

Исследование движения индивидуальных тройных стыков в алюминии

© С.Г. Протасова, В.Г. Сурсаева, Л.С. Швиндлерман

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

E-mail: sveta@issp.su.ac.ru

(Поступила в Редакцию 25 июля 2002 г.

В окончательной редакции 29 декабря 2002 г.)

Представлены результаты исследования подвижности индивидуальных тройных стыков в алюминии. Эксперименты проводились на тройных стыках с границами наклона для трех кристаллографических плоскостей: $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$. Полученные данные показывают, что при низких температурах подвижность системы границ зерен с тройным стыком контролируется подвижностью тройного стыка (стыковой кинетикой). При высоких температурах подвижность системы определяется подвижностью границ (граничной кинетикой). Существует температура перехода от стыковой кинетики к граничной. Эта температура определяется кристаллографическими параметрами образцов.

Несмотря на то, что тройные стыки наряду с границами зерен являются основными дефектами поликристаллов, интерес к их изучению возник сравнительно недавно. Между тем, имеющиеся в настоящее время данные указывают на различие в свойствах тройных стыков и составляющих их границ зерен. Так, например, показано [1], что коэффициент диффузии Zn по тройному стыку в Al на три порядка превышает коэффициент диффузии по прилегающим к нему границам зерен. Тройные стыки являются преимущественными местами коррозии в Ni [2]. Присутствие тройных стыков определяет и механические свойства материалов. Так, например, механические испытания тонких нитей, в которых отсутствуют тройные стыки („бамбуковая“ структура), показывают, что прочность их вдвое выше, чем у нитей, имеющих тройные стыки [3]. Отмечаются также и более низкая пластичность (в 3–10 раз, в зависимости от размера зерен) и почти вдвое более низкий фон внутреннего трения [4].

Теоретические предположения о влиянии тройных стыков на миграцию границ впервые были представлены в работе [5]. Скорость движения системы границ зерен с тройным стыком (рис. 1) определяется в соответствии с выражением

$$V = \frac{2\theta m_{GB}\sigma}{a}, \quad (1)$$

где θ — угол в вершине тройного стыка, m_{GB} — подвижность границ зерна, σ — поверхностное натяжение границы, a — ширина зерна. С другой стороны, скорость перемещения тройного стыка под действием движущейся силы $\sigma_{GB}(2 \cos \theta - 1)$ равна

$$V = m_{TJ}\sigma_{GB}(2 \cos \theta - 1), \quad (2)$$

где m_{TJ} — подвижность тройного стыка. Тогда величина равновесного угла θ для случая стационарного движения системы определяется как

$$\frac{2\theta}{2 \cos \theta - 1} = \frac{m_{TJ}a}{m_{GB}} = \Lambda. \quad (3)$$

Было показано [5], что для системы границ зерен с тройным стыком конфигурации, представленной на рис. 1, могут существовать два кинетических режима движения, на одном из которых подвижность системы определяется подвижностью тройного стыка, на другом — подвижностью границ, а безразмерный параметр Λ служит критерием перехода от одной кинетики к другой. При $\Lambda \ll 1$, угол $\theta \rightarrow 0$ и скорость движения системы контролируется подвижностью тройного стыка в соответствии с (1) (режим стыковой кинетики). Для $\Lambda \gg 1$ угол θ стремится к своему равновесному значению θ_{eq} . Скорость движения системы границ зерен с тройным стыком не зависит от подвижности тройного стыка и определяется лишь свойствами границ (уравнение (2), режим граничной кинетики).

Впервые экспериментальным подтверждением этого предположения стала работа по изучению подвижности индивидуальных тройных стыков в Zn [6]. В данной работе приведены результаты исследования миграции тройных стыков в алюминии.

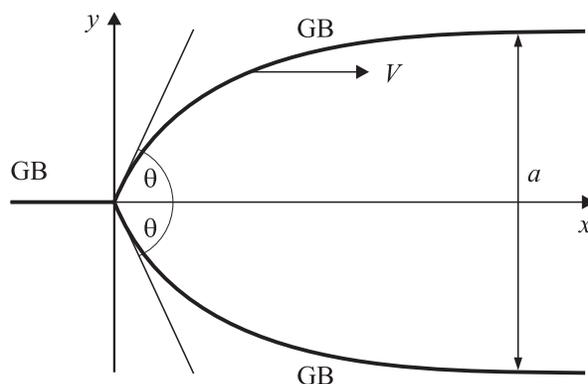


Рис. 1. Конфигурация границ в тройном стыке зерен при стационарном движении.

Кристаллографические, кинетические и термодинамические параметры тройных стыков

Образец	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5	№ 6	№ 7	№ 8	№ 9
GBI	21° <111>	20° <111>	20° <111>	22° <100>	12° <100>	37° <100>	12° <100>	27° <110>	44° <110>
GBII	18° <111>	25° <111>	10° <111>	28° <100>	25° <100>	25° <100>	37° <100>	22° <110>	29° <110>
GBIII	3° <111>	5° <111>	30° <111>	6° <100>	37° <100>	12° <100>	25° <100>	5° <110>	15° <110>
ΔT , °C	398–479	380–420	470–510	460–495	590–610	500–550	520–570	469–591	530–591
H_{GB} , eV	1.0		0.4		1.3		0.9	1.4	1.3
A_{GB} , m ² /s	0.03		$3.9 \cdot 10^{-6}$		0.5		$4.7 \cdot 10^{-4}$	2.3	0.4
H_{TJ} , eV	1.8	2.0		3.3		3.6	4.4	2.7	
A_{TJ} , m ² /s	$4.5 \cdot 10^4$	$1.8 \cdot 10^6$		$1.8 \cdot 10^{13}$		$9.8 \cdot 10^{14}$	$1.8 \cdot 10^{19}$	$1.3 \cdot 10^9$	

1. Методика

Исследования проводились на образцах особо чистого Al (99.999%), выращенных методом направленной кристаллизации в атмосфере аргона. Схематический вид образца представлен на рис. 2. Границы зерен перпендикулярны поверхности образца и являются границами наклона. Исследование движения тройных стыков проводилось в трех кристаллографических плоскостях: (100), (110) и (111). Определение разориентации соседних зерен осуществлялось с помощью метода Лауэ. Кристаллографические параметры образцов приведены в таблице.

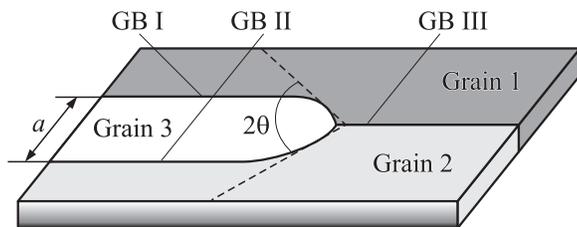


Рис. 2. Схематическое изображение образца с тройным стыком.

Для изучения характеристик миграции индивидуальных тройных стыков проводились последовательные высокотемпературные отжиги образцов и фиксировалось смещение тройного стыка во времени с помощью рентгеновской установки, созданной на основе метода непрерывного автоматического слежения за движением границ раздела в твердых телах [7].

Угол θ определялся по канавкам термического и химического травления с помощью оптического микроскопа (рис. 3). Перед последующим нагревом для измерения скорости миграции канавка на образце удалялась полировкой.

Для расчета Λ при движении системы границ зерен в образцах отношение σ_3/σ (σ — поверхностное натяжение границ GB I и GB II, σ_3 — поверхностное натяжение границы GB III) было определено, исходя из предположения, что при температурах, близких к точ-

ке плавления, угол θ достигает своего равновесного значения. Значение θ вблизи температуры плавления получено из следующего эксперимента. Образцы с тройными стыками отжигались при температуре $T = 655^\circ\text{C}$ (близкой к температуре плавления) в течение 5 min. Чтобы избежать полного исчезновения зерна между границами GB I и GB II, на образце была сделана надсечка (бороздка), как показано на рис. 4. После отжига образец быстро охладили, а положение границы и угол $2\theta \approx 2\theta_{\text{eq}}$ определили с помощью микроскопа [8]. Можно определить σ_3/σ и из литературных данных [9].

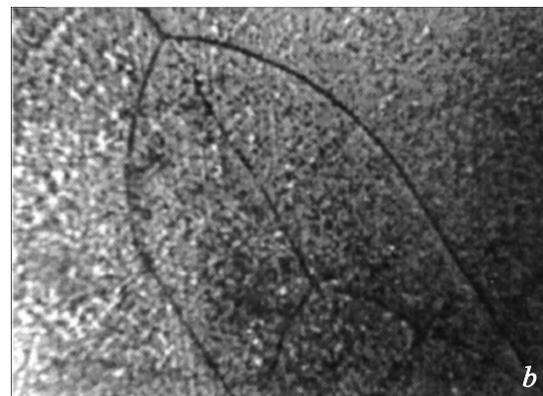
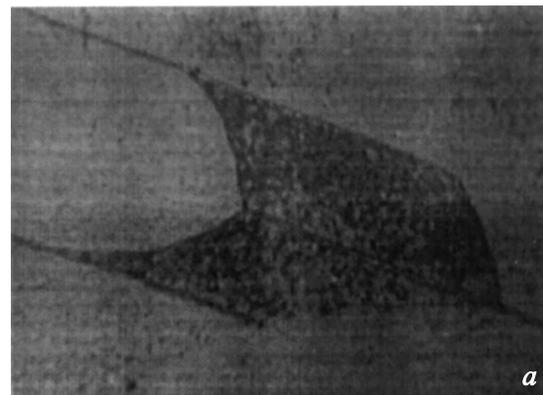


Рис. 3. Форма тройного стыка, полученная с помощью химического (a) и термического травления (b).

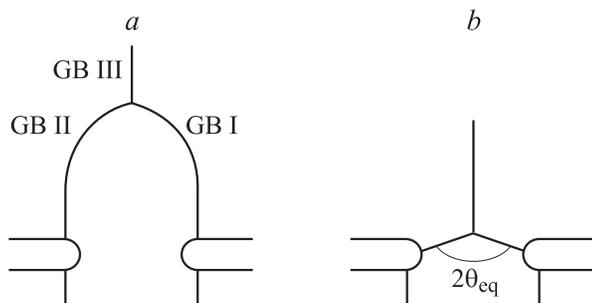


Рис. 4. Схема эксперимента для определения θ_{eq} . *a* — система границ зерен с тройным стыком (на боковых границах сделаны надсечки); *b* — та же система после отжига.

Подвижность системы границ зерен с тройным стыком рассчитывалась, исходя из экспериментально измеренных значений ее скорости движения, в соответствии с формулами [10]

$$A_{\text{GB}} \equiv \frac{V \cdot a}{2\theta} = m_{\text{GB}} \sigma_{\text{GB}} = A_{0\text{GB}} \exp\left(-\frac{H_{\text{GB}}}{kT}\right), \quad (4)$$

$$A_{\text{TJ}} \equiv \frac{V \cdot a}{2 \cos \theta - \sigma_3/\sigma} = m_{\text{TJ}} \sigma_{\text{GB}} a = A_{0\text{TJ}} \exp\left(-\frac{H_{\text{TJ}}}{kT}\right), \quad (5)$$

где A_{GB} и A_{TJ} — подвижности зерен и тройных стыков, H_{GB} и H_{TJ} — их энергии активации.

2. Результаты и обсуждение

На рис. 5 приведены температурные зависимости безразмерного параметра Λ для образцов № 1, 7, 8. Согласно подходу, предложенному в [5], по температурной зависимости параметра Λ можно выделить два режима движения системы границ с тройным стыком. При низких температурах (до 430°C для образца № 1, 530°C для образца № 7 и 510°C для образца № 8) значение параметра Λ достаточно мало и остается практически неизменным. Подвижность системы контролируется подвижностью тройного стыка (участок стыковой кинетики). Далее значение параметра Λ возрастает, и тройной стык начинает оказывать меньшее влияние на подвижность системы. На этом температурном участке подвижность системы определяется подвижностью границ зерен (участок граничной кинетики).

В соответствии с различными температурными участками для Λ рассчитаны подвижности системы границ зерен с тройным стыком (рис. 6). Линиями с темными символами показаны подвижности тройных стыков, демонстрирующих два режима движения (стыковой и граничной кинетики). Как видно из графиков, для трех кристаллографических систем характерны общие закономерности поведения: при низких температурах система границ зерен с тройным стыком движется с большими энергиями активации на участке стыковой кинетики, при высоких температурах эта система

движется с низкими значениями энергии активации на участке граничной кинетики. Дополнительно на графике нанесены подвижности тройных стыков с другими параметрами разориентации соседних зерен. Их движение изучалось в узких температурных интервалах (линии со светлыми символами). Однако, как видно из графиков, на высоко- и низкотемпературных участках системы демонстрируют подобное поведение: движение с высокой энергией активации на низкотемпературных участках и низкой энергией активации на высокотемпе-

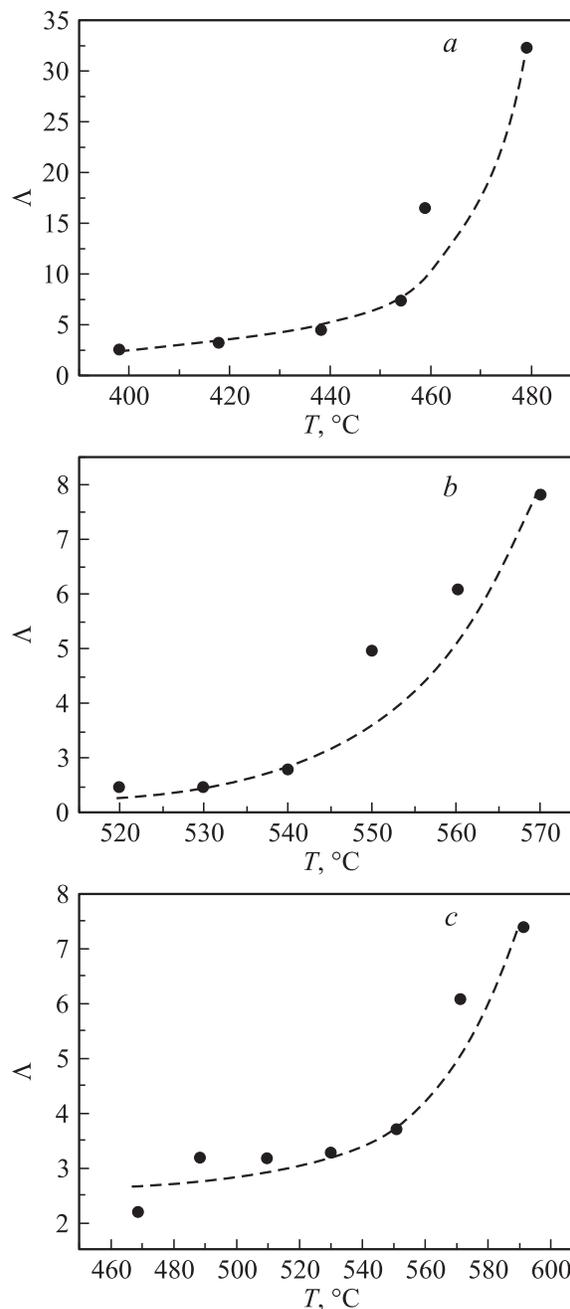


Рис. 5. Температурные зависимости безразмерного параметра Λ для тройного стыка. *a-c* — образцы № 1, 7, 8 соответственно (см. таблицу).

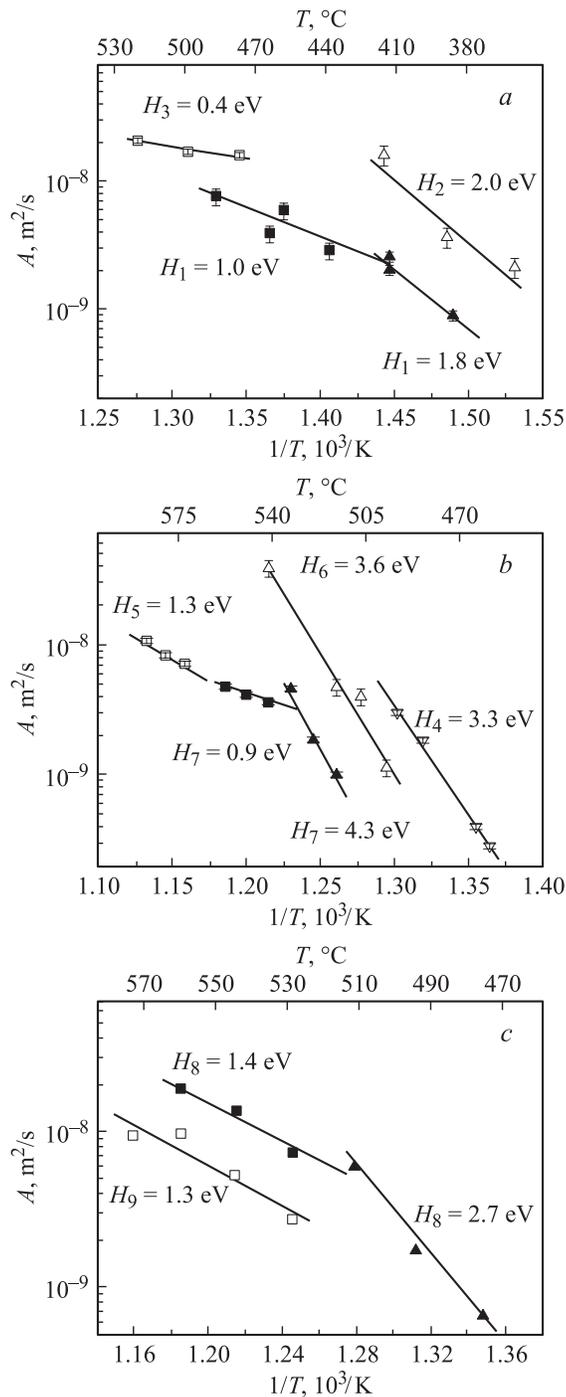


Рис. 6. Температурные зависимости подвижности тройного стыка в кристаллографических системах (111) (a), (100) (b) и (110) (c). H_1 – H_9 — значения энергии активации в образцах № 1–9 (см. таблицу). Для образцов № 1, 7, 8 приведены по два значения энергии активации, соответствующих низко- и высокотемпературным участкам зависимостей $H(T)$.

ратурном участке. Рассчитанные значения подвижности границ зерен (A_{0GB}) и то ройных стыков (A_{0TJ}), а также энергии активации (H_{0GB} и H_{0TJ} соответственно) приведены в таблице (ΔT означает температурный интервал отжига образцов).

Полученные результаты показали, что существуют два участка движения системы границ с тройным стыком в алюминии: при низких температурах стык оказывает тормозящее влияние на подвижность системы (участок стыковой кинетики), при высоких температурах подвижность системы определяется подвижностью границ зерен (участок граничной кинетики). Существует температура перехода от стыковой кинетики к граничной, которая определяется кристаллографическими параметрами образца.

Список литературы

- [1] A. Peterline, S. Peterline, O. Oreshina. Defect and Diffusion Forum **194-199**, 1265 (2001).
- [2] G. Palumbo, K.T. Aust. Scripta Met. Mater. **24**, 1771 (1990).
- [3] В.Б. Рабухин. Поверхность, физика, химия, механика **10**, 5 (1983).
- [4] В.Б. Рабухин. ФММ **55**, 1, 178 (1983).
- [5] А.В. Галина, В.Е. Фрадков, Л.С. Швиндлерман. ФММ **63**, 6, 1220 (1987).
- [6] U. Czubayko, V.G. Sursaeva, G. Gottstein, L.S. Shvindlerman. Acta Mater. **46**, 5863 (1998).
- [7] U. Gubayko, D. Molodov, B.-C. Petersen, G. Gottstein, L.S. Shvindlerman. Meas. Sci. Technol. **6**, 947 (1995).
- [8] S.G. Protasova, G. Gottstein, D.A. Molodov, V.G. Sursaeva, L.S. Shvindlerman. Acta Mater. **49**, 2519 (2001).
- [9] G. Hasson, C. Guox. Scripta Met. **5**, 889 (1971).
- [10] G. Gottstein, L.S. Shvindlerman. Grain Boundary Migration in Metals: Thermodynamics, Kinetics, Applications. CRC Press (1999).