

ВЛИЯНИЕ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛЗУЧЕСТИ НИОБИЯ В ОБЛАСТИ ТЕМПЕРАТУР 77...300 К

Е.В. Карасева, А.В. Мац, В.И. Соколенко

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
г.Харьков, Украина; E-mail: vsokol@kipt.kharkov.ua*

Изучены изменения структуры, электросопротивления и характеристик ползучести при 77 и 300 К отожженного ниобия и предварительно деформированного волочением на 80 % при 77 К. Показано, что в процессе низкотемпературной ползучести металла с сильноискаженными фрагментированными структурами наблюдается переход от логарифмической ползучести к ползучести с возвратом. Показано, что на участке логарифмической ползучести деформация ниобия осуществляется с помощью процессов, характерных для механизмов истощения дислокаций. Изменение механизма пластической деформации не зависит от способа получения сильноискаженной структуры. Определяющую роль играет формирование ансамблей одноименных дислокаций, в результате коллективного взаимодействия и движения которых на определенных этапах пластической деформации образуются границы дислокационно-дисклинационного происхождения.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время известно, что особенности протекания пластической деформации в условиях ползучести определяются не только температурой испытания и действующим напряжением, но и структурным состоянием материала (составом примесей, плотностью и характером распределения дислокаций, размером зерен и состоянием их границ и т.д.) и его изменением под действием внешних факторов [1-3].

Изучение особенностей формирования дефектной структуры в процессе ползучести позволяет сделать более обоснованные выводы о связи процессов активированного пластического течения со структурными элементами материала. Особенно важным это становится при изучении особенностей пластической деформации сильноискаженных систем при высокой плотности дефектов.

В настоящей работе в интервале температур 77...300 К исследована ползучесть и активационные параметры пластической деформации ниобия в исходном отожженном состоянии и после сильной деформации волочением, а также проанализирована их связь со структурным состоянием материала.

1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Объектом исследования служил ниобий чистотой 99,9%. Исследовались образцы, отожженные при 1700 К в течение 1 ч, и деформированные волочением на 80% при 77 К.

Испытания на ползучесть проводили в режиме ступенчатого нагружения при температуре 77 и 300 К, точность измерения составляла $\sim 2 \cdot 10^{-5}$ см. Измерение электросопротивления в процессе ползучести производили с помощью компенсационной схемы. Погрешность определения удельного электросопротивления составляла ± 3 %. Активационные параметры определяли по дифференциальным методикам, описанным в работе [4].

Электронно-микроскопические исследования дефектной структуры ниобия после ползучести осуществляли на микроскопе ЭМВ-100БР.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Обработка первичных экспериментальных данных показала, что практически во всем исследованном интервале напряжений при обеих температурах ползучесть ниобия описывается логарифмическим законом, однако при напряжениях вблизи предела прочности ($\sigma \sim 0,95\sigma_B$) наблюдается переход к степенному закону ползучести. На участке логарифмической ползучести удельное электросопротивление материала увеличивается с деформацией, что свидетельствует о росте общей концентрации дефектов кристаллической решетки и характерно для механизмов упрочнения в процессе пластического течения [1]. При напряжениях, близких к пределу прочности, где наблюдается изменение закона ползучести, удельное электросопротивление материала уменьшается в процессе деформирования. Это может быть связано с перераспределением дефектов кристаллической решетки и изменением механизма пластической деформации.

В процессе ползучести были определены и рассчитаны активационный объем, энергия активации, а также полная энергия активации, которая характеризует величину барьеров, контролирующих пластическое течение ниобия в процессе ползучести. Изучены зависимости активационных параметров от температуры и приложенного напряжения.

Полученные в настоящей работе значения активационного объема ($V \sim 0,2 \cdot 10^{-21} \text{ см}^3$) и полной энергии активации ($U_0 \sim 0,3 \text{ эВ}$), а также тот факт, что обе эти величины уменьшаются с ростом напряжения при $T=77 \text{ К}$ позволяют сделать вывод о природе препятствий, контролирующих процесс скольжения дислокаций при этой температуре. Представляется, что в этих условиях активированное движение дислокаций может контролироваться преодолением барьеров Пайерлса-Набарро, примесей и точечных дефектов [4,5]. При 300 К возрастает роль барьеров с более высокой энергией ($U_0 \sim 1 \text{ эВ}$), например, дислокаций, вклад которых определяется их плотностью и распределением, зависящим от приложенного напряжения. Необходимо отметить, что при этой температуре наблюдается такая же зависимость активационных параметров от напряжения, как и при 77 К. Это позволяет заключить, что при 300 К процессы дислокационного взаимодействия в основном контролируют пластическое течение материала.

Электронно-микроскопическое изучение структуры ниобия показало, что на начальных этапах деформирования наблюдается относительно однородное распределение дислокаций внутри зерен и повышенная концентрация последних в приграничных аккомодационных зонах (плотность $\sim 2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$) (рис.1). С ростом деформации в некоторых зернах начинают формироваться протяженные дислокационные образования, а также мощные, плотностью $\sim 9 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, дислокационные скопления у межзеренных границ и их стыков. При напряжениях, близких к пределу прочности, видны сформировавшиеся дислокационные границы и их замкнутые конфигурации.

Таким образом, в процессе ступенчатого нагружения дефектность структуры возрастает и при напряжениях вблизи предела прочности в структуре имеется достаточное количество элементов, характерных для сильноискаженных систем. На процессы их формирования в условиях усиления междислокационного взаи-

модействия большое влияние оказывает увеличение подвижности дислокаций за счет поперечного скольжения, что может быть в данном случае основным механизмом релаксации напряжений. Достаточный уровень поперечного скольжения, которому способствует низкая скорость деформирования в условиях ползучести, приводит к активизации процессов аннигиляции разноименных дислокаций и их поляризации. Можно предположить, что при напряжениях, близких к пределу прочности, коллективные процессы становятся преобладающей модой пластической деформации, и на макроуровне это проявляется в изменении характера пластического течения материала.

Для проверки этого предположения и более тщательного изучения особенностей деформирования сильноискаженных структур была исследована ползучесть ниобия, предварительно деформированного волочением на 80 % при 77 К.

Структурные исследования ниобия после волочения свидетельствуют, что часть объема материала наряду с дислокациями, плотностью $\sim (5 \dots 7) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, занимают границы дислокационно-дисклинационного происхождения, вытянутые вдоль направления волочения (рис.2,а). Разориентировка разделяемых ими фрагментов составляет $\sim 8 \dots 9,5^\circ$, а расстояние между ними $\sim 0,12 \dots 0,3 \text{ мкм}$.

Ползучесть материала с заранее созданной сильноискаженной структурой только при напряжениях вблизи предела текучести подчиняется логарифмическому закону, а при дальнейшем росте напряжения наблюдается увеличение скорости ползучести и изменение закона ползучести на степенной. При этом удельное электросопротивление уменьшается на всех этапах деформирования.

Анализ значений полученных активационных параметров и их зависимостей от напряжения и температуры позволяет сделать вывод о том, что в условиях высокой искаженности кристаллической решетки при 77 К пластическая деформация контролируется низкоэнергетичными препятствиями, в частности, барьерами Пайерлса-Набарро. При 300 К барьерами, контролирующими скольжение дислокаций, могут быть примеси, точечные дефекты и дислокации, однако основной вклад в деформацию вносят механизмы дислокационного взаимодействия.



Рис. 2. Структура ниобия после деформации волочением на 80% при 77 К (а) и последующей деформации ползучести $\varepsilon \sim 1\%$ при 77 К (б) ($\times 25000$)
 Рис. 1. Структура ниобия после ползучести при $T=77 \text{ К}$: а - $\varepsilon=0,5\%$, б - $\varepsilon=3\%$ ($\times 25000$)

После деформации ползучести ($\epsilon \sim 1\%$) плотность хаотично распределенных дислокаций резко уменьшается (см. рис. 2,б). Формируются плотные образования дислокаций одного знака, создающие большой градиент локальных внутренних напряжений, о чем свидетельствует появление узких изгибных контуров, характерных для микроучастков с очень малым радиусом кривизны кристаллической решетки, т.е. происходит перераспределение дефектов, что приводит к микролокализации деформации.

Представляется, что на начальных этапах деформации осуществляется за счет подвижности индивидуальных дислокаций, не связанных в упорядоченные ансамбли, плотность которых уменьшается с ростом напряжения. Вместе с тем на участке логарифмической ползучести электросопротивление материала уменьшается. Это позволяет заключить, что процессы генерации дислокаций в условиях сильного искажения структуры резко ограничены вследствие блокирования источников дислокаций полями внутренних напряжений. Наблюдаемая логарифмическая ползучесть осуществляется за счет движения и перераспределения дислокаций, внесенных в процессе предварительной деформации и находящихся внутри фрагментов, однако эта мода пластичности быстро исчерпывается. По сути при низкотемпературной ползучести ниобия с высокодефектной структурой при напряжениях, превышающих предел текучести, действует механизм истощения дислокаций [6].

Дальнейшее пластическое течение, соответствующее участку степенной ползучести, определяется соотношением вкладов двух механизмов. С одной стороны, в процессе деформации действует механизм упрочнения, обусловленный ростом внутренних напряжений вблизи формирующихся новых препятствий для движения дислокаций. С другой стороны, увеличение скорости ползучести свидетельствует о наличии процесса релаксации напряжений, основным механизмом которого может быть поперечное скольжение дислокаций. Развитие поперечного скольжения приводит к аннигиляции разноименных дислокаций и активизации процессов коллективного движения дислокационных ансамблей, что сопровождается снижением средней плотности дислокаций и уменьшением удельного электросопротивления материала.

ВЫВОДЫ

Изучены изменения структуры, электросопротивления и характеристик ползучести при 77 и 300 К по-

ликристаллического ниобия отожженного и после больших пластических деформаций низкотемпературным волочением. Показано, что при обеих температурах в процессе ползучести материала с сильно искаженными фрагментированными структурами наблюдается переход от логарифмической ползучести к ползучести с возвратом, при этом удельное электросопротивление материала уменьшается.

Показано, что на участке логарифмической ползучести при напряжениях выше предела текучести вследствие затруднения работы источников дислокаций деформация осуществляется с помощью процессов, характерных для механизмов истощения дислокаций.

Установлено, что изменение механизма пластической деформации ниобия, т.е. переход к ползучести с возвратом, не зависит от способа получения сильноискаженной структуры. Определяющую роль играет формирование ансамблей одноименных дислокаций, в результате коллективного взаимодействия и движения которых на определенных этапах пластической деформации образуются границы дислокационно-дисклиниционного происхождения.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.К.Аксенов, И.А.Гиндин, Е.В.Карасева, Я.Д.Стародубов. Изменение дефектной структуры и деформационное упрочнение в процессе ползучести циркония при 77 К // *Физика металлов и металловедение*. 1983, т.56, в.4, с.801-806.
2. В.К.Аксенов, О.И.Волчок, А.В.Мац, Я.Д.Стародубов. Особенности структуры и механических свойств ванадия после больших низкотемпературных деформаций волочением // *Физика низких температур*. 1995, т.21, №12, с.1246-1253.
3. В.К.Аксенов, О.И.Волчок, Е.В.Карасева, Я.Д.Стародубов. Особенности низкотемпературной ползучести сплава Nb-Ti после больших пластических деформаций при 77 К // *Физика низких температур*. 2004, т.30, №4, с.458-462.
4. А.Ивенс, Р.Роулингс. *Термически активированные процессы в кристаллах*. М.: «Мир», 1973, с.208.
5. Ж.Фридель. *Дислокации*. М.: «Мир», 1967, с.643.
6. И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, Е.В.Карасева, О.В.Черный. Ползучесть сверхпроводящего сплава Nb-50 при 4,2 и 77 К // *Вопросы атомной науки и техники. Серия "Общая и ядерная физика"*. 1987, в.2(8), с.34-36.

ВПЛИВ ДЕФЕКТНОЇ СТРУКТУРИ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОВЗУЧОСТІ НІОБІУ В ОБЛАСТІ ТЕМПЕРАТУР 77...300 К

Є.В. Карасьова, А.В. Мац, В.І. Соколенко

Вивчені зміни структури, електроопору і характеристик повзучості при 77 і 300 К випаленого ніобію і заздалегідь деформованого волочінням на 80 % при 77 К. Показано, що в процесі низькотемпературної повзучості металу з сильно перекрученими фрагментованими структурами спостерігається перехід від логарифмічної повзучості до повзучості з повертанням. На стадії логарифмічної повзучості при напруженнях вище межі текучості деформація заздалегідь деформованого ніобію здійснюється завдяки процесам, характерним для механізмів виснаження дислокацій. Зміна механізму пластичної деформації не залежить від способу отримання сильно перекрученої структури. Визначаючи роль грає формування ансамблів однойменних дислокацій, в результаті колективної взаємодії і руху яких на визначених етапах пластичної деформації утворюються границі дислокаційно-дисклінаційного походження.

INFLUENCE OF FAULED STRUCTURE ON CREEP CHARACTERISTICS OF NIOBIUM IN THE TEMPERATURE RANGE 77...300 K

E.V. Karaseva, A.V. Mats, V.I. Sokolenko

Changes of structure, electrical resistivity and creep characteristics of annealed niobium and niobium preliminary strained by drawing on 80 % at 77 K are investigated at 77 and 300 K. It is shown that in the process of low temperature creep of metal with heavily distorted fragmentation structures the transition from logarithmic creep to recovery creep is observed. Deformation of preliminary strained niobium on a stage of logarithmic creep at strengths above yield stress is carried out by the processes, characteristic for mechanisms of an exhaustion of dislocation. Change of the mechanism of plastic deformation does not depend on highly distorted structure formation. The main contribution is due to formation of ensembles of the same dislocations. As a result of its collective interaction and movement at various stages of plastic deformation the borders of dislocation and disclination types are formed.