

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ НИОБИЯ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ И ДЛИТЕЛЬНОГО ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА

© Л.Н.Пронина, М.В.Баязитова, А.А.Мазилкин

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия
(Поступила в Редакцию 21 июля 1995 г.)

Методом просвечивающей электронной микроскопии исследована структура монокристаллов (001) [110] ниобия после прокатки (степень деформации 95%) и длительного высокотемпературного отжига. Обнаружено, что в процессе прокатки монокристаллы ниобия сохраняют исходную ориентацию. При высокотемпературном отжиге монокристаллические ленты ниобия не рекристаллизуются; в них проходит процесс полигонизации с образованием субграниц, различных по строению и составу. Подробный анализ элементов структуры, наблюдаемых в образцах ниобия и их сравнение со структурой отожженных монокристаллических лент молибдена говорят о том, что в ниобии значительная доля межблочных границ неравновесна и что полигонизация проходит здесь менее полно, чем в молибдене. Сделан вывод о том, что в ниобии действуют механизмы, существенным образом ограничивающие подвижность дислокаций в границах и затрудняющие процесс полигонизации.

В ряде предыдущих работ [1-3] показано, что для различных ОПК-металлов (W, Mo и Nb) ориентация (001) [110] является стабильной при прокатке и последующем высокотемпературном отжиге. Рекристаллизация этих кристаллов не происходит даже после значительной деформации вплоть до 90% суммарного обжатия. После отжига в них имеет место лишь полигонизация с сохранением монокристалличности и ориентации исходного кристалла.

В данной работе подробно исследуются элементы структуры в монокристаллах ниобия (001) [110] после прокатки и длительного высокотемпературного отжига.

1. Методика эксперимента

Монокристаллы ниобия с осью роста [110], полученные методом электронно-лучевой зонной плавки, подвергались деформации прокаткой при низких температурах ($T \cong 0.1 T_m, T_m$ — температура плавления) по плоскости (001) вдоль направления [110] до суммарной степени обжатия $\varepsilon = 90\%$. Отклонение оси роста и плоскости от заданных ориентаций контролировалось методом обратной съемки по Лауэ. Образцы для прокатки в виде параллелепипедов размером $100 \times 15 \times 4$ мм вырезались на электроискровом станке.

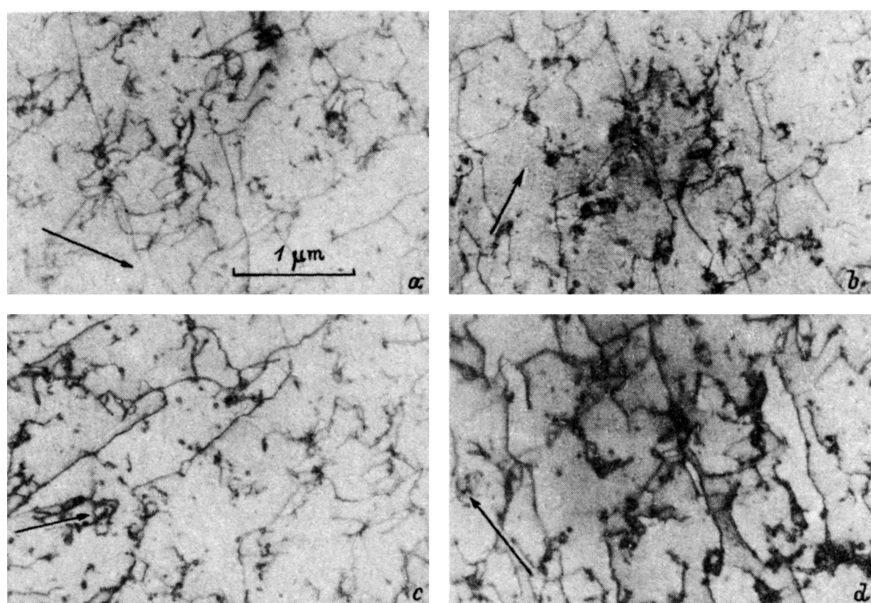


Рис. 1. Плоскость фольги параллельна Nb (001) [110] после прокатки. Плоскость фольги параллельна плоскости (110). $\epsilon = 3\%$. g: a — 002, b — 110, c — 112, d — 112.

После прокатки поверхностный слой удалялся с помощью химической полировки. Прокатанные ленты ниобия отжигались при 2000°C в течение 2 h в лабораторной печи. Фольги для химической полировки в растворе HF/HNO_3 . Исследования структуры проводились на электронных микроскопах JEM-100CX с ускоряющим напряжением 100 kV и JEM-1000 с ускоряющим напряжением 1000 kV.

Вектор Бюргера дислокаций определялся по анализу их погасаний при разных отражениях. Для полной идентификации дислокаций, присутствующих в структуре, проводилась съемка участка образца в рефлексах двух кристаллографических зон: $\langle 001 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$. Исключение 180° неопределенности в ориентировке фольги проводилось на основе взаимного расположения рефлексов двух зон. Подробное описание этой методики приводится в [4].

2. Результаты и обсуждение

Эксперименты с контрастом, проведенные по серии погасаний в плоскости (110) образца, деформированного до $\epsilon = 1\%$, показали, что в структуре кристалла присутствуют дислокации с векторами Бюргера $a/2\langle 111 \rangle$ (рис. 1). Проекция линий этих дислокаций параллельны направлению $\langle 111 \rangle$, а сами они являются смешанными 22° скользящими дислокациями. В структуре также наблюдаются дислокации с вектором $\mathbf{b} = a\langle 100 \rangle$, которые образовались в результате взаимодействия двух дислокаций $a/2\langle 111 \rangle$ по реакции

$$a/2[\bar{1}\bar{1}1] + a/2[111] = a[001].$$

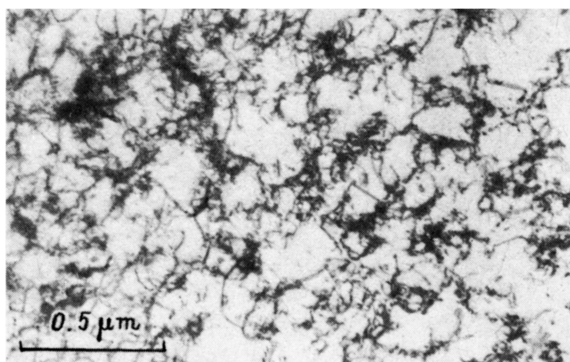


Рис. 2. Структура монокристалла Nb после прокатки и отжига. $\epsilon = 90\%$. Плоскость (001).

Такие реакции служат барьером для движения дислокаций $a/2\langle 111 \rangle$ в их плоскостях скольжения и играют важную роль в упрочнении кристалла.

Структура монокристаллов ниобия после прокатки до степени деформации $\epsilon = 90\%$ (рис. 2) характеризуется наличием плотных дислокационных сплетений, равномерно распределенных по объему образца. Плотность дислокаций довольно высока и составляет $2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$.

Во время отжига в прокатанных монокристаллах ниобия проходит процесс полигонизации. В структуре монокристаллов после отжига наблюдаются малоугловые границы, разделенные областями практически свободными от дислокаций (рис. 3). Как видно из этого рисунка, субграницы представляют собой регулярные по строению дислокаци-

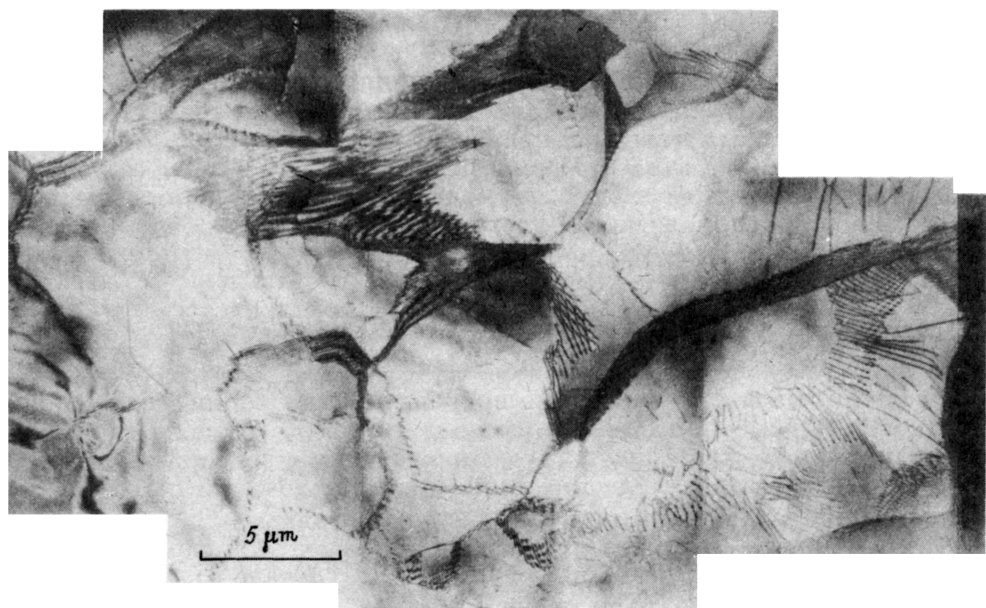


Рис. 3. Структура монокристалла Nb после прокатки и отжига. Ускоряющее направление 1000 kV. Плоскость (001).

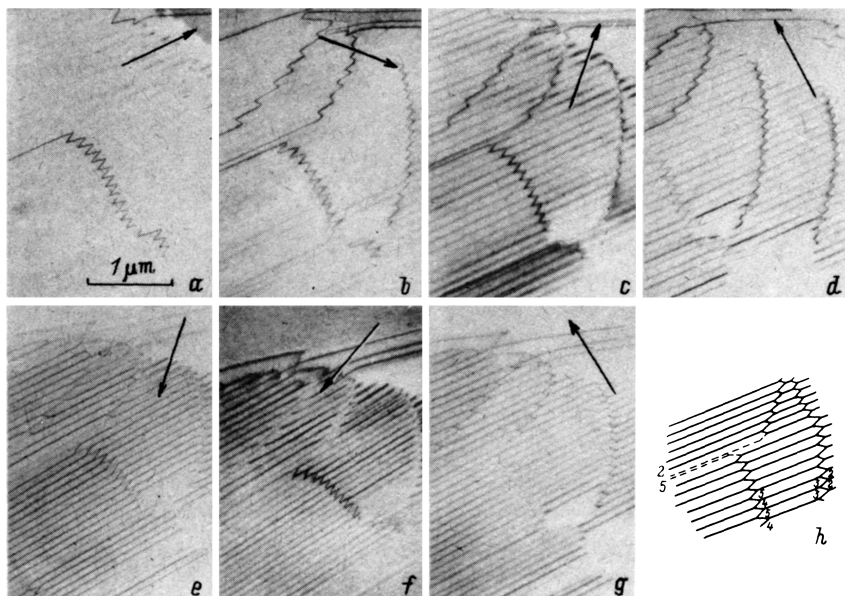


Рис. 4. Дислокационная стенка в монокристалле Nb после прокатки и отжига. Плоскость (001). *g*: *a* — 110, *b* — 020, *c* — 200, *d* — $\bar{1}\bar{1}0$, *e* — $\bar{1}01$, *f* — $\bar{1}\bar{2}1$, *g* — $\bar{1}\bar{2}\bar{1}$. *h* — схема участков границы.

онные сетки и стенки. На своем протяжении субграница неоднородна. Стенки могут переходить в сетки; состав, строение, плоскость залегания субграниц, направления линий дислокаций, расстояния между дислокациями в них также могут меняться. Рассмотрим типичные примеры субграниц.

На рис. 4 приведена серия фотографий участка дислокационной стенки. Такой тип границ наиболее часто встречается в структуре монокристаллов ниобия после продолжительного высокотемпературного отжига. Ее основу составляют прямые параллельно расположенные дислокации, расстояние между которыми варьируется для разных стенок и равняется приблизительно $0.1\ \mu\text{m}$. Линии этих дислокаций лежат вдоль направления $[110]$, совпадающего с направлением прокатки. Протяженность таких стенок может быть значительной и составлять десятки микрон. Плоскость субграницы практически параллельно плоскости (001).

Видно, что контраст на изображении этих дислокаций исчезает лишь при отражении $g = 110$. Возможные векторы Бюргера для ОЦК-металлов — $a\langle 100 \rangle$ и $a/2\langle 111 \rangle$, и, следовательно, можно предположить, что векторы Бюргера этих дислокаций — $a[001]$, $a/2[\bar{1}11]$ и $a/2[1\bar{1}\bar{1}]$. Для однозначной их идентификации определим величину произведения $m = 1/8g[\mathbf{b} \times \mathbf{u}]$. На изображении краевой дислокации имеется значительный остаточный контраст, если величина $m > 0.1$. Полагая $\mathbf{b}_1 = a[001]$, получим $m = 0.18$ для $g = 020, 200$ и $1\bar{1}0$ и $m = 0$ при $g = 110$. Наше предположение подтверждается поведением контраста

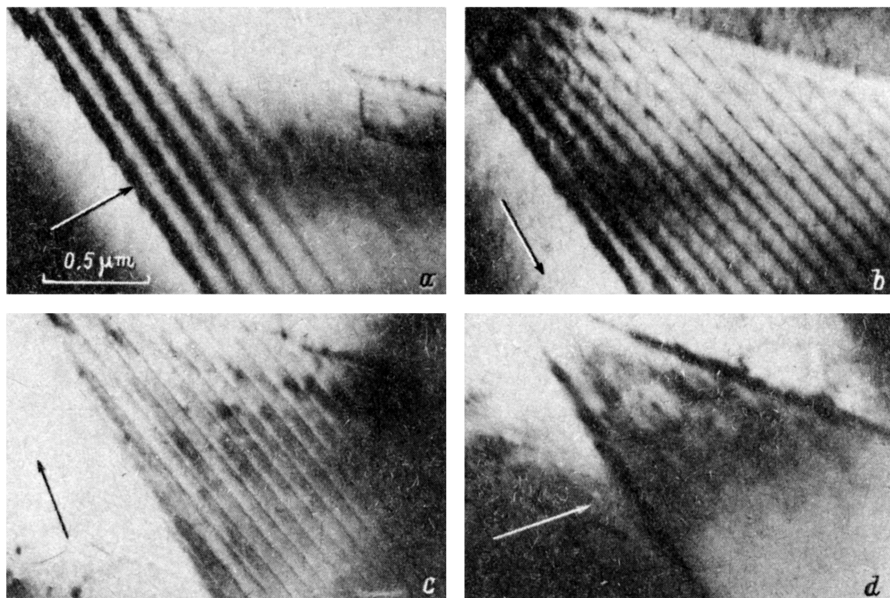


Рис. 5. Стенка в монокристалле Nb после прокатки и отжига, состоящая из одного семейства дислокаций.

Плоскость (001). g : $a - 110$, $b - \bar{1}\bar{1}0$, $c - \bar{1}\bar{2}1$, $d - \bar{2}\bar{1}1$.

на рассматриваемых дислокациях, а также законом равенства нулю суммы векторов Бюргера дислокаций в тройном узле.

В рассмотренной стенке имеются два вида тройных узлов. В одном из них, образованном дислокациями 1, 2 и 3, дислокация 2 невидима при $g = 110$ и $\bar{1}\bar{2}1$, а дислокация 3 — при $g = 110$ и $\bar{1}01$; следовательно, векторы Бюргера этих дислокаций $b_2 = a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ и $b_3 = a/2[\bar{1}\bar{1}1]$. Другой тип тройного узла состоит из дислокаций 1, 4 и 5. Дислокация 4 невидима при $g = \bar{1}\bar{1}0$ и $1\bar{2}\bar{1}$, а дислокация 5 при $g = \bar{1}\bar{1}0$ и $10\bar{1}$; таким образом, $b_4 = a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ и $b_5 = a/2[111]$.

Вектор Бюргера дислокаций 1 перпендикулярен плоскости границы; таким образом, рассмотренная граница представляет собой вертикальную стенку краевых дислокаций. Особенностью строения данной границы является наличие значительных по длине сегментов дислокаций $b_2 = a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ и $b_5 = a/2[111]$ (указаны на рисунке штриховой линией). Дислокация b_2 является краевой, а b_5 — смешанной 35° .

Другой тип стенок, встречающийся в структуре отожженного ниобия, представлен на рис. 5. Данная стенка состоит из дислокаций одного семейства. Как и в предыдущем случае, стенка наблюдается в виде протяженного поля и ее плоскость параллельна плоскости (001); единичный вектор вдоль направления линии дислокации совпадает с направлением $[210]$. Из этого рисунка видно, что контраст на изображении дислокаций исчезает при $g = 110$ и $\bar{2}\bar{1}\bar{1}$ и вектор Бюргера этих дислокаций $b = a/2[1\bar{1}1]$. Таким образом, рассмотренная граница состоит из смешанных 40° дислокаций и является наклонной стенкой с углом между нормалью к своей плоскости [001] и вектором $n = b \cdot u$, равным 66° .

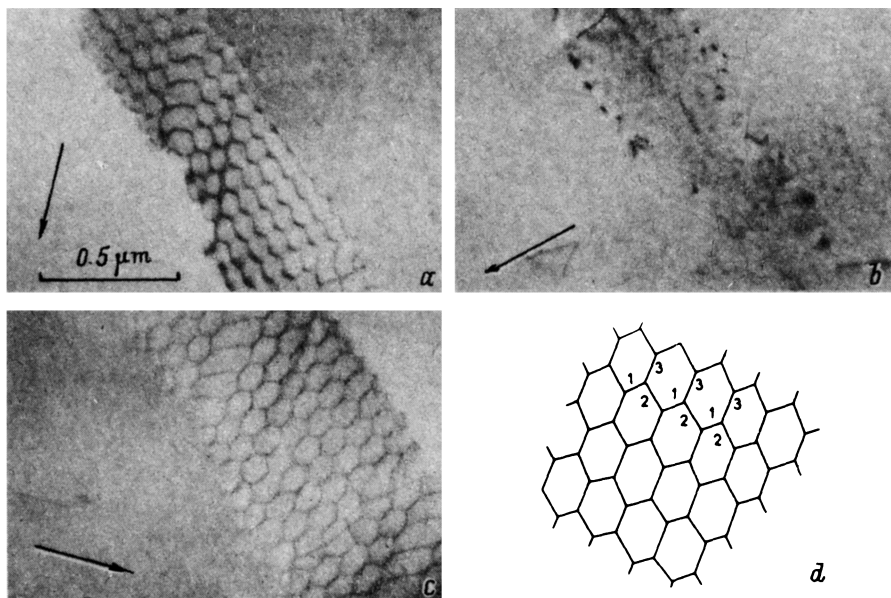


Рис. 6. Гексагональная сетка в монокристалле Nb после прокатки и отжига. Плоскость (001). g : a — 020, b — 110, c — $\bar{1}01$. d — схема участка сетки.

Следующими элементами структуры наряду с дислокационными стенками являются сетки дислокаций. В ниобии после высокотемпературного отжига наблюдаются два типа сеток: один из них — гексагональные сетки — образован дислокациями трех семейств; основу другого составляет четырехугольная сетка из двух семейств дислокаций.

Рассмотрим границу, показанную на рис. 6. Изображения дислокаций 1 и 2 гаснут при отражении $g = 110$, а дислокации 2 еще и при $g = \bar{1}01$. Следовательно, векторы Бюргерса дислокаций 1 и 2 равны соответственно $b_1 = a/2[\bar{1}11]$ и $b_2 = a/2[1\bar{1}1]$. Изображение дислокаций 3 гаснет при всех значениях дифракционного вектора, кроме $g = \bar{1}01$, т.е. $b_3 = a[001]$, что согласуется с условием равенства нулю суммы векторов Бюргерса в тройном узле. Исключая 180° неопределенность в ориентации фольги, находим, что сетка расположена в плоскости (113). Дислокации 1–3 направлены вдоль $u_1 = [\bar{3}01]$, $u_2 = [2\bar{5}1]$, $u_3 = [\bar{3}\bar{3}2]$ и являются 43 , 32 и 65° .

Основу субграницы, представленной на рис. 7, составляют дислокации двух семейств 1 и 2, образующие четырехугольную сетку. В местах пересечений этих двух дислокаций образуется конфигурация из четырех тройных узлов. В таком узле одна из дислокаций — дислокация 1 или 2, а две другие — 3, 4, 5 или 6, как обозначено на рис. 7. Кроме того, взаимодействие дислокаций 1 и 2 с дислокацией 6, наложенной на сетку, приводит к образованию дислокаций 4 и 5, что нарушает регулярность сетки и усложняет ее строение (указанные дислокации обозначены на рис. 5 штриховыми линиями). Изображение дислокации 3 исчезает при $g = 1\bar{1}0$ и $0\bar{1}1$, откуда следует, что ее вектор Бюргерса $b_3 = a/2\bar{1}\bar{1}1$. Для дислокаций 5 критерий $gb = 0$ выполняется при $g = 100$ и $0\bar{1}1$ и вектор $b_5 = a/2[\bar{1}11]$. Контраст на дислокации 1 исче-

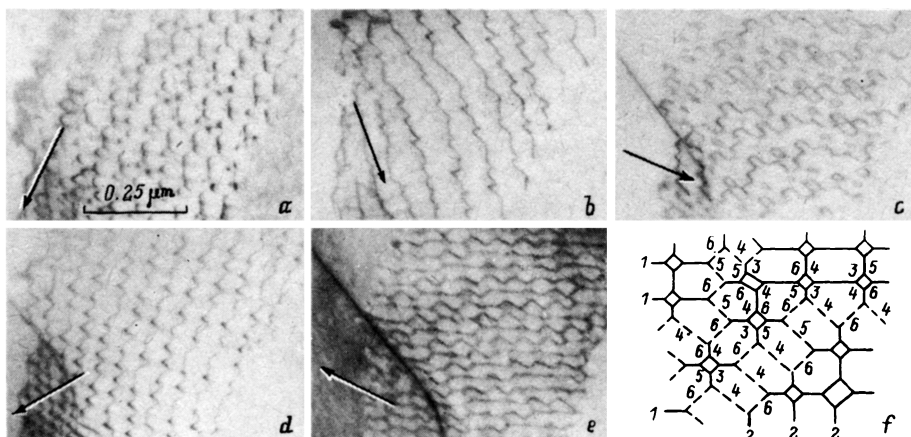


Рис. 7. Дислокационная сетка в монокристалле Nb после прокатки и отжига. Основу границы составляет четырехугольная сетка из дислокаций 1 и 2. Плоскость (001). g: a — 200, b — 110, c — 020, d — $\bar{1}\bar{1}0$, e — $0\bar{1}\bar{1}$. f — схема участка границы.

зает при всех отражениях, кроме $g = 0\bar{1}\bar{1}$, а на дислокациях 2 — при $g = 020$ и $0\bar{1}\bar{1}$; таким образом, $b_1 = a[001]$, $b_2 = a[100]$.

Значение векторов b_4 и b_6 могут быть найдены по соотношению для суммы векторов Бюргерса в тройном узле $b_4 = b_1 + b_3$ и $b_6 + b_1 + b_5$. Таким образом, имеем $b_4 = a/2[11\bar{1}]$, $b_6 = a/2[1\bar{1}\bar{1}]$, что согласуется с характером поведения контраста на этих дислокациях.

Рассмотренная граница лежит в плоскости (013). Дислокации $[1\bar{6}]$ направлены вдоль $u_1 = [6\bar{3}1]$, $u_2 = [4\bar{9}3]$, $u_3 = [4\bar{3}1]$, $u_4 = [1\bar{3}1]$, $u_5 = [1\bar{3}1]$, $u_6 = [4\bar{3}1]$; угол между векторами b и u равняется соответственно $\phi_1 = 82^\circ$, $\phi_2 = 67^\circ$, $\phi_3 = 77^\circ$, $\phi_4 = 59^\circ$, $\phi_5 = 59^\circ$, и $\phi_6 = 25^\circ$.

Таким образом, в результате длительного высокотемпературного отжига структура деформированного ниобия, содержащая сплетения дислокаций $a/2\langle 111 \rangle$, переходит в структуру, образованную субграницами, различными по строению и составу. Дислокации с векторами Бюргерса $a\langle 100 \rangle$ являются не результатом размножения при деформации, а продуктом реакции между парой дислокаций $a/2\langle 111 \rangle$. Этот вывод основывается на том, что сдвиговые напряжения в системе скольжения $(1\bar{1}0)[001]$ равны нулю, и подтверждается экспериментальным наблюдением реакций такого типа.

Интересно сравнить структуру, формирующуюся в результате прокатки и отжига в монокристаллических лентах молибдена и ниобия. Для обоих материалов характерно образование стенок из краевых дислокаций с вектором Бюргерса $a[001]$. В [3] было сделано предположение, что структура деформированного кристалла преобразуется в субграницы, состоящие из сеток дислокаций. Сетки, которые, согласно расчетам [5], неравновесны и не обладают минимумом энергии, с увеличением времени отжига переходят в стенки из краевых дислокаций. Дальнейший отжиг не меняет характера структуры. Авторы расчетов указывают, что неравновесность дислокационных сеток вызвана наличием значительной краевой составляющей у входящих в ее состав дислокаций, а также нарушениями в регулярности их строе-

пия. Такие неравновесные границы имеют пониженную термическую устойчивость.

В ниобии наряду со стенками присутствуют также дислокационные сетки, составляющие значительную часть межблочных границ. Можно предположить, что в ниобии действуют механизмы, существенным образом ограничивающие подвижность дислокаций в субграницах и затрудняющие полигонизацию. Полигонизацию затрудняет все, что способствует затруднению диффузии вакансий. Важным фактором здесь является, видимо, чистота материала, поскольку скорость диффузии примесей внедрения больше примесей внедрения больше скорости самодиффузии. С другой стороны, наличие в субграницах значительного числа сидячих дислокаций также говорит о существенной роли диффузионных процессов, в значительной степени определяющих структуру, формирующуюся при отжиге.

Другим фактором, существенным образом влияющим на процесс полигонизации, является величина энергии дефекта упаковки, определяющая ширину расщепления дислокаций. В металлах с низкой энергией дефекта упаковки полигонизация может проходить менее полно. Это обусловлено затруднением переползания дислокаций в случае их сильного расщепления; прежде чем процесс переползания может осуществиться по всей длине линии дислокации, частичные дислокации должны стянуться. Для ниобия величина энергии дефекта упаковки значительно ниже, чем для молибдена [6]. Наличие примесей в свою очередь также уменьшает энергию дефекта упаковки, увеличивая ширину расщепления дислокаций.

Список литературы

- [1] Pronina L.N., Takeuchi S., Suzuki K., Ichihara M. *Phil. Mag.* **A45**, 859 (1982).
- [2] Pronina L.N., Bayazitova M.V., Mazilkin A.A. *Proc. 13 Int. Plansee Seminar* (1993). RM-83.
- [3] Пронина Л.Н., Аристова И.М. *ФТТ* **35**, 10, 2701 (1993).
- [4] Электронно-микроскопические изображения дислокаций и дефектов упаковки. Справочное руководство / Под ред. В.М. Косевича и Л.С. Палаткина. М. (1976). 224 с.
- [5] Li J.C.M. In *Electron Microscopy and Strength of Crystals*. N.Y. (1963). P. 713-779.
- [6] Носкова Н.И., Павлова В.А. *ФММ* **37**, 142 (1974).