

ОРИЕНТАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ВОЛЬФРАМА ПРИ ПРОКАТКЕ

© Л.Н.Пронина, И.М.Аристова, 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 изучена дислокационная структура монокристаллов вольфрама с ориентациями (001) [110], (110) $[\bar{1}10]$ и (001) [100] после деформации прокаткой до различных степеней обжатия. Обнаружено, что монокристаллы W (001) [110] могут быть деформированы до весьма больших степеней обжатия (95%), сохраняя при этом свою монокристалличность, и их структура характеризуется однородным распределением дислокаций. В монокристаллах с ориентациями (110) $[\bar{1}10]$ и (001) [100] уже в области малых обжатий начинает формироваться ячеистая структура, а при достижении степени деформации 20–25% эти монокристаллы разрушаются. Описываются наблюдаемые дислокационные реакции между дислокациями действующих систем скольжения и рассматривается их роль в формировании структуры при деформации. Построена зависимость микротвердости от степени обжатия, и установлена связь между имеющимися место дислокационными реакциями и величиной и скоростью упрочнения при прокатке.

Известно, что ориентация (001) [110] является стабильной при прокатке монокристаллов ОЦК-металлов. При этом сохраняется высокий уровень пластичности материала и могут быть получены монокристаллические ленты толщиной 50–100 μm [1]. В то же время пластичность кристаллов (110) $[\bar{1}10]$ и (001) [100] невысока, при прокатке происходит отклонение их ориентаций от исходных [2], и они испытывают хрупкое разрушение уже при небольших степенях деформации.

В настоящей работе методом электронной микроскопии проведено исследование особенностей дислокационной структуры монокристаллов вольфрама, формирующейся в процессе деформации, и сделана попытка связать эти данные с их деформационным поведением при прокатке.

1. Методика

Исследовались монокристаллы вольфрама с ориентацией оси роста [110] и [100], выращенные методом электронно-лучевой зонной плавки, с отношением электросопротивлений $R_{300\text{K}}/R_{4.2\text{K}} \approx 50000$. Образцы для прокатки вырезались электроэрозионным способом, шлифовались

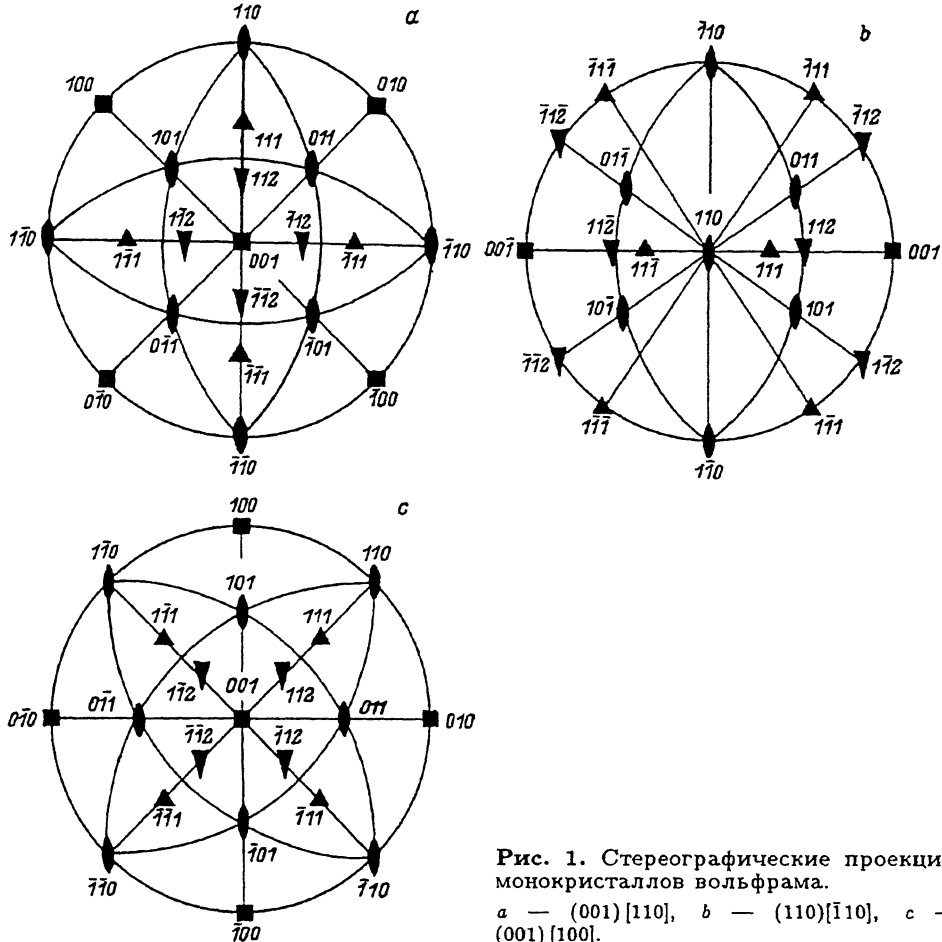


Рис. 1. Стереографические проекции монокристаллов вольфрама.

a — (001)[110], b — (110)[110], c — (001)[100].

и полировались в растворе NaOH. Исследование проводилось на монокристаллах трех ориентаций, плоскость и направление прокатки которых были следующими: (001)[110], (110)[110] и (001)[100] (рис. 1). Отклонение от заданных ориентаций контролировалось методом Лауэ и составляло не более 3° . Нагрев образцов производился в атмосфере аргона при температуре 1000°C . Микротвердость измерялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке 100 г. Образцы для электронной микроскопии готовились методом струйной электролитической полировки в 1.5% растворе NaOH. Электронно-микроскопические исследования проводились на электронном микроскопе JEM-100CX.

2. Ориентационные множители и системы скольжения при прокатке

В монокристаллах вольфрама при 1000°C плоскостями скольжения могут быть плоскости $\{112\}$ и $\{110\}$ [3,4]. Для малых обжатий напряжения при прокатке можно рассматривать как сумму напряжения сжатия σ_c , нормального плоскости прокатки, и напряжения растяжения σ_t , па-

параллельного направлению прокатки [3],

$$\tau = \sigma_c \cos \phi_c \cos \lambda_c + \sigma_t \cos \phi_t \cos \lambda_t,$$

где ϕ_c — угол между нормалью к плоскости прокатки и нормалью к плоскости скольжения, λ_c — угол между нормалью к плоскости прокатки и направлением скольжения, ϕ_t — угол между направлением прокатки и нормалью к плоскости скольжения, λ_t — угол между направлением прокатки и направлением скольжения.

Максимальными ориентационными факторами обладают системы скольжения типа $\{112\}\langle 111 \rangle$. Системы $\{110\}\langle 111 \rangle$ имеют меньшие ориентационные множители.

Системы типа $\{110\}\langle 111 \rangle$ в монокристаллах $(001)[110]$ можно разделить по величине ориентационного множителя на две группы: 1) системы, в которых вектор Бюргера дислокаций, осуществляющих деформацию, лежит вдоль направления прокатки и напряжения сжатия и напряжения растяжения максимальны: $(101)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(011)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(0\bar{1}1)[111]$, $(\bar{1}01)[111]$; 2) системы, в которых вектор Бюргера дислокаций лежит в поперечном направлении и напряжения растяжения равно нулю: $(101)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(0\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(011)[1\bar{1}1]$, $(\bar{1}01)[1\bar{1}1]$.

Для монокристаллов $(110)[\bar{1}10]$ системы скольжения также делятся на две группы: 1) $(101)[\bar{1}\bar{1}1]$, $(01\bar{1})[\bar{1}\bar{1}1]$, $(011)[1\bar{1}1]$, $(10\bar{1})[1\bar{1}1]$; 2) $(101)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(011)[1\bar{1}\bar{1}]$, $(01\bar{1})[111]$, $(10\bar{1})[111]$.

В монокристаллах $(001)[100]$ все четыре направления скольжения $\langle 111 \rangle$ равноправны. Наиболее напряженными плоскостями типа $\{110\}$ являются две плоскости: (101) и $(\bar{1}01)$; плоскости (011) и $(0\bar{1}1)$ имеют ориентационный множитель, меньший по величине; плоскости с минимальным фактором Шмида — это (110) и $(\bar{1}10)$.

3. Результаты и обсуждение

Электронно-микроскопическое исследование вольфрама выявило сильную зависимость из дислокационной структуры от исходной ориентации монокристаллов при прокатке.

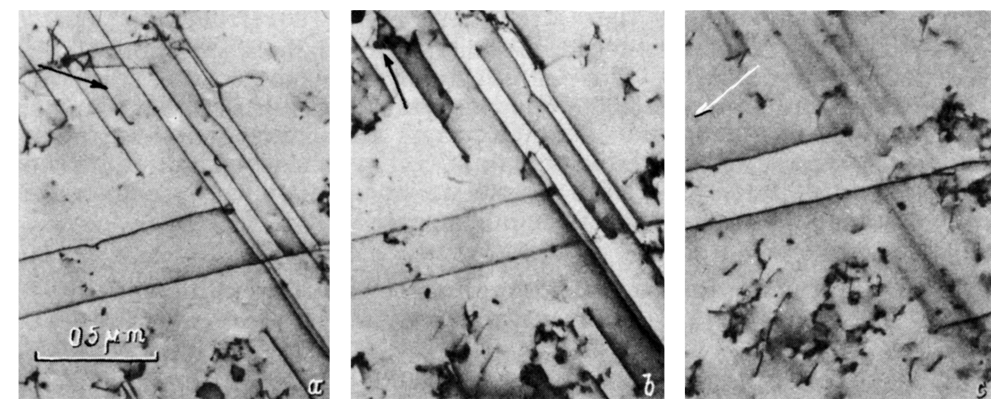
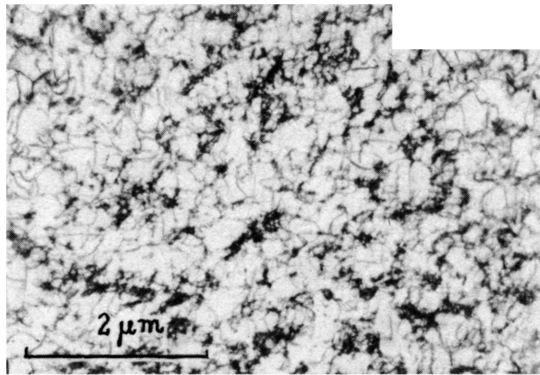


Рис. 2. Дислокационная структура слабдеформированного монокристалла вольфрама $(001)[110]$.

Плоскость фольги параллельна плоскости (110) . г: а — $\bar{1}10$, б — $1\bar{1}2$, с — $1\bar{1}\bar{2}$.

Рис. 3. Структура монокристалла (001)[110], деформированного на 80%.

Плоскость фольги параллельна плоскости прокатки (001).



Основным элементом структуры слабдеформированных ($\epsilon \leq 0.5\%$) монокристаллов вольфрама ориентации (001)[110] являются длинные винтовые дислокации, как первичные (с максимальными ориентационными множителями) с векторами Бюргерса $\mathbf{b} = a/2[111], a/2[1\bar{1}\bar{1}]$, так и вторичные (с ориентационными множителями, меньшими по величине) с $\mathbf{b} = a/2[\bar{1}11], a/2[1\bar{1}1]$. Эксперименты с контрастом, проведенные по серии погасаний в рефлексах зоны [110] (рис. 2), свидетельствуют об имеющих место дислокационных реакциях типа

$$a/2[\bar{1}\bar{1}1] + a/2[111] = a[001], \quad (1)$$

$$a/2[1\bar{1}1] + a/2[\bar{1}11] = a[001]. \quad (2)$$

По мере роста степени деформации линии дислокаций становятся ломаными, в структуре начинают формироваться дислокационные сплетения. При степени деформации $\epsilon \cong 80\%$ плотность дислокаций увеличивается приблизительно на три порядка по сравнению с исходной и достигает значения $\cong 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Структура монокристаллов характеризуется довольно однородным распределением дислокаций (рис. 3). В процессе прокатки монокристаллы демонстрируют высокую степень пластичности и сохраняют исходную ориентацию.

В монокристаллах вольфрама, имеющих ориентацию (110)[$\bar{1}10$] и (001)[100], на самых ранних степенях деформации наблюдаются дислокационные сплетения, образованные смешанными дислокациями с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$, и дислокации с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = 1\langle 100 \rangle$, образовавшиеся по реакциям типа (1), (2). В монокристаллах (110)[$\bar{1}10$] имеется также другой тип реакций, приводящий к образованию дислокаций с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = a\langle 110 \rangle$ (рис. 4):

$$a/2[1\bar{1}\bar{1}] + a/2[111] = a[110]. \quad (3)$$

При увеличении степени деформации до 10–15% формируется дислокационная ячеистая структура, а при $\epsilon \cong 20\%$ происходит хрупкое разрушение образцов.

Анализ следов границ ячеек в трех перпендикулярных сечениях позволил определить их пространственное расположение. В плоскостях

(001) и (100) монокристалла (001)[100] стенки ячеек вытянуты параллельно направлению [010] (рис. 5, *a*), а в плоскости (010) они расположены вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ и их форма близка к равноосной. Границы ячеек, таким образом, залегают в плоскостях {011}.

Структура монокристаллов (110)[$\bar{1}10$] была подробно изучена нами в [5]. В сечении (001) монокристаллов этой ориентации ячейки равноосны, в то время как в плоскостях (110) и ($\bar{1}10$) они вытянуты в направлении (001) (рис. 5, *b*), т.е. в кристалле данной ориентации границы ячеек лежат в плоскостях {010}.

Согласно модели, предложенной Такеучи [6], скопления дислокаций, образующие стенки ячеек, формируются в плоскостях с максимальными ориентационными множителями для дислокаций, осуществляющих деформацию. В случае монокристаллов (001)[100] (если предположить, что скольжение происходит по плоскостям {110}) такой вывод справедлив, так как плоскости (101) и ($\bar{1}01$), в которых залегают границы ячеек, имеют максимальный фактор Шмида для дислокаций $a/2\langle 111 \rangle$. Что же касается монокристаллов (110)[$\bar{1}10$], то, как показано в [5], выбор плоскостей, в которых формируются стенки ячеек, может определяться плоскостью залегания дислокаций $\mathbf{b} = a\langle 100 \rangle$, когда в их плоскости скольжения действуют касательные напряжения. Максимальный ориентационный множитель имеют системы $a[100](010)$ и $a[010](100)$. В процессе деформации происходит накопление дислокаций, что и приводит к образованию дислокационных слоев, параллельных {001}.

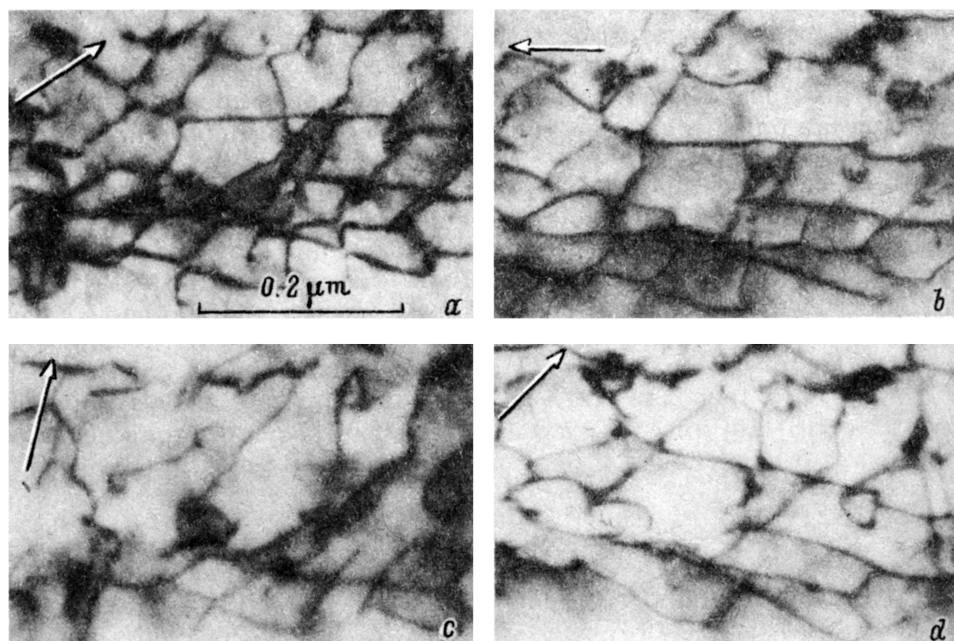


Рис. 4. Структура монокристалла (110)[$\bar{1}10$]. $\epsilon = 15\%$. Плоскость фольги параллельна плоскости прокатки (110). г: *a* — $00\bar{2}$, *b* — $11\bar{2}$, *c* — $11\bar{2}$, *d* — 310 .

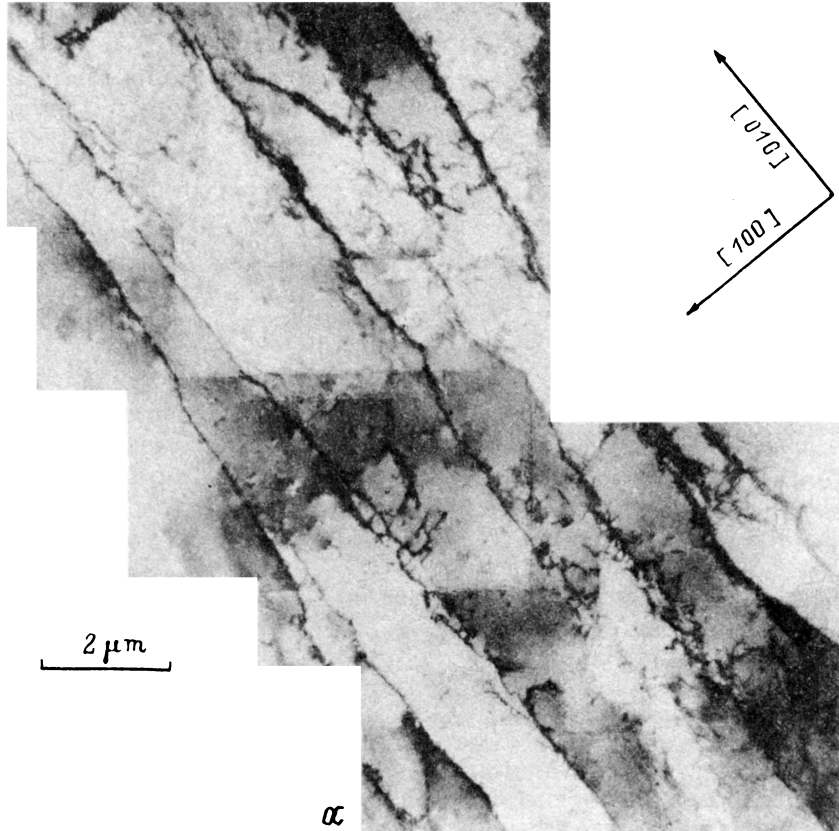


Рис. 5. Микрофотография ячеистой структуры в монокристаллах $(110)[110]$ (а) и $(001)[1000]$ (b).

Рассмотрим по аналогии с [7] возможные варианты взаимодействия между дислокациями в монокристалле $(001)[100]$, учитывая, что наиболее типичными для ОЦК-кристаллов являются реакции типа (1), (2). Ниже выписаны шесть наиболее вероятных дислокационных реакций, наблюдавшихся в монокристаллах данной ориентации, расположенных в порядке убывания их энергетического выигрыша, величина которого вычислялась в соответствии с полученной в изотропном приближении формулой Хартли [7].

$$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{(101)} + a/2[1\bar{1}\bar{1}]_{(101)} = a[010]_{(101)}, \quad (4)$$

$$a/2[11\bar{1}]_{(101)} + a/2[1\bar{1}\bar{1}]_{(0\bar{1}1)} = a[100]_{(0\bar{1}1)}, \quad (5)$$

$$a/2[11\bar{1}]_{(101)} + a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{(0\bar{1}1)} = a[010]_{(101)}, \quad (6)$$

$$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{(101)} + a/2[111]_{(0\bar{1}1)} = a[001]_{(110)}, \quad (7)$$

$$a/2[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{(101)} + a/2[111]_{(\bar{1}01)} = a[001]_{(100)}, \quad (8)$$

$$a/2[11\bar{1}]_{(101)} + a/2[1\bar{1}\bar{1}]_{(\bar{1}01)} = a[100]_{(001)}. \quad (9)$$

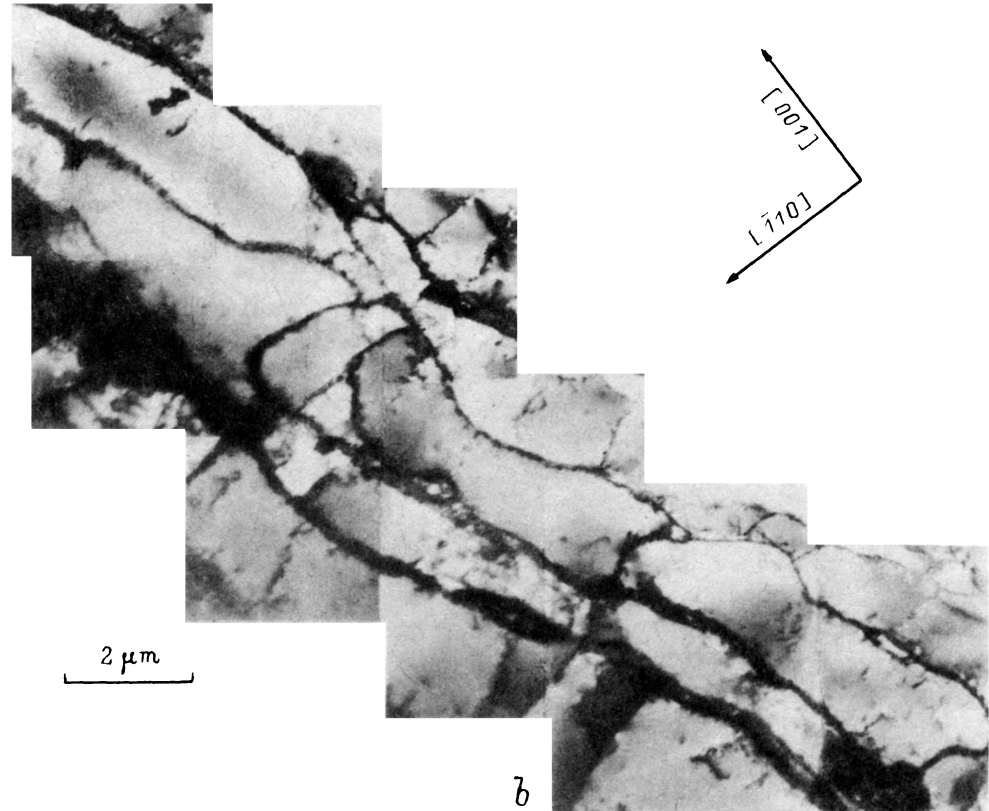


Рис. 5 (продолжение).

Все эти реакции приводят к образованию барьеров для движения дислокаций, и эффективность этих барьеров зависит от того, в каких плоскостях лежат исходные дислокации и продукты реакций. Барьеры, созданные по реакциям (4), (7)–(9), могут быть преодолены поперечным скольжением, поскольку системы поперечного скольжения имеют те же ориентационные факторы. Эти реакции не являются определяющими для характера упрочнения кристаллов $(001)[100]$. В то же время реакции (5), (6) вносят значительный вклад в процесс упрочнения этих кристаллов. Реакция (5) приводит к созданию барьера для движения дислокации $a/2[11\bar{1}]$ как в плоскости скольжения, так и плоскости поперечного скольжения. Барьер того же типа реакция (6) создает для дислокаций $a/2[\bar{1}11]$.

Аналогичный набор реакций был нами обнаружен и для монокристаллов ориентаций $(001)[110]$ и $(110)[\bar{1}10]$.

В начале деформации ($\epsilon \leq 0.5\%$) в структуре монокристаллов вольфрама $(001)[110]$ наблюдаются прямолинейные (длина прямолинейного участка более $2\mu\text{m}$) винтовые дислокации первичной и вторичной систем. Реакции между указанными дислокациями редки в отличие, например, от молибдена. Как было нами обнаружено в предыдущих исследованиях [8], в монокристаллах молибдена той же ориен-

тадии, деформированных до суммарного обжатия $\varepsilon \cong 0.5\%$, притягивающиеся винтовые дислокации $a/2\langle 111 \rangle$ образуют в результате взаимодействия дислокационные связки различной длины с вектором Бюргера $a\langle 001 \rangle$; дислокации имеют большое количество ступенек, что свидетельствует об их поперечном скольжении. Средняя плотность ступенек составляла $5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$. Это соответствует среднему расстоянию между ними $\cong 0.2 \mu\text{м}$. В вольфраме накопление барьеров в плоскости скольжения и начало действия реакций типа (5)–(9) соответствуют степени деформации $\varepsilon > 2\%$, т.е. поперечное скольжение дислокаций становится заметным на более поздних стадиях деформации.

В монокристаллах $(110)[\bar{1}10]$ и $(001)[100]$ на самых ранних стадиях деформации начинают формироваться дислокационные сплетения, что связано, видимо, с одновременным действием систем скольжения и систем поперечного скольжения в соответствии с приведенными реакциями (4)–(9). Кроме того, в монокристаллах $(110)[\bar{1}10]$ обнаружены дислокации с вектором Бюргера $\mathbf{b} = a[110]$. Согласно [9], в ОЦК-кристаллах возможно существование дислокаций с таким вектором Бюргера, хотя вероятность осуществления реакций, приводящих к их образованию, довольно низка. Из рис. 4 видно, что эти дислокации образуют значительную часть узлов структуры. Для осуществления таких реакций, как показано в [7], необходима большая концентрация напряжений, что, видимо, и имеет место в стенках ячеек. Эти дислокации также могут действовать как сильные барьеры пластическому течению в плоскостях $\{110\}$, в которых находятся исходные дислокации $a/2\langle 111 \rangle$.

После того как в кристаллах образовалось большое количество сплетений, основным видом дислокационного взаимодействия являются обмен дислокациями между сплетениями и перестройки внутри самих сплетений. В связи с тем что монокристаллы ориентации $(001)[110]$ способны деформироваться до очень больших степеней суммарного обжатия без сколько-нибудь существенного уширения и что большую часть деформации в них осуществляют дислокации с вектором Бюргера $a/2[\bar{1}1\bar{1}]$, лежащим вдоль направления прокатки, можно сделать вывод о том, что образующиеся в этих монокристаллах дислокационные барьеры наиболее эффективно тормозят дислокации $a/2[\bar{1}1\bar{1}]$, лежащие в поперечном направлении. В то же время доля деформации, приходящаяся на дислокации $a/2[\bar{1}1\bar{1}]$, в монокристалле $(110)[\bar{1}10]$ значительно больше, и их деформационное поведение дает возможность предположить, что здесь наиболее вероятны реакции, тормозя-

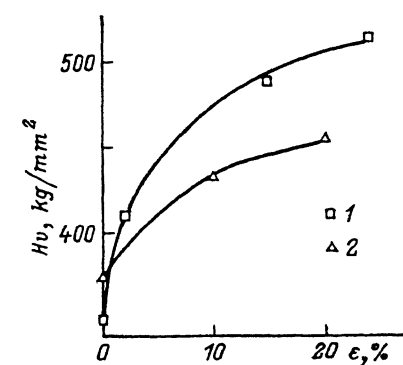


Рис. 6. Зависимость микротвердости монокристаллов вольфрама от степени обжатия.
1 — $(001)[100]$, 2 — $(110)[\bar{1}10]$.

щие именно эти дислокации. Упрочнение этих монокристаллов будет выше, чем монокристаллов с ориентацией (001)[110], а процесс перестройки сплетений в них затруднен.

Следствием этого, видимо, и является характерное различие как структуры, так и деформационного поведения монокристаллов этих двух ориентировок. Что же касается монокристаллов (001)[100], то, как уже было сказано, оба направления скольжения в этих монокристаллах равноправны, и, видимо, обе реакции одинаково вероятны. Блокировка этих направлений скольжения, как и в случае ориентировки (110)[$\bar{1}10$], приводит к образованию ячеистой структуры, и упрочнение этих монокристаллов должно быть наибольшим.

Вывод, сделанный об относительной скорости упрочнения для монокристаллов изучаемых ориентаций, вполне согласуется с результатами по измерению микротвердости в зависимости от степени деформации ε (рис. 6). Для монокристаллов всех трех ориентаций основная доля упрочнения приходится на начальные степени деформирования. Скорость и величина упрочнения для монокристаллов (001)[100] максимальны, ориентация (110)[$\bar{1}10$] занимает промежуточное положение, а монокристаллы (001)[110] упрочняются в наименьшей степени [8]. В монокристаллах (001)[110], начиная с $\varepsilon \cong 15\%$, уровень микротвердости принимает значение, не меняющееся с ростом степени деформации, в то время как монокристаллы двух других ориентаций при дальнейшей прокатке испытывают хрупкое разрушение.

Список литературы

- [1] Пронина Л.М. В кн.: Тугоплавкие металлы, сплавы и соединения с монокристаллической структурой. М. (1984). С. 191–195.
- [2] Taoka T., Furubayashi E., Takeuchi S. Trans. Iron and Steel Inst. Japan (1966). V. 6. P. 42–68.
- [3] Raymond L., Neumann J.P. Trans. Met. Soc. AIME **233**, 1625 (1965).
- [4] Taylor J.L. Trans. Met. Soc. AIME **236**, 464 (1966).
- [5] Аристова И.М., Пронина Л.Н. ФТТ **25**, 3521 (1983).
- [6] Takeuchi T. J. Phys. Soc. Jap. **28**, 955 (1970).
- [7] Hartley C.S. Phil. Mag. **14**, 7 (1966).
- [8] Pronina L.N. Proc. 11 Int. Plansee Seminar **1**, 285 (1985).
- [9] Dingley D.J. Phys. Stat. Sol. **38**, 345 (1970).