

Особенности процессов полигонизации в прокатанных (001)[110] монокристаллах вольфрама высокой чистоты

© Л.Н. Пронина, И.М. Аристова, А.А. Мазилкин

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черногловка, Московская обл., Россия

E-mail: aristova@issp.ac.ru
mazilkin@issp.ac.ru
pronina@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 14 октября 2003 г.)

Методом электронной микроскопии исследованы изменения в дислокационной структуре прокатанных (001)[110] монокристаллов вольфрама высокой чистоты при кратковременных высокотемпературных отжигах. Исследовано влияние температуры и продолжительности отжига на особенности формирования малоугловых границ. Обнаружены образование и диссоциация „локальных“ дефектов, аналогичных наблюдавшимся ранее при отжиге в структуре монокристаллических лент молибдена. Сделан вывод о дислокационной природе данных дефектов.

В работах [1,2] показано, что при соблюдении определенной технологии в результате ориентированной прокатки тугоплавких ОЦК монокристаллов возможно получение монокристаллических лент из таких металлов, как Mo, W, Nb. При этом при продолжительных высокотемпературных отжигах (при температурах выше $0.8 T_m$, где T_m — температура плавления) полученные монокристаллические ленты не рекристаллизуются и сохраняют ориентацию исходного монокристалла.

Эволюция структуры прокатанных и отожженных монокристаллов обладает рядом особенностей. Так, детальное электронно-микроскопическое исследование процессов полигонизации (001)[110] монокристаллических лент молибдена различной чистоты (с отношением величин электросопротивлений $RRR = \rho_{273K}/\rho_{4.2K} = 1000$ и $RRR = 140\,000$) показало, что формирование устойчивой дислокационной структуры проходит через несколько стадий, среди которых образование и диссоциация так называемых „локальных“ дефектов [3], расположенных на линиях дислокаций, а также в дислокационных узлах субграниц.

Представляет интерес сравнить данные по образованию и диссоциации „локальных“ дефектов, полученные для монокристаллических лент молибдена, с исследованиями других тугоплавких материалов, в частности вольфрама.

1. Методика

Исходным материалом для исследований являлись цилиндрические монокристаллы вольфрама с ориентацией оси роста [110]. Они выращивались методом электронно-лучевой зонной плавки. Чистота материала характеризовалась величиной остаточного электросопротивления $RRR = \rho_{273K}/\rho_{4.2K}$, которая для исследованных монокристаллов составила 50 000 и 200 000. Монокристаллические ленты получались путем прокатки образцов по плоскости (001) в направлении [110].

Высокотемпературные отжиги различной длительности проводились методом прямого пропускания тока на высоковакуумной установке УСУ-4 в безмасляном вакууме 10^{-6} Торг при температурах от 2000 до 2300°C. Электронно-микроскопические исследования проводились на электронных микроскопах JEM-100CX, JEM-1000 и JEM-2000FX.

2. Результаты

„Локальные“ дефекты в структуре монокристаллов вольфрама с $RRR = 50\,000$ наблюдались после отжига в течение 10 s при температуре 2200°C. Отжиг указанной продолжительности приводит к образованию субграниц. Часть из них представляет собой дислокационные сетки. На рис. 1, *a* представлена гексагональная сетка, состоящая из двух семейств дислокаций типа $a/2 \langle 111 \rangle$, в точках пересечения которых образуются дислокации с вектором Бюргерса $a[001]$. На рис. 1, *b* представлена субграница, являющаяся вертикальной стенкой из краевых дислокаций $a[001]$. Как видно из рис. 1, на линиях дислокаций с $\mathbf{b} = a[001]$, а также в узлах дислокационных сеток расположены „локальные“ дефекты. Они наблюдались также после отжига при той же температуре в течение 20 s и исчезали, когда время выдержки увеличивалось до 40 s. Структура после отжига длительностью 60 s состоит преимущественно из стенок длинных краевых дислокаций с $\mathbf{b} = a[001]$, и в ней практически отсутствуют дислокационные сетки (рис. 2). В материале сформировалась стабильная, т.е. не меняющаяся при увеличении времени отжига при данной температуре структура.

Следует отметить, что дифракционный контраст на изображении „локальных“ дефектов чрезвычайно сложен и не поддается простой однозначной интерпретации, но их присутствие не приводит к появлению на дифракционной картине каких-либо дополнительных рефлексов.

Для монокристаллов вольфрама с $RRR = 200\,000$ даже при отжиге самой малой длительности (до 3 s)

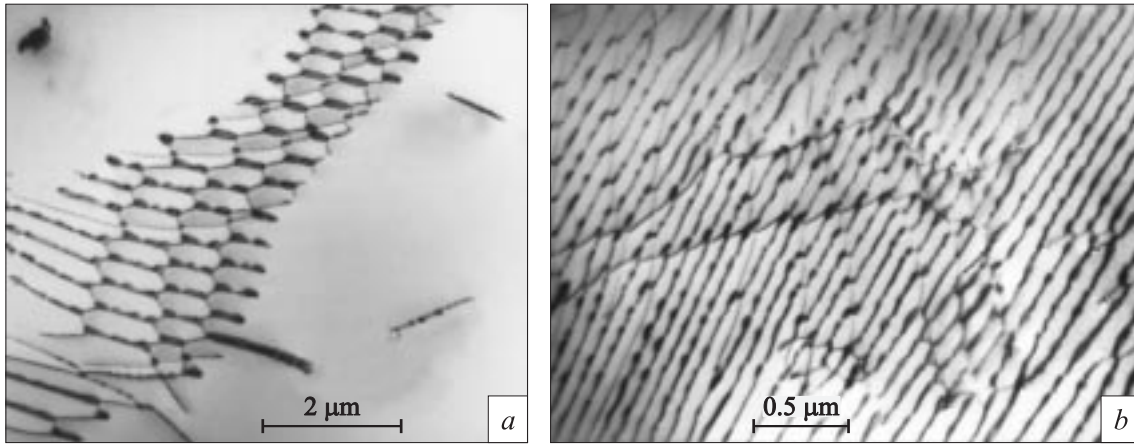


Рис. 1. „Локальные“ дефекты в структуре субграниц монокристаллов вольфрама с $RRR = 50\,000$. Отжиг в течение 10 s при температуре 2200°C . *a* — гексагональная сетка, состоящая из двух семейств дислокаций типа $a/2 \langle 111 \rangle$, в точках пересечения которых образуются дислокации с вектором Бюргерса $a[001]$. *b* — вертикальная стенка из краевых дислокаций $a[001]$.

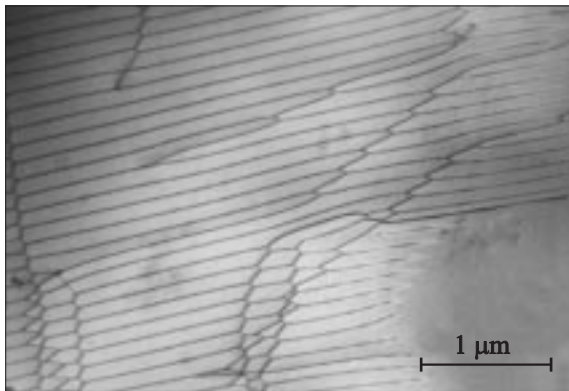


Рис. 2. Структура вольфрама ($RRR = 50\,000$) после отжига длительностью 60 s при температуре 2200°C .

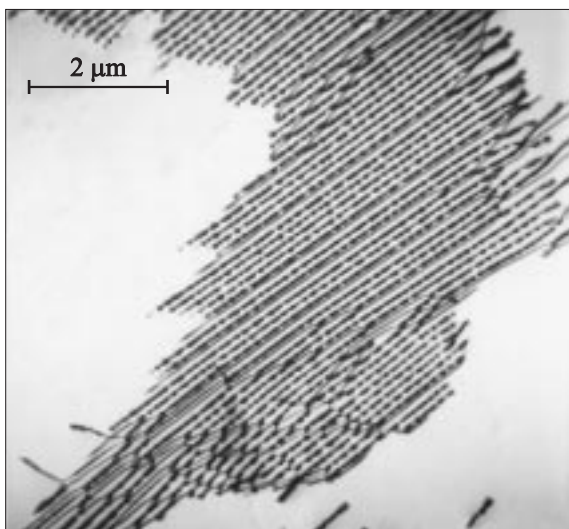


Рис. 3. „Локальные“ дефекты в структуре субграниц монокристаллов вольфрама с $RRR = 200\,000$. Температура отжига 2000°C , длительность 10 s.

при 2200°C присутствия „локальных“ дефектов не наблюдалось. Однако, последовательно снижая температуру отжига, удалось установить, что для монокристаллов вольфрама данной чистоты „локальные“ дефекты в структуре субграниц появляются при температуре отжига 2000°C и длительности 10 s (рис. 3) и исчезают, когда время отжига при данной температуре превышает 30 s.

3. Обсуждение результатов

В работе [3] показано, что образующиеся в молибдене „локальные“ дефекты имеют дислокационную природу. Было сделано предположение, что они могут образовываться по механизму, который для ОЦК кристаллов предложили Коттрелл и Билби [4]. Суть этого механизма заключается в том, что часть полной решеточной дислокации может расщепиться на две частичные дислокации, одна из которых является „сидячей“, а другая — скользящей. Район между двумя частичными дислокациями представляет собой двойниковый дефект упаковки. Поперечное скольжение частичной дислокации приводит к образованию новых дефектов упаковки, лежащих в плоскости движения. Одна частичная дислокация может закручиваться вокруг полюсной, образуя спираль. Результат этих дислокационных перестроек, видимо, и наблюдается нами как „локальный“ дефект.

Энергия дефекта упаковки для тугоплавких ОЦК металлов чрезвычайно велика (для молибдена это 0.3 J/m^2 [5], для вольфрама — 0.5 J/m^2 [6]). Однако следует учитывать, что вследствие высоких степеней деформации в исследуемом материале присутствует большое число избыточных (по сравнению с равновесной концентрацией) вакансий. Если скорость подхода вакансий к дислокациям больше скорости их исчезновения на ступеньках, может, по-видимому, реализоваться процесс образования вакансионных облаков

Коттрелла вокруг дислокации [7]. Высокая концентрация точечных дефектов способна привести к существенному снижению энергии дефекта упаковки и сделать возможной реализацию механизма Коттрелла–Билби.

Когда с увеличением времени отжига концентрация вакансий уменьшается, наблюдается обратный процесс, в результате которого частичные дислокации переходят в более стабильные для ОЦК кристаллов полные дислокации. Этот процесс происходит с уничтожением дефекта упаковки.

Если следовать логике такого объяснения, скорость протекания указанных дислокационных перестроек должна существенным образом зависеть от величины энергии дефектов упаковки. В [8] показано, что для монокристаллов вольфрама в результате отжига при 2300°С образования „локальных“ дефектов в структуре субгрануц не наблюдалось, однако для молибдена, отожженного при той же гомологической температуре, „локальные“ дефекты существовали достаточное для их обнаружения и наблюдения время, и их средний размер составлял 0.1 μm .

Большое влияние на эти параметры должно оказывать и присутствие примеси, которая также может приводить к уменьшению энергии дефекта упаковки, и следует ожидать, что в чистом материале скорость процесса возрастает.

Значительное увеличение чистоты вольфрама (до $RRR = 200\,000$) приводит к такому увеличению скорости указанных дислокационных перестроек, что „локальные“ дефекты в эксперименте удается зафиксировать, лишь значительно снизив температуру отжига (до 2000°С).

Таким образом, проведенные исследования подтверждают сделанное в работе [3] предположение о дислокационном характере образований, названных „локальными“ дефектами.

Список литературы

- [1] Л.Н. Пронина, М.В. Баязитова, А.А. Мазилкин. ФТТ **38**, 3, 2701 (1993).
- [2] Л.Н. Пронина, И.М. Аристова, А.А. Мазилкин. Материаловедение **4**, 7 (1999).
- [3] Л.Н. Пронина, И.М. Аристова. ФТТ **35**, 10, 2701 (1993).
- [4] Дж. Хирт, И. Лоте. Теория дислокаций. Атомиздат, М. (1972). 600 с.
- [5] Я.Д. Вишняков. Дефекты упаковки в кристаллической структуре. Металлургия, М. (1970). 215 с.
- [6] C.S. Hartley. Acta Met. **14**, 9, 1193 (1966).
- [7] П. Кулон, Ж. Фридель. В сб.: Дислокации и механические свойства кристаллов. ИЛ, М. (1960). 367 с.
- [8] Л.Н. Пронина, А.А. Мазилкин, И.М. Аристова. ФТТ **40**, 3, 498 (1998).