги (111). T = 673 K,  $\varepsilon = 2.5\%$ .

увеличивается, что, как уже упоминалось выше при рассмотрении ориентации [234], является нетипичным для более высоких температур.

При комнатной температуре ДС для ориентации [139] обладает рядом особенностей, отличающих ее от соответствующей структуры в ориентации [001]. Прежде всего это более высокая плотность дислокаций, но относительно низкая по сравнению с ориентацией [001] доля прямолинейных дислокаций (рис. 5). Отчетливо выражено скольжение по скрытым системам: несмотря на то что доминирует скольжение в первичной плоскости октаэдра, практически на всех микрофотографиях обнаруживаются дислокации еще двух систем скольжения. Можно предположить, что деформация начинается первичным октаэдрическим скольжением, однако вследствие сильного упрочнения первичной системы скольжения уже при 5% деформации начинают действовать скрытые системы скольжения. Это, по-видимому, приводит к тому, что при деформациях предразрушения ( $\varepsilon \approx 20\%$ ) наблюдается тенденция к формированию ячеистой субструктуры. Аналогичная картина имеет место и при T = 523 K. ДС здесь еще более плотные, и также при доминирующем скольжении в первичной плоскости октаэдра наблюдаются еще две системы дислокаций. Дальнейшее увеличение деформации приводит к усилению скольжения по скрытым системам. Характерными элементами ДС являются прямолинейные дислокации, доля которых убывает с увеличением деформации.

Для температур 673 и 873 К наряду с дислокациями октаэдрических систем скольжения обнаружены сильно расщепленные дислокации, являющиеся, по-видимому, дислокациями вступившей в процесс деформации кубической системы скольжения (рис. 6). Характерно, что, как и в случае ориентации [234], кубическое скольжение сменяет октаэдрическое постепенно. Скольжение имеет смешанный характер как при 673 К, так и при 873 К. ДС с повышением температуры до 873 К становится существенно неоднородной. На микрофотографиях, полученных с разных мест фольги, наблюдаются качественно различные структуры: как картины, типичные для низкотемпературного октаэдрического скольжения, так и картины, качественно напоминающие структуры высокотемпературного кубического и октаэдрического скольжения. Подобная неоднородность структуры, возможно, определяет сложный характер кривых упрочнения, полученных при T = 873 К [16].

## Изменение параметров дислокационной структуры с температурой и деформацией для кристаллов Ni<sub>3</sub>Ge различной ориентации

На рис. 7, *а* и *b* приведены кривые изменения средней плотности дислокаций  $\rho$  с температурой и деформацией монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge ориентаций [139] и [234]. Сравнение кривых  $\rho(\varepsilon)$ , полученных для разных ориентаций, показывает, что микроструктурные параметры исследуемого сплава оказываются в значительной степени чувствительными к изменению ориентации оси деформирования.

В случае ориентации [234] кривые, описывающие зависимости плотности дислокаций от деформации, имеют общие черты и форму (за некоторым исключением, которое касается 953 К, что мы обсудим далее более



**Рис. 7.** Зависимости средней плотности дислокаций от степени деформации для ориентаций [139] (*a*) и [234] (*b*). *T*.(K): *1* — 4.2, *2* — 77, *3* — 293, *4* — 523, *5* — 673, *6* — 873.

подробно): при всех изученных температурах в случае как октаэдрического, так и кубического скольжения зависимости можно описать квадратичными параболами  $\rho = k_0 \varepsilon^2 + k_1$  с  $k_0$ , зависящим от температуры. Исключение составляет высокотемпературная область, где плотность дислокаций (при *T* = 953 K) достигает насыщения уже при  $\varepsilon = 10\%$ , оставаясь неизменной (либо даже уменьшаясь) при дальнейшем возрастании деформации, что, очевидно, связано с активизацией и интенсивным развитием при этих температурах процессов аннигиляции дислокаций. Характер изменения кривых  $\rho(\varepsilon)$  с температурой коррелирует с ходом кривых упрочнения au(arepsilon) [16], что позволяет предположить, что форма кривой течения определяется изменением дислокационной составляющей сдвиговых напряжений. Вместе с тем очевидно и различное поведение кривых  $\rho(\varepsilon)$  в условиях октаэдрического и кубического скольжения: повышение температуры при прочих равных условиях при октаэдрическом скольжении приводит к возрастанию плотностей дислокаций, в то время как в условиях кубического сдвига наблюдается обратное уменьшение плотности дислокаций. Интенсивность накопления дислокаций оказывается аномально зависящей от температуры в случае октаэдрического скольжения: увеличение температуры вместо ожидаемого снижения интенсивности накопления дислокаций, как это бывает в чистых металлах, вызывает ее возрастание (рис. 7, *b*); в то время как в случае кубического скольжения имеет место нормальная, характерная для чистых металлов, зависимость. Общей чертой для всех ориентаций является то, что несмотря на существенное влияние температуры на величину плотности дислокаций, в целом зависимости плотности и скорости накопления дислокаций от деформации в различных температурных интервалах описываются сходно изменяющимися с температурой кривыми  $\rho(\varepsilon)$ , однако темпы изменения кривых (так же как и кривых упрочнения [16]) существенно зависят от ориентации. В условиях октаэдрического скольжения наиболее быстрое измерение кривых  $\rho(\varepsilon)$  наблюдается для ориентации [**1**39] (рис. 7, *a*).

Традиционной является точка зрения, связывающая термическое упрочнение с блокировкой винтовых дислокаций, которая сопровождается образованием прямолинейных дислокаций. Отличительной чертой ДС деформированных упорядоченных сплавов являются длинные заблокированные прямолинейные сегменты винтовой ориентации. Сравним особенности накопления прямолинейных дислокаций в монокристаллах Ni<sub>3</sub>Ge ориентации [001] с их накоплением в монокристаллах этого же сплава, ориентированных для одиночного скольжения (ориентация [139]). В ориентации [234] такого рода измерения не проводились, так как уже при 293 К присутствует кубическое скольжение; чисто октаэдрическое скольжение в этом случае наблюдалось нами лишь при 4.2 и 77 К, когда образование прямолинейных дислокаций, по-видимому, не связано с формированием барьеров Кира-Вильсдорф. На рис. 8 приведены температурные зависимости доли прямолинейных дислокаций



**Рис. 8.** Температурные зависимости доли прямолинейных дислокаций для ориентации [001] (1) и [ $\overline{1}39$ ] (2).  $\varepsilon = 5\%$ .



**Рис. 9.** Зависимости средней длины прямолинейных дислокаций от степени деформации для ориентаций [001] (1) и [139] (2). T = 523 K.

для 5% деформации для кристаллов, ориентированных вдоль направлений [001] и [139]. Видно, что доля прямолинейных дислокаций в ориентации [139] приблизительно в 2 раза меньше, чем в ориентации [001]. Общим для обеих ориентаций является то, что на температурной зависимости доли прямолинейных дислокаций выявляется максимум, соответствующий примерно комнатной температуре, за которым следует снижение доли прямолинейных дислокаций, несмотря на то что сдвиговые напряжения и предел текучести продолжают расти.

Изменение длины l прямолинейных дислокаций с деформацией также имеет свои особенности в условиях одиночного и множественного скольжения. На рис. 9 представлены зависимости длин прямолинейных дислокаций от деформации монокристаллов рассматриваемых ориентаций при T = 523 К. Измерения длин прямолинейных дислокаций проводились по 15–20 фотографиям ДС, полученным на фольгах, параллельных плоскостям скольжения. Оказалось, что скорость уменьшения длины прямолинейных дислокаций в ориентации с множественным скольжением значительно выше, чем для одиночного скольжения, что может быть связано с тем, что длина заблокированных винтовых участков определяется длиной свободных дислокационных сегментов, ограниченных стопорами, которые образовались вследствие междислокационных взаимодействий.

### Анализ вкладов в сопротивление деформированию механизмов различной природы

Многочисленные экспериментальные данные показывают, что связь между напряжением сдвига  $\tau$  при заданной скорости деформации и плотностью дислокаций  $\rho$  может быть удовлетворительно описана соотношением

$$\tau = \tau_F + \alpha G b \rho^{1/2},\tag{1}$$

где  $\tau_F$  — напряжения трения недислокационной природы,  $\alpha$  — параметр междислокационного взаимодействия. Соотношение (1) может быть использовано для анализа вкладов в напряжения течения механизмов различной природы, проявляющихся в процессе деформирования. Изменения напряжений течения могут быть обусловлены различными факторами.

 Изменением сопротивления движению дислокаций, не связанного с междислокационным взаимодействием, которое может быть представлено в свою очередь в виде двух слагаемых

$$\tau_F(T) = \tau_F^0(T) + \tau_F^s(T), \qquad (2)$$

где  $\tau_F^0(T)$  — сопротивление недислокационного трения, связанное с собственно решеточным трением (величиной долины Пайерлса), взаимодействием скользящих дислокаций с примесными атомами, границами антифазных доменов, антифазными границами деформационного происхождения и тому подобными неоднородностями кристаллического строения,  $\tau_F^s(T)$  — напряжения самоторможения сверхдислокаций, определяемые специфическими механизмами, характерными для сверхструктуры  $L1_2$ . Первая группа механизмов имеет отрицательную (нормальную) температурную зависимость, вторая положительную (аномальную).

2) Изменением  $\alpha(T)$ , которое может происходить по нескольким причинам. Первая из них традиционная, связанная с уменьшением термоактивируемой составляющей взаимодействия с дислокационным "лесом". Вторая, не столь очевидная, связана с вовлечением в процесс пластической деформации других систем кубического и октаэдрического скольжения и соответственно с изменением спектра междислокационного взаимодействия. Последнее в принципе может привести к немонотонному изменению параметра  $\alpha(T)$ . Наконец, возможно аномальное влияние на параметр  $\alpha$ , связанное с образованием барьеров Кира–Вильсдорф. Поясним это подробнее. Барьеры Кира–Вильсдорф могут

возникать и исчезать в процессе деформации, создавая дополнительное сопротивление движению дислокаций. Число мест, в которых может произойти термическая активация, пропорционально числу стопоров сформированных дислокациями "леса" в зоне сдвига (числу длин свободных сегментов движущейся дислокации, возникавших на ней при зависании на стопорах),  $N \cong rac{D}{
ho^{-rac{1}{2}}} rac{D}{
ho^{-rac{1}{2}}} = D^2 
ho$ , где D — размер зоны сдвига, ho плотность дислокаций. Число успешных активаций, приводящих к возникновению виртуального (возникшего, а затем разрушенного) барьера, будет пропорционально  $D^2 \rho \exp(-u/kT)$ . При этом будет совершена работа внешнего напряжения  $\delta A \cong D^2 \rho \exp(-u/kT) \Delta U \omega \rho^{-\frac{1}{2}}$ , где  $\Delta U$  — энергия разрушения единицы длины барьера Кира-Вильсдорф, и — энергия активации образования барьера Кира-Вильсдорф,  $\omega \rho^{-\frac{1}{2}}$  — длина барьера Кира–Вильсдорф. Сдвиг  $\Delta a \cong D^2 b$ ; следовательно, сопротивление разрушению барьеров Кира-Вильсдорф  $\tau = \frac{\delta A}{\Delta a} \cong \frac{\rho^{-\frac{1}{2}} \exp(-u/kT)\Delta U}{b}$ . Возникает компонента сопротивления движению сверхдислокации, пропорциональная корню из плотности дислокаций, что приводит к эффективному аномальному возрастанию с температурой параметра  $\alpha$ . Другая компонента сопротивлению сдвига, не связанная с плотностью дислокаций "леса" (возникновение барьеров Кира-Вильсдорф и их разрушение на свободной сверхдислокации), вносит вклад в изменение  $\tau_F$ .

3) Модуль сдвига G линейно уменьшается с температурой, и его изменение не превышает в исследуемом интервале температур 25%.

 Наконец, существенным может оказаться вклад, связанный с накоплением дислокаций, которое в отличие от случая чистых металлов может быть аномальным.

Полученные экспериментальные зависимости сдвиговых напряжений от корня квадратного из плотности дислокаций  $\tau(\rho^{1/2})$  (рис. 10) для различных температур, за исключением криогенных, с неплохой точностью ока-



**Рис. 10.** Зависимости приведенных сдвиговых напряжений  $\tau$  от корня квадратного из средней плотности дислокаций  $\sqrt{\rho}$  для ориентаций оси деформации [234] (*a*), [139] (*b*). *T*, (K): *I* — 77, *2* — 293, *3* — 523, *4* — 673, *5* — 873.

зываются линейными. При криогенных температурах зависимость  $\tau(\rho^{1/2})$  может быть аппроксимирована двумя отрезками прямых, что указывает на наличие двух стадий деформационного упрочнения в этом случае.

Соотношение (1) позволяет выделить вклады перечисленных механизмов с использованием следующих соображений. Пусть температура изменилась от  $T_i$  к  $T_{i+1}$ . Тогда, пренебрегая изменениями модуля сдвига, изменение деформирующих напряжений при заданной деформации может быть приближенно (сохраняя первые члены разложения в ряд Тейлора) представлено как

$$\Delta \tau_i = \Delta \tau_{iF} + \frac{1}{2} \alpha(T_i) Gb \frac{\Delta \rho}{\rho^{\frac{1}{2}}(T_i)} + \Delta \alpha Gb \rho^{\frac{1}{2}}(T_i), \quad (3)$$

где  $\Delta \tau_{iF}$  — изменения напряжений трения, второй член  $\Delta \tau_{\rho}$  — вклад, связанный с изменением интенсивности накопления дислокаций, а третий член  $\Delta \tau_{\alpha}$  — изменение напряжений, обусловленное изменением параметра междислокационного взаимодействия. Эти вклады можно определить из экспериментальных зависимостей  $\tau(\rho^{1/2})$ . Тогда сопротивление деформированию может быть представлено как

$$\tau = \tau(T_0) + \sum_i \Delta \tau_i = \tau(T_0) + \sum_i \Delta \tau_{iF}$$
$$+ \sum_i \frac{1}{2} \alpha(T_i) Gb \frac{\Delta \rho}{\rho^{\frac{1}{2}}(T_i)} + \sum_i \Delta \alpha_i Gb \rho^{\frac{1}{2}}(T_i). \quad (4)$$

На рис. 11, *а* представлены результаты такого анализа для случая ориентации [ $\bar{2}34$ ]. В качестве исходной температуры использована  $T_0 = 77$  K; деформация, для которой проводился анализ, составляла 5%.

Рассмотрим диаграмму температурного изменения вкладов в деформирующее напряжение (рис. 11, a). Все три вышеперечисленных вклада в температурном интервале 77-293 К возрастают, т.е. проявляют аномальную температурную зависимость. Наибольшее изменение сопротивления движению дислокаций ( $\approx 80\%$ ) определяется возрастанием параметра  $\alpha$ , остальные  $\approx 20\%$  возрастания деформирующих напряжений связаны с увеличением напряжений трения (~15%) и скорости накопления дислокаций ( $\approx 5\%$ ). Возрастание температуры до значений, превышающих комнатную, качественно изменяет зависимость вкладов от температуры: все вклады вплоть до температуры 550-570 К уменьшаются с возрастанием температуры. Превышение этой температуры сопровождается дальнейшим уменьшением вклада, связанного с падением параметра междислокационного взаимодействия и скорости накопления дислокаций, в то время как напряжения трения ( $\tau_F$ ) возрастают, достигая значений ≈ 150 MPa. Вследствие этого аномального возрастания  $au_F$  на суммарной зависимости au(T) появляется второй размытый экстремум в области кубического скольжения.

Анализ вкладов в деформирующие напряжения, проведенный по аналогичной схеме для ориентации [139]



**Рис. 11.** Диаграммы температурного изменения вкладов в деформирующие напряжения для различных ориентаций оси деформации [ $\bar{2}34$ ] (a), [ $\bar{1}39$ ] (b) и [001] (c). I — сдвиговые напряжения, соответствующие температуре кипения азота (температурно-независимая часть сдвиговых напряжений)  $\tau_{\varepsilon}(T_0)$ ,  $\varepsilon = 5\%$ , 2 — вклад, обусловленный изменением напряжений трения  $\Delta \tau_F$ , 3 — вклад, связанный с температурным изменением параметра междислокационного взаимодействия  $\Delta \tau_{\alpha}$ , 4 — вклад, связанный с изменением интенсивности накопления дислокаций  $\Delta \tau_{\rho}$ , 5 — суммарное сопротивление деформированию  $\tau_{\Sigma} = \tau_{\varepsilon}(T_0) + \Delta \tau_F + \Delta \tau_{\alpha} + \Delta \tau_{\rho}$ . Точками нанесены экспериментальные зависимости деформирующих напряжений от температуры.

рис. 11, b, позволил установить следующее. В области температур, в которой наблюдалось аномальное возрастание деформирующих напряжений, аномально возрастают вклады, связанные с изменением напряжений трения и интенсивности накопления дислокаций. При этом основной вклад вносят изменения напряжений трения, которые значительно превышают вклад от изменения скорости накопления дислокаций. Изменение вклада, связанного с зависимостью параметра  $\alpha$  от температуры,

также немонотонно, однако его максимальное значение не совпадает с максимумом аномалии и приходится на комнатную температуру. Параметр  $\alpha$  и соответственно связанный с ним вклад в деформирующие напряжения возрастают лишь в области 77–293 К, обнаруживая снижение при дальнейшем увеличении температуры. Часть падающей зависимости  $\alpha(T)$  приходится на область, где имеет место октаэдрическое скольжение (T = 293-600 K), часть — на область кубического скольжения (T > 600 K).

Особо отметим, что  $\tau_F(T)$  в этом случае не имеет второго максимума. Это может быть связано с тем, что температура второго максимума в данном случае близка к температуре первого и максимумы не разделяются. Это, вероятно, справедливо, поскольку при температуре 973 К величины  $\Delta \tau_F$ , определяемые в ориентациях [ $\bar{2}34$ ] и [ $\bar{1}39$ ] в условиях кубического скольжения, приближенно совпадают.

Ориентация [001] не исследовалась в настоящей работе, однако данных, приведенных в [14], достаточно для проведения анализа по аналогии с вышеприведенным (рис. 11, c). Отличительной особенностью экспериментов в работе [14] является то, что во всем исследованном температурном интервале (T = 77-293 K) деформация осуществляется октаэдрическим скольжением. В этих условиях термическое упрочнение связано в основном с аномальным изменением напряжений трения, которые монотонно возрастают во всем температурном интервале (77-963 К). Для интенсивности накопления дислокаций аномалия выявлена, начиная лишь с комнатной температуры, в то время как в интервале температур 77-293 К интенсивность накопления незначительно падает либо не возрастает. Параметр  $\alpha$  аномален на начальной стадии (так же как и в других ориентациях) лишь в области температур ниже комнатной, в то время как при температурах, превышающих комнатную, обнаруживает нормальное уменьшение с температурой. Второго пика на зависимостях  $\tau_F(T)$  не обнаруживается, в области температур 600-700 К наблюдается изменение кривизны кривой  $\tau_F(T)$ , что может указывать на скрытое присутствие второго пика и косвенное влияние его на зависимость  $\tau_F(T)$ .

Закономерности, полученные при исследовании дислокационной структуры монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge разной ориентации, и их анализ позволяют нам сделать определенные выводы и предположения о механизмах термического упрочнения в сплавах со сверхструктурой L1<sub>2</sub>.

Прежде всего это касается механизма Кира–Вильсдорф, который традиционно считается основным, а чаще всего и единственным механизмом термического упрочнения. Обнаруженные нами факты требуют критического взгляда на этот механизм. Это касается в первую очередь невозможности понять эволюцию дислокационной структуры в высокотемпературной области термического упрочнения, где имеют место наиболее сильные эффекты аномалии и в то же время прямолинейные дислокационные конфигурации, характерные для барьеров Кира-Вильсдорф, оказываются вытесненными искривленными дислокациями; в некоторых случаях в области максимума температурной аномалии доля прямолинейных дислокаций не превышает 5%. Это заставляет нас относиться критично к определяющей роли механизма Кира-Вильсдорф в высокотемпературной области. В то же время низкотемпературная область термического упрочнения, а также область средних температур, где диффузионные процессы еще не развиты, свидетельствуют о наличии эффектов, связанных с образованием барьеров Кира-Вильсдорф. Здесь имеют место возрастание плотности прямолинейных дислокаций и аномальное изменение параметра междислокационного взаимодействия, интенсивность накопления дислокаций может определяться процессом образования барьеров Кира-Вильсдорф.

Для понимания эволюции ДС в высокотемпературной области необходимо учитывать воздействие температуры как фактора, активирующего процессы диффузии и самодиффузии, а следовательно, и процессы взаимодействия точечных дефектов с дислокациями. Только с привлечением процессов переползания дислокаций краевой ориентации как процессов диффузионной самоблокировки сверхдислокаций могут быть поняты такие факты, как отсутствие прямолинейных дислокаций в области высокотемпературного пика аномалии, малая подвижность краевых дислокаций в условиях кубического скольжения, наличие аномальной зависимости напряжений течения и интенсивности накопления дислокаций в условиях кубического скольжения в области высоких температур.

Установленные в работе закономерности позволяют предположить, что термическое упрочнение определяется по крайней мере механизмами двух классов: механизмами, связанными с поперечным скольжением сверхдислокаций винтовой ориентации, которые в конечном счете являются следствием изменения структуры сверхдислокационного ядра под воздействием температуры, и механизмами, связанными с переползанием краевых сверхдислокаций вследствие их взаимодействия с точечными дефектами разного типа.

Это не означает, что механизмы других классов, например, таких как восстановление дальнего порядка, релаксация антифазных границ, образование атмосфер и т.п., не имеют места в термическом упрочнении. Однако большинство особенностей эволюции ДС, установленных нами в настоящей работе, может быть понято в предположении существования механизмов двух классов, в разной степени проявляющихся в различных интервалах температур.

#### Список литературы

- [1] C. Lall, S. Chin, D.P. Pope. Met. Trans. A10, 9, 1323 (1979).
- [2] D.P. Pope, S.S. Ezz. Int. Met. Rev. 29, 3, 136 (1984).
- [3] S. Takeuchi, E. Kuramoto. J. Phys. Soc. Jap. 31, 1282 (1971).
- [4] F.E. Heredia, D.P. Pope. Acta Mater. 39, 6, 2027 (1991).
- [5] M.S. Kim, S. Hanada, S. Watanabe, O. Isumi. Acta Met. 36, 11, 2967 (1988).

- [6] Y. Liu, T. Takasugi, O. Isumi. Phil. Mag. 59, 2, 401 (1989).
- [7] В.А. Старенченко, В.С. Кобытев, Л.А. Теплякова, Л.Е. Попов. ФММ 47, 188 (1979).
- [8] R.J. Taunt, B. Ralph. Phil. Mag. 30, 6, 1379 (1974).
- [9] D. Caillard, N. Clement, A. Court. Phil. Mag. 58, 6, 263 (1988).
- [10] A. Korner, H.P. Karntaler, C. Hitzenberger. Phil. Mag. 56, 1, 73 (1987).
- [11] Y. Liu, T. Takasugi, O. Isumi. Phil. Mag. 59, 2, 437 (1989).
- [12] A.E. Staton-Bevan, R.D. Rawlings. Phil. Mag. 32, 4, 787 (1975).
- [13] Н.А. Конева, В.Ф. Есипенко, Э.В. Козлов, А.С. Тайлашев. Изв. вузов. Физика, 11, 118 (1975).
- [14] Ю.А. Абзаев, В.А. Старенченко, Н.А. Конева. Изв. вузов. Физика, *3*, 65 (1987).
- [15] K. Aoki, O. Izumi. J. Mater. Sci. 13, 2, 2313 (1978).
- [16] В.А. Старенченко, Ю.В. Соловьева, Ю.А. Абзаев, В.И. Николаев, В.В. Шпейзман, Б.И.Смирнов. ФТТ 38, 10, 3050 (1996).
- [17] В.А. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Ю.В. Соловьева, Э.В. Козлов. ФММ 79, 5, 23 (1995).
- [18] Э.В. Козлов, Н.А. Конева. Структурные уровни пластической деформации. Наука, Новосибирск (1990). 255 с.
- [19] P. Veyssiere, G. Saada. The Nabarro series "Dislocations in solids" (1996). V. 10. P. 154.