

В. И. ИСАЙЧЕВ, Л. Н. ЛАРИКОВ

НОВЫЙ ТИП ВОЗВРАТА ПРИ ОТЖИГЕ ДЕФОРМИРОВАННЫХ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКОЙ КРИСТАЛЛОВ МОЛИБДЕНА

(Представлено академиком Г. В. Курдюмовым 1 IV 1975)

Исследование влияния возврата на структуру прокатки проводили на монокристаллическом молибдене, полученном электроннолучевой зонной плавкой, чистотой 99,98%. Из монокристаллов молибдена вырезали образцы в виде пластин толщиной 1 мм, ориентированные параллельно плоскости $\{112\}$ и $\{110\}$. Искривленный слой после разрезки удаляли электрополировкой в электролите, состоящем из серной кислоты и метилового спирта (соотношение 1:7) при плотности тока на образце ~ 7 а/см²; ориентировку образцов после удаления искривленного слоя контролировали рентгеновским методом обратной съемки по Лауэ.

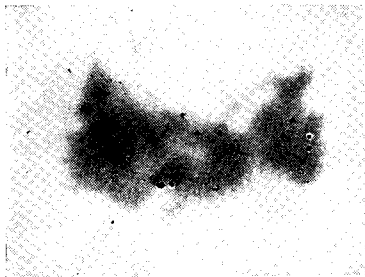


Рис. 1. Дифракционное пятно для деформированного прокаткой кристалла Мо, отожженного в интервале температур не выше 1500°

Деформацию прокаткой монокристаллических образцов молибдена осуществляли при комнатной температуре с суммарной степенью обжатия 20% за 150 проходов в следующих плоскостях и направлениях: $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$ и $\{110\}\langle 100\rangle$. Отжижки деформированных холодной прокаткой образцов молибдена проводили в вакууме не ниже 10^{-5} мм рт. ст. в интервале температур 800°—1800° С.

Микроструктурные исследования изменения субзеренной структуры деформированных монокристаллических образцов в процессе отжига осуществляли микрорентгенографически по методу Берга — Баррета (¹, ²), а также методом оптической микроскопии. Травление образцов проводили в том же электролите, что и для электрополировки при плотности тока на образце 0,5 а/см² или в травителе следующего состава: 32,7 г $K_3Fe(CN)_6 + 4,78$ г $NaOH + 103$ см³ H_2O . Взаимную разориентировку в процессе отжигов определяли по кривым двойного отражения по методу двукристального спектрометра (³).

При микрорентгенографировании и съемке кривых двойного отражения использовали монохроматизированное CuK_{α} -излучение. Рефлексы брэгговского отражения для плоскостей $\{112\}$ и $\{110\}$ составляют $\{112\}$ и $\{310\}$ соответственно.

Для выбранной геометрии деформации на эпиграммах образцов Мо $\{112\}\langle 111\rangle$ и $\{112\}\langle 110\rangle$ наблюдали образование четко выраженных полюсов астеризма в направлении $\langle 111\rangle$, а для образцов Мо $\{110\}\langle 100\rangle$ в направлении $\langle 100\rangle$. Это свидетельствует об образовании в процессе пластической деформации прокаткой избыточного количества дислокаций одного знака (⁴).

Отжиг в интервале температур 800—1500° деформированных образцов молибдена приводит к полигонизации, о чем свидетельствует расщепление размытых полюсов астеризма и формирование полигональной структуры (рис. 1). Происходит уменьшение размытия кривых двойного отра-

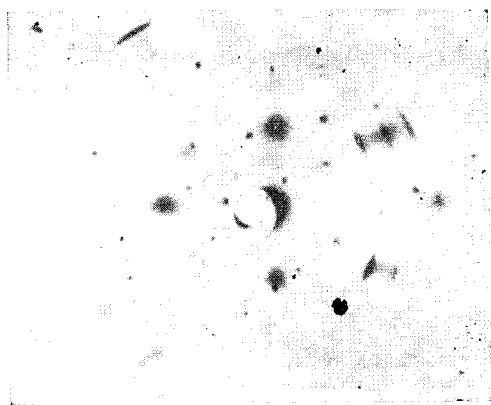


Рис. 2. Эпиграмма $\text{Mo } \{112\}\langle 110 \rangle$ после отжига при 1600° . Размытые дифракционные пятна — исходная ориентировка, четкие — ориентировка после поворота кристалла

жения без заметного увеличения разориентации образовавшихся субзерен.

В узком интервале температур ($1600-1800^\circ$) на полигонизацию накладывается новый процесс: изменение кристаллографической ориентации образцов с выходом на поверхность определенных кристаллографических граней (рис. 2).

Для образцов $\text{Mo } \{110\} \langle 100 \rangle$ параллельно поверхности располагаются грани $\{112\}$ или $\{123\}$, для образцов $\{112\} \langle 111 \rangle$ — кристаллографические грани $\{112\}$ или $\{110\}$, а для $\{112\} \langle 110 \rangle$ — $\{111\}$ или $\{100\}$.

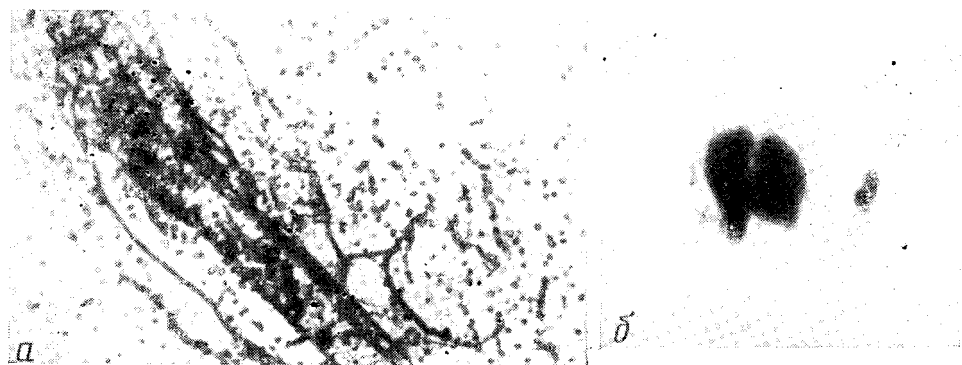


Рис. 3. Микроструктура ($25\times$) (а) и дифракционное пятно (б) монокристалла Mo , отожженного при 1800° и выдержке в течение 1 и 10 час. соответственно

При рекристаллизации также происходит образование новых неискаженных областей кристаллической решетки, ориентация которых сильно отличается от ориентации матрицы. Границей раздела между центром рекристаллизации и матрицей является высокоугольная граница, которая в процессе отжига перемещается по мере роста центра за счет матрицы. При микроструктурных исследованиях в процессе отжига деформированных образцов молибдена такая высокоугольная граница не обнаружена.

Поворот кристалла происходит в различных участках образца, разделенных матрицей с исходной кристаллографической ориентировкой. Эти участки образца слабо разориентированы между собой и имеют на поверхности кристаллографическую грань с одинаковыми индексами.

При дальнейшем отжиге процесс поворота кристалла осуществляется во всем образце и сопровождается уменьшением плотности дислокаций и исчезновением субграниц (рис. 3а), при этом наблюдаются следы поперечного скольжения в плоскостях $\{110\}$ и $\{112\}$ и направлении $\langle 111 \rangle$. Увеличение температуры отжига или времени выдержки способствует образованию относительно совершенных крупных фрагментов, разориентированных на углы от одного до нескольких градусов (рис. 3б).

Для выяснения механизма поворота кристалла представляет интерес сравнить его с уже известными стадиями возврата, включающими отдых и полигонизацию⁽⁵⁾. Процесс поворота кристалла не может быть отнесен к отдыху, поскольку отдых приводит к возврату физических свойств деформированных металлов без изменения микроструктуры или кристаллографической ориентации матрицы. Процесс полигонизации включает три стадии: формирование, рост и переориентацию субзерен в кристалле⁽⁶⁾. Формирование и переориентация отдельных субзерен без изменения размера и формы не могут быть связаны с наблюдаемым процессом. Не приводит к переориентации кристалла в целом и рост субзерен, например, путем коалесценции. Таким образом, обнаружен новый тип возврата, отличный от уже известных стадий разупрочнения.

Совокупность полученных результатов позволила заключить, что своеобразное поведение деформированных прокаткой образцов молибдена

в определенном температурном интервале связано с термически активированной подвижностью дислокаций.

Вычисленное из дислокационной подвижности отношение скоростей «краевая: винтовая компоненты дислокаций» при комнатной температуре составляет 40:1 для монокристаллического молибдена, деформированного растяжением ⁽⁷⁾. Поэтому пластически деформация молибдена при комнатной температуре осуществляется в основном за счет перемещения краевых компонент, которые тянут за собой винтовые компоненты дислокаций. Высокая подвижность краевых компонент дислокаций приводит к взаимной аннигиляции или выходу их из кристалла. Подобное явление наблюдали при растяжении монокристаллов Мо при комнатной температуре ⁽⁸⁾.

Увеличение температуры приводит к повышению подвижности винтовых компонент дислокаций. В определенном температурном интервале эти винтовые компоненты приобретают возможность перемещаться за счет внутренних напряжений. Вследствие высокой подвижности винтовых компонент при высокой температуре наблюдается понижение их плотности за счет аннигиляции при поперечном скольжении ⁽⁹⁾ или за счет выхода за пределы кристалла. В процессе перемещения винтовых компонент происходит образование вторичных краевых дислокаций, которые перестраиваются, создавая более совершенную фрагментированную структуру кристалла молибдена. Перемещение винтовых компонент дислокаций осуществляется за счет дальнедействующего поперечного скольжения. В работах ^(10, 11) предложен механизм такого скольжения, который заключается в непрерывно повторяющемся расщеплении винтовых компонентов дислокаций при их движении в одной или нескольких плоскостях систем скольжения {110} и {112}; при этом происходит поворот кристалла с выходом определенных кристаллографических граней на поверхность.

Следует отметить, что поворот кристалла может происходить и в ходе деформации при комнатной температуре, если внутренние напряжения в кристалле достигнут такого критического значения, при котором винтовые компоненты дислокаций смогут перемещаться наравне с краевыми компонентами дислокаций. В работе ⁽¹²⁾ при деформации прокаткой на 80% в плоскости {112} монокристаллов молибдена при комнатной температуре наблюдали такую переориентацию с выходом кристаллографических граней {100} и {111}.

Институт металлофизики
Академии наук УССР
Киев

Поступило
25 III 1975

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ C. S. Barrett, Trans. AIME, v. 161, 5 (1945). ² J. B. Newkirk, Trans. AIME, v. 215, 483 (1959). ³ А. Комптон, С. К. Алисон, Рентгеновские лучи. Теория и эксперимент, М.—Л., 1941. ⁴ Ж. Фридель, Дислокации, М., «Мир», 1947, стр. 490. ⁵ Л. Н. Ларионов, Физические основы прочности и пластичности металлов. Металлургиздат, 1963, стр. 225. ⁶ Л. Н. Ларионов, Сб. Металлофизика, в. 61, 3 (1975). ⁷ A. Lawley, H. L. Gaigher, Phil. Mag., v. 10, № 103 (1964). ⁸ A. Luft, J. Kaun, Phys. Stat. Sol., v. 37, № 2 (1970). ⁹ G. Taylor, Y. W. Christian, Phil. Mag., v. 15, № 137 (1967). ¹⁰ В. Витек, Актуальные вопросы теории дислокаций, М., «Мир», 1968, стр. 236. ¹¹ В. Витек, Ф. Кроуна, Актуальные вопросы теории дислокаций, М., «Мир», 1968, стр. 255. ¹² Н. В. Дубовицкая, Л. Н. Ларионов и др., Сб. Металлофизика, в. 48, 36 (1973).