

Вестник МОСКОВСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

№ 1 — 1972

М. И. ЗАХАРОВА, Г. Ф. КУЗНЕЦОВ

ВЛИЯНИЕ ВЕЛИЧИНЫ ДЕФОРМАЦИИ И ОРИЕНТАЦИИ КРИСТАЛЛОВ НА ПРОЦЕСС ПОЛИГОНИЗАЦИИ АЛЮМИНИЯ

Содержатся результаты экспериментального исследования полигонизации алюминия в зависимости от величины и ориентировки кристаллов.

Развитие дислокационных представлений и исследование дислокационной структуры поставило на новую основу изучение процессов, происходящих при отжиге холоднодеформированных металлов. Ранее считалось, что при нагреве холоднодеформированных металлов происходят только два процесса — отдых и рекристаллизация. Изучение изменений структуры при нагреве холоднодеформированных металлов методом электронной микроскопии и методом Гинье—Тенневина позволило кроме отдыха и рекристаллизации выявить еще один процесс, получивший название «полигонизация». Процесс полигонизации заключается в перераспределении дислокаций, приводящем к образованию субзерен-полигонов, свободных от дислокаций.

Механизм процесса полигонизации зависит от распределения дислокаций, возникающих в процессе пластической деформации кристаллов. При деформации г.ц.к. кристаллов наблюдаются три стадии деформации I, II и III. Каждая стадия деформации характеризуется определенной дислокационной структурой, и механизм процесса полигонизации при нагреве после деформации оказывается различным.

Если деформация кристаллов была в пределах стадии I, дислокации скапливаются в плоскостях одной действующей системы скольжения. При отжиге таких кристаллов краевые дислокации, поглощая вакансии, могут переползать в параллельные плоскости скольжения, выстраиваясь в энергетически более выгодные конфигурации стенок дислокаций. В результате полигонизации кристалл превращается в совокупность субзерен-блоков, взаимно разориентированных на малые углы [1—6].

Существенно иной механизм полигонизации имеет место при отжиге г.ц.к. металлов, деформируемых на стадии II и III, когда одновременно активизируется не менее двух систем скольжения и формируется так называемая ячеистая структура. Стенки ячеек, обладая полем дальнедействующих напряжений, являются термически нестабильными [7].

При отжиге в границах ячеек начинается перестраивание дислокаций [9, 8]. При этом дислокации, ранее имевшиеся в широких и рыхлых границах ячеек, будучи активированы отжигом, перестраиваются и, частично аннигилируя между собой и с дислокациями, выходящими из внутреннего объема ячеек, группируются в более узкие и четкие границы субзерен-полигонов [3, 10—14].

Таким образом, какой из механизмов полигонизации будет действовать при отжиге данного кристалла, зависит от геометрии и степени предшествующей деформации. Геометрия деформации в первую очередь будет определяться ориентировкой кристалла по отношению деформирующей силы.

Влияние величины деформации на полигонизацию

Зависимость полигонизации от величины деформации, прекращаемой на различных стадиях кривой упрочнения монокристаллов г. ц. к. металлов, изучалась в данной работе. Монокристаллы алюминия чистой 99,99% деформировались растяжением при 77°К. Для анализа структурных изменений применялся рентгеновский фокусирующий метод Гинье—Тенневина [8, 15—17]. Этот метод, регистрируя картину структурных изменений в целом, не позволяет, однако, изучать детали процессов, связанные с поведением отдельных дислокаций.

Размытие сфокусированных отражений при деформации на стадии I упрочнения и появление резко выраженной дискретности в распределении интенсивности по площади сфокусированных отражений от кристаллов, деформированных на стадии II упрочнения, явно указывают на процесс фрагментации кристаллической решетки, прошедшей в монокристаллах во время пластической деформации. С наступлением стадии II упрочнения степень фрагментации кристаллической решетки резко возрастает. Это обусловлено скольжением по нескольким системам.

На стадии III деформации продолжается дробление фрагментов кристаллической решетки и возрастание углов их взаимной разориентации. Такая же закономерность фрагментации решетки на стадии III отмечалась и в монокристаллах меди [18].

Как известно из ряда других работ [12—13], в алюминии при аналогичных условиях деформирования формируется ячеистая структура. Поэтому наблюдавшуюся фрагментацию кристаллической решетки, по-видимому, можно признать как формирование ячеистой структуры в этих кристаллах.

Перераспределение интенсивности по площади гиньеграмм, наблюдаемое при отжиге деформированных монокристаллов, и возникновение точечных или штриховых рефлексов является признаком прохождения полигонизации. Превращение точечных рефлексов в вытянутые штрихи с четкими контурами свидетельствует о росте размеров полигонов и возрастании степени совершенства их кристаллической решетки [17]. Скорость появления дискретных рефлексов на гиньеграмме может быть мерой скорости полигонизации.

Полигонизация в монокристаллах алюминия, деформированных в пределах стадий упрочнения I и II, происходит с заметной скоростью только при высокотемпературном (600—640°С) отжиге вблизи точки плавления. При этом процессы формирования и роста полигонов протекают одновременно с восстановлением степени совершенства их кристаллической решетки. Низкотемпературный отжиг (450°С) таких кристаллов не вызывает заметных структурных изменений.

Скорость прохождения полигонизации в монокристаллах, деформированных на стадии упрочнения I, меньше, чем в кристаллах той же исходной ориентировки, но деформированных в пределах стадии II.

В кристаллах алюминия, деформированных во всей области докритических деформаций [19, 20] на стадии упрочнения III, процесс полигонизации проходит с заметной скоростью уже при низкотемпературном (450°C) отжиге (рис. 1). В кристаллах некоторых ориентировок

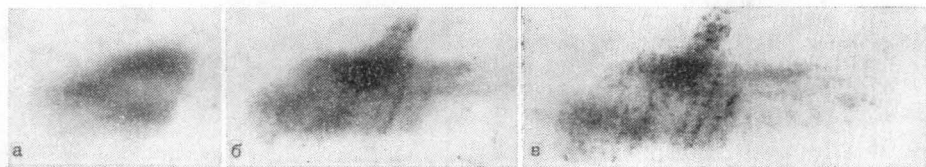


Рис. 1. Отражение от плоскости 111 монокристалла алюминия (по методу Гинье—Тенневина): *а* — после деформации растяжением на 20% при -196°C , *б* — после отжига деформированного кристалла алюминия 2 часа при 450°C ; *в* — после отжига 70 час при 450°C ($\times 3$)

низкотемпературная полигонизация наблюдалась непосредственно после деформации на конечном участке II стадии упрочнения.

При увеличении степени деформации во всей области докритических деформаций на стадии упрочнения III скорость полигонизации возрастает. Последующий высокотемпературный отжиг этих же кристаллов приводит к усилению контрастности точечных рефлексов и постепенному превращению точечных рефлексов в вытянутые штрихи.

Таким образом, при изучении зависимости полигонизации от величины предварительной деформации, прекращаемой на различных стадиях кривой упрочнения, было зарегистрировано повышение скорости полигонизации с ростом степени деформирования [21—22].

Измельчение фрагментов деформации (ячеек) и возрастание их углов взаимной разориентации, происходящие на III стадии деформации монокристаллов алюминия, по-видимому, настолько благоприятны для формирования и роста субзерен посредством полигонизации на основе ячеистой структуры, что эти процессы протекают весьма интенсивно уже при низкотемпературном отжиге.

Поскольку на гиньеграммах монокристаллов при низкотемпературном отжиге появляются участки повышенной интенсивности с размытыми контурами, которые лишь впоследствии при высокотемпературном отжиге превращаются в четкие рефлексы, то это означает, что формирование полигональных субграниц и рост полигонов опережают процесс восстановления степени совершенства кристаллической решетки этих полигонов. Иными словами, дислокации в рыхлых границах ячеек (фрагментов деформации) при отжиге успевают перестраиваться в четкие субграницы раньше, чем дислокации, имевшиеся внутри объема ячеек, выйдут к их границам.

В кристаллах алюминия, деформированных на I стадии упрочнения, полигонизация при отжиге может происходить посредством механизма классической полигонизации [1—6], тогда как в кристаллах, деформированных на II и III стадиях упрочнения, возможно протекание полигонизации на основе ячеистой структуры [3, 8, 9, 22].

Внешнее напряжение, прилагаемое к кристаллам во время их отжига, очень сильно ускоряет процесс полигонизации в металлах [23].

Это относится ко всем способам пластической деформации, если они осуществляются при достаточно высоких температурах. В монокристаллах алюминия, деформированных растяжением на 75% при 630°C, процесс полигонизации (рис. 2) полностью заканчивается в процессе

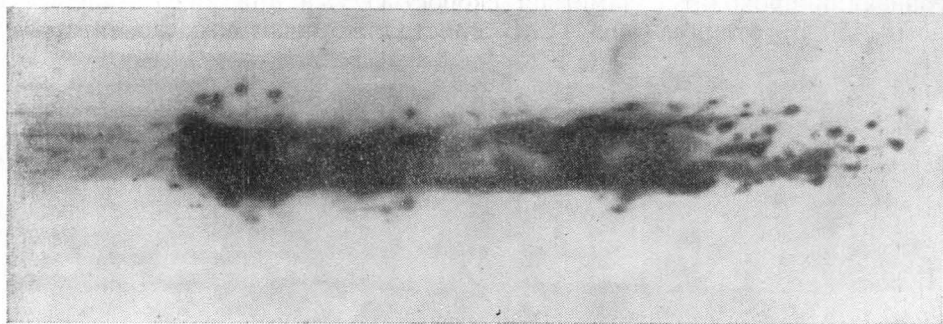


Рис. 2. Отражение 111 после 36% деформации при 625°C (по методу Гинье—Тенневина)

деформирования [24]. Деформирование кристаллов алюминия при более низких температурах (150—250°C) обеспечивает формирование лишь сегментов незамкнутых полигональных субграниц во время растяжения.

Влияние ориентации кристаллов на процесс полигонизации

Имеющиеся в литературе сведения по ориентационной зависимости полигонизации весьма неполны и противоречивы. Так, в [25] отмечалось, что в монокристаллах алюминия с ориентацией $\langle 013 \rangle$, деформированных растяжением на 5—10%, наблюдается аномальный рост блоков полигонизации до размеров 3—4 мм. В кристаллах с ориентацией оси растяжения вблизи $\langle 001 \rangle$ блоки полигонизации растут до значительно меньшей величины.

В монокристаллах кремнистого железа [26] при отжиге субзерна раньше формируются в кристаллах, ориентированных при прокате (111) [112], по сравнению с кристаллами с ориентацией (110) [001].

В монокристаллах кремния [27] и α -латуни [28], ориентированных благоприятно для скольжения по одной системе плоскостей при изгибе, во время последующего отжига наблюдалась четкая полигонизация. При ориентации кристаллов, обеспечивающей пластические сдвиги по двум пересекающимся системам плоскостей скольжения, полигонизация при отжиге отсутствовала.

В данной работе изучалась полигонизация монокристаллов алюминия 99,99% различной кристаллографической ориентации [29]. Деформирование производили либо посредством изгиба по радиусу 30 мм с последующим выпрямлением на плоскости, либо одноосным растяжением. Ориентация большей оси плоских монокристаллов указана точками на основном стереографическом треугольнике (рис. 3). Точки 1—2 соответствуют кристаллам, деформированным изгибом при комнатной температуре, остальные растяжению при 77°К.

Как видно из картины линий скольжения, пластические сдвиги в изогнутых монокристаллах алюминия независимо от ориентации происходили не менее чем по трем пересекающимся системам плоскостей

скольжения. В отличие от результатов исследования кремния [27] и α -латуни [28], полигонизация при отжиге изогнутых кристаллов алюминия успешно прошла во всех случаях, несмотря на множественность скольжения во время предшествующей деформации изгибом.

Дискретность в распределении интенсивности на сфокусированных отражениях кристалла 2 появляется при меньшем времени отжига при 450°C , чем для кристалла 1 с иной ориентацией нейтральной оси (рис. 3).

Дальнейший отжиг тех же изогнутых кристаллов при 630°C в течение 45 час привел к формированию более четких полигонов в кристалле 2 по сравнению с кристаллом 1. Это следует из того, что почти равномерный фон почернения на гиньеграмме (111) после изгиба кристалла 2 в процессе отжига превратился в совокупность четких штриховых рефлексов, тогда как на гиньеграмме кристалла 1 наряду со штриховыми рефлексами (стрелка 1 рис. 4, а) наблюдается также и множество мелких бесформенных рефлексов (стрелка 2 рис. 4, а). Наличие мелких бесформенных рефлексов на гиньеграмме кристалла 1

указывает, что в этом кристалле еще не у всех субзерен закончилось формирование субгранц. Это подтверждается рис. 4, б, где ямки травления не полностью очерчивают субзерна и располагаются по отдельным сегментам субгранц.

Таким образом, скорость полигонизации при отжиге изогнутых монокристаллов алюминия зависит от ориентации нейтральной оси. В кристалле 2 скорость полигонизации больше, чем в кристалле 1.

С целью изучения ориентационной зависимости полигонизации при отжиге после деформации растяжением монокристаллы алюминия деформировались на 10% при 77°K . Ориентация оси растяжения изученных кристаллов помечена цифрами 3—8 на рис. 3.

На гиньеграммах (111) большинства таких кристаллов непосредственно после пластической деформации наблюдается область почти равномерной интенсивности, созданная полихроматическим излучением. На участке, созданном характеристическим K_α -излучением, обнаруживается некоторая неравномерность в распределении интенсивности.

После отжига при 450°C в течение 0,5 час на гиньеграммах кристаллов 3 и 4 начинается перераспределение интенсивности прежде всего на участке, обусловленном отражением K_α -излучения. При этом появляются точечные рефлексы, что определенно указывает на прохождение процесса полигонизации. Отжиг в течение 4 час при этой же температуре приводит к увеличению четкости точечных рефлексов.

Для кристаллов 5—7 после 4 час отжига при 450° изменения на гиньеграммах подобны тем, которые наблюдались в кристаллах 3—4 после 0,5 час отжига. В кристалле 8 зарегистрированы заметные изменения на гиньеграмме только после 20 час отжига при 450°C . Следует отметить, что кристалл 8 в процессе предшествующей пластической

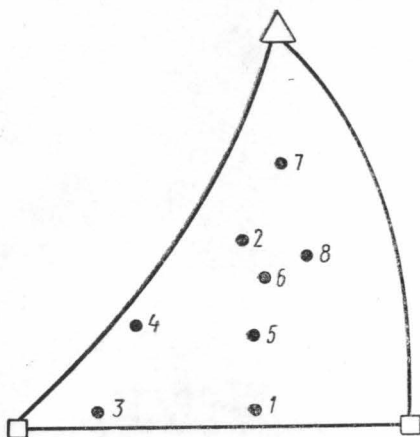


Рис. 3. Ориентация оси растяжения (нейтральной оси при изгибе) монокристаллов алюминия

деформации растяжением разбился на очень крупные взаимно разориентированные фрагменты, тогда как, судя по гиньеграммам, кристаллы 5—7 дробились на фрагменты значительно меньшей величины.

Таким образом, результаты сообщаемой работы показывают, что есть основания говорить о существовании ориентационного эффекта полигонизации. Ориентационный эффект полигонизации, по крайней ме-

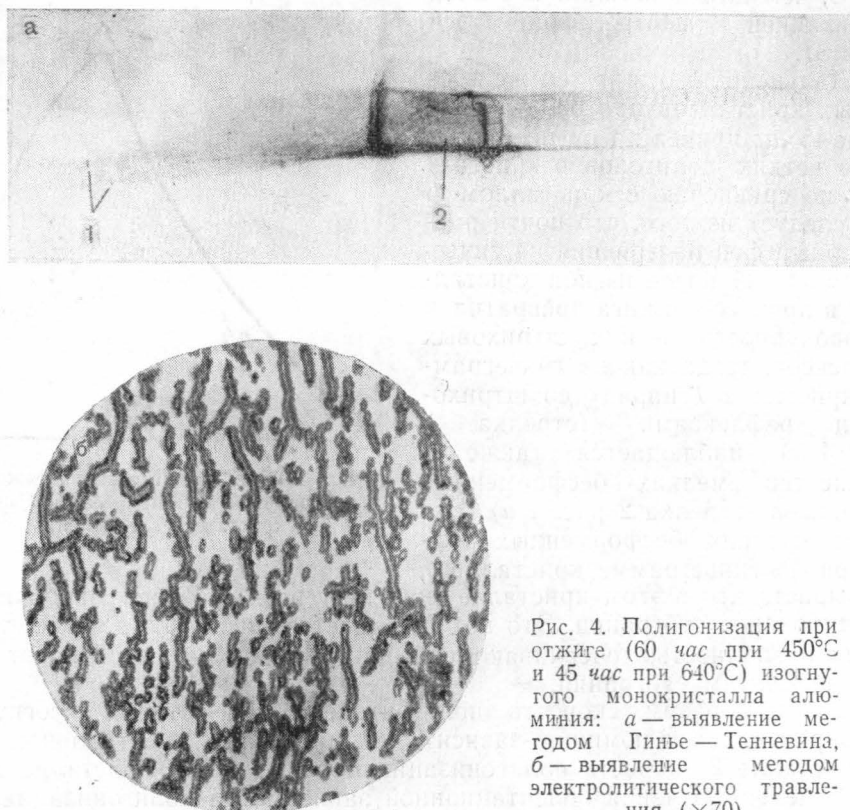


Рис. 4. Полигонизация при отжиге (60 час при 450°C и 45 час при 640°C) изогнутого монокристалла алюминия: а — выявление методом Гинье — Тенневина, б — выявление методом электролитического травления ($\times 70$)

ре в монокристаллах алюминия, проявляется не в альтернативе — идет полигонизация или не идет. Он проявляется скорее всего в изменении скорости процессов полигонизации в зависимости от кристаллографической ориентации кристаллов.

Зависимость скорости полигонизации от ориентации монокристаллов относительно деформирующей силы можно интерпретировать, исходя из обнаруженной [30] зависимости плотности дислокаций от ориентации оси растяжения при фиксированной степени деформации. Оказалось, что в монокристаллах алюминия, ориентация оси растяжения которых близка к направлению 111, плотность дислокаций возрастает от 6×10^{10} до 2×10^{11} $см^{-2}$ в интервале деформаций сдвига 0,1—0,3, тогда как для кристаллов с ориентацией оси растяжения в центре основного стереографического треугольника плотность дислокаций увеличивается лишь от 2×10^{10} до 8×10^{10} при тех же условиях.

В заключение следует указать на высокую стабильность полигонизованной структуры кристаллов [31, 21, 24]. Полигонизованный кристалл не утрачивает своего состояния даже при длительных отжигах вблизи температуры плавления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Коттрелл А. Х. «Успехи физических наук», **46**, 179, 1962.
2. Mott N. F. Proc. Phys. Soc., **64B**, 729, 1951.
3. Усиков М. П., Утевский Л. М. «Проблемы металловедения и физики металлов», **8**, сб. трудов ЦНИИЧермет, вып. 36, 77, 1964.
4. Форти А. Дж. Непосредственное наблюдение дислокаций в кристаллах. М., Металлургиздат, 1956.
5. Хиббард У. Р., Дани К. Дж. Сб. «Ползучесть и возраст». М., «Мир», 1961, стр. 62.
6. Лариков Л. Н. Сб. «Физические основы прочности и пластичности металлов». М., Metallurgizdat, 1963.
7. Li J. C. M. Electron Microscopy and Strength of Crystals, ed. Thoms G. and Washburn J., Intersciens, 713, 1963.
8. Хирш П. Б. «Успехи физических наук», **3**, 283, 1960.
9. Кан Р. В. «Физическое металловедение», вып. 3, 388, 1968.
10. Votava E. Acta Metal., **9**, 870, 1961.
11. Дубовицкий Н. В., Лариков Л. Н., Юрченко Ю. Ф. «Физика металлов и металловедение», **25**, № 3, 513, 1968.
12. Weissmann S., Imura T., Hosakawa N. Recovery and Recrystallization of Metals, Symposium, N. Y., 241, 1962.
13. Swann P. R. Electron Microscopy and Strength of Crystals, N. Y., Intersciens, 131, 1963.
14. Lytton J. N., Westmacott K. H., Potter L. C. Trans. Metal. Soc. AIME, **233**, 1757, 1965.
15. Guinier A., Tennevin J. Acta Cryst., **1**, 188, 1948; 1948, **3**, 133, 1949.
16. Захарова М. И., Хатанова Н. А. «Заводская лаборатория», **6**, 721, 1964.
17. Захарова М. И., Кузнецов Г. Ф. Сб. «Аппаратура и методы рентгеновского анализа». Л., вып. 4, 71, 1969.
18. Howie A., Direct Observation of Lattice Defects in Crystals, Intersciens, N. Y.—L., 1962, p. 283.
19. Захарова М. И., Кузнецов Г. Ф. ДАН СССР, **159**, № 1, 1964.
20. Захарова М. И., Кузнецов Г. Ф. «Изв. АН СССР», металлы, № 6, 102, 1967.
21. Захарова М. И., Кузнецов Г. Ф. «Физика металлов и металловедение», **18**, № 2, 277, 1964.
22. Захарова М. И., Кузнецов Г. Ф. «Изв. вузов», физика, № 3, 37, 1968.
23. Wood W. A., Suiter J. W., J. Inst. Metals., **80**, 501, 1952.
24. Захарова М. И., Егоров Ю. С. «Физика металлов и металловедение», **25**, № 1, 158, 1968.
25. Lesbats P., Montuelle J. 4 Colloq. metallurg. prop. joint Saclay, 1960», Paris, **29**, 1961.
26. Hsan Hu. Trans. Metal. Soc. AIME, **230**, 572, 1964.
27. Фогель. Сб. «Несовершенства в кристаллах полупроводников. М., «Мир», 1964, стр. 125.
28. Jmaguty Nyrojky, Oe Buuturi, **34**, 28, 1965.
29. Кузнецов Г. Ф. VI научная конференция по проблеме прочности и пластичности, тезисы. Л., 1969, стр. 156.
30. Wolfenden A., Appleton A. Acta Metal., **16**, 915—925, 1968.
31. Guinier A., Tennevin J. Progr. Metal. Phys., **2**, 177, 1950.

Поступила в редакцию
17.9 1970 г.

Кафедра
магнетизма