

ПОВЕДЕНИЕ ЭЛЕКТРООСАЖДЕННЫХ ГЦК-МЕТАЛЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДЕФЕКТЫ ДИСКЛИНАЦИОННОГО ТИПА, В СИЛОВЫХ ПОЛЯХ

А.А. Викарчук, А.Ю. Крылов

Тольяттинский политехнический институт,
г. Тольятти, ул. Белорусская 48,
kay@vaz.ru

С помощью метода электронной микроскопии исследовались электроосажденные покрытия ГЦК-металлов. Показано, что такие покрытия содержат дефекты дисклинационного типа (оборванные границы, диполи дисклинаций и полосы разориентации), которые образуются в кристалле в процессе электроосаждения. Рассматривается механизм деформации покрытия с такими дефектами, их влияние на стадийность кривой напряжение – деформация, закономерности излучения акустической эмиссии при ротационном механизме деформации.

Электронно-микроскопические исследования электроосажденных Ag, Cu, и Ni свидетельствуют о наличии в их структуре, формирующейся при электрокристаллизации, дефектов дисклинационного типа [1-2]. Наиболее распространенные из них: оборванные границы, их дипольные конфигурации и полосы разориентации (рис. 1).

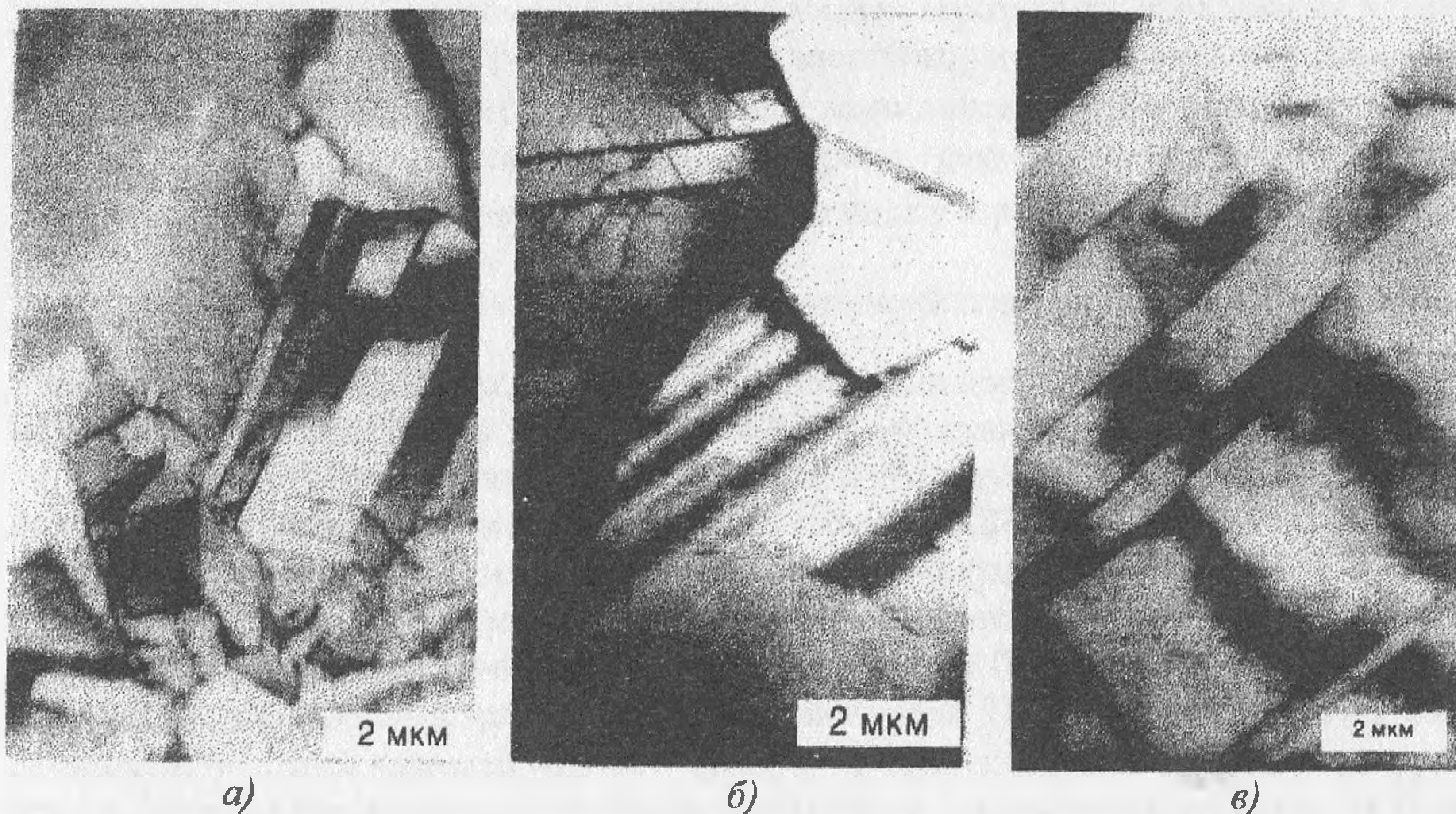
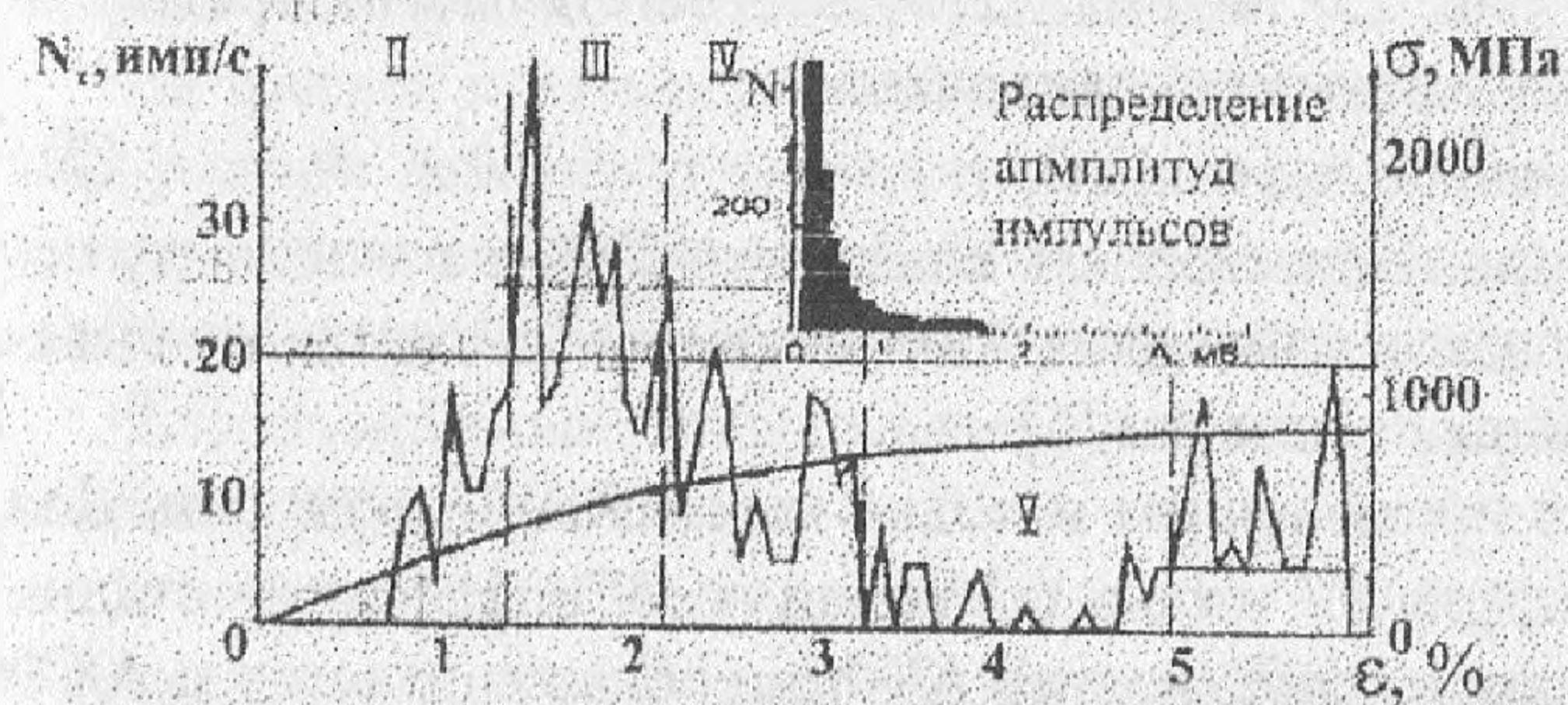
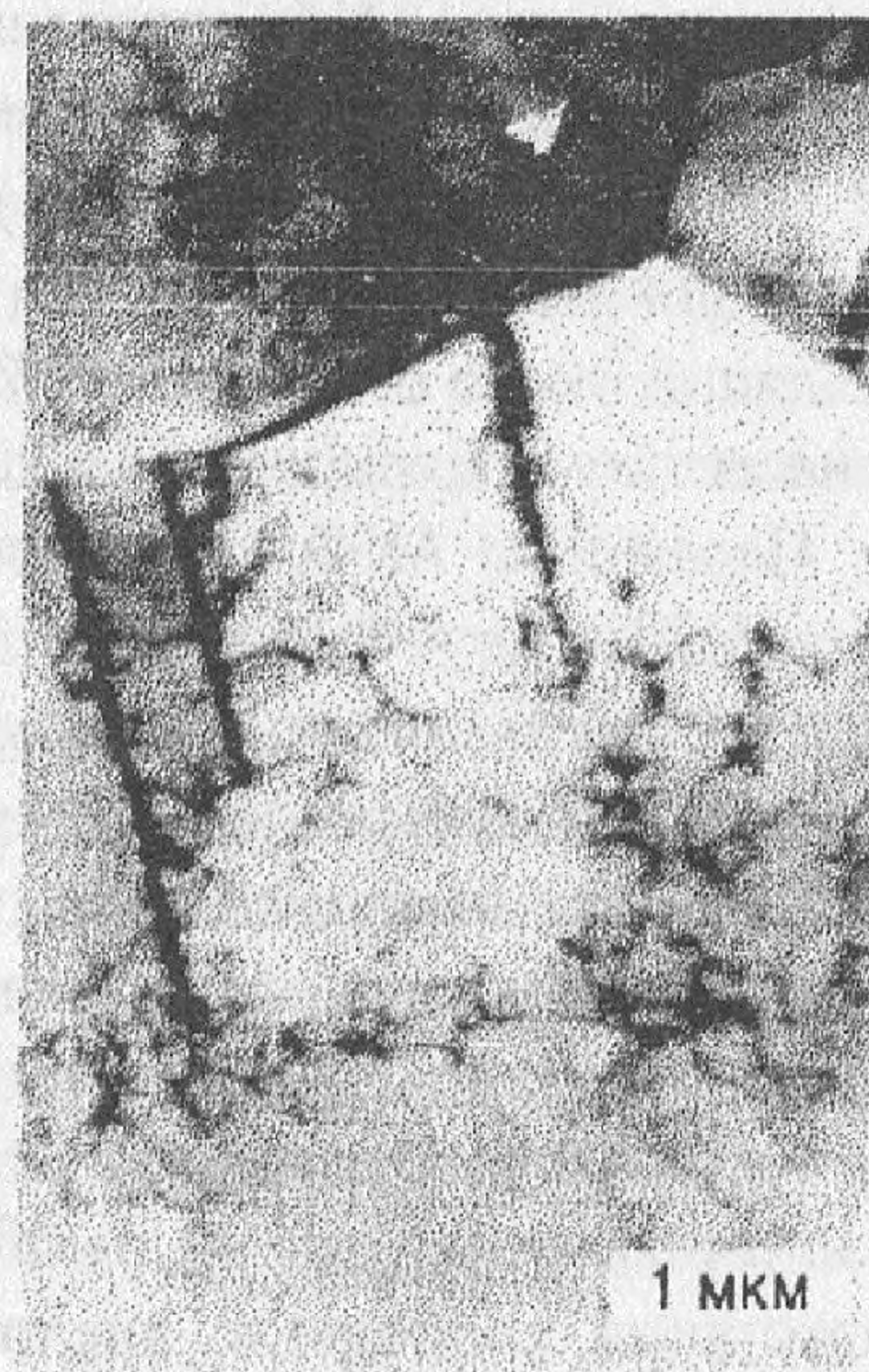
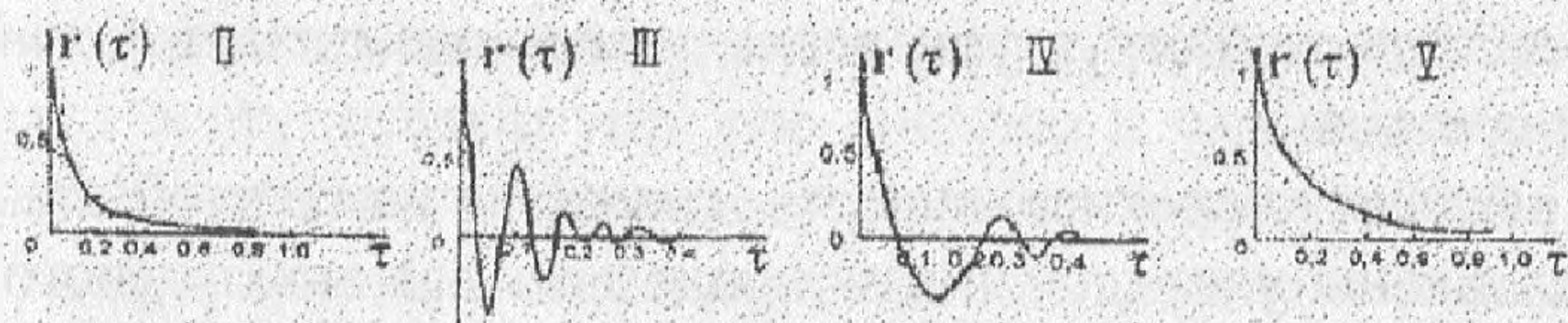


Рис. 1 Дефекты дисклинационного типа, образовавшиеся при электрокристаллизации меди: а – оборванные границы, б – диполи частичных дисклинаций, в – полосы переориентации.

Оборванные субграницы ростового происхождения с широким спектром углов разориентировки θ могут иметь как дислокационную ($\theta < 10^\circ$), так и дисклинационную природу ($\theta > 10^\circ$) (рис. 1, а). По структуре дальнедействующего поля, по собственной упругой энергии оборванная дислокационная граница наклона эквивалентна частичной клиновой дисклинации [3], а конфигурация из оборванных антипараллельных границ эквивалентна диполю частичных дисклинаций (рис. 1, б и 2, б). Полосы разориентации с углами разориентировки $\theta > 10^\circ$, сформировавшиеся при электрокристаллизации (рис. 1, в) имеют явно дисклинационное строение: экстинционные контура на границе раздела испытывают скачки и повторяются через один (рис. 1, в), а плоскости залегания границ необязательно совпадают с кристаллографическими. Электронографический анализ показывает, что субграницы и их дипольные конфигурации (рис. 1 и 2, б) действительно обрываются в кристалле. Так при наклоне фольги в гониометрическом устройстве микроскопа экстинционный контур (рис. 1, а), имеющий скачки на субгранице, перемещается вниз и становится плавным, что свидетельствует об обрыве границы внутри кристалла и дисклинационном характере этих дефектов. Дисклинационный диполь (рис. 1, б и 2, б) создает вблизи фронта неоднородные, дальнедействующие напряжения ($\sigma \sim \omega$) и, следовательно, крутящие моменты. Поэтому перемещение диполя инициирует зарождение новых диполей (рис. 1, б) и способствует образованию полосовых структур уже в процессе роста кристалла (рис. 1, в).



$$\text{АКФ} \quad R_n(\tau) = \sum_{j=1}^K \frac{1}{K} (N(t_j) - N)(N(t_j + \tau) - N) \quad R_n(\tau)/R_n(0) = r(\tau)$$



а)

б)

Рис. 2 Акустико – эмиссионный анализ эволюции структуры электроосажденного никеля в процессе деформации: а – кривая нагружения, акустограмма и приведенные АКФ никеля; б – дислокационно-дисклинационная структура никеля в начале III-ей стадии деформации (1,5 %)

Как правило, деформация растяжения меди никеля протекает в три стадии (II, III, IV).

Если же в исходной структуре имеются оборванные границы, дипольные конфигурации из них, незавершенные полосы переориентации (рис. 1, 2, а), то на кривой нагружения появляется пятая стадия упрочнения [4] с малым переходным участком и весьма низким и практически постоянным коэффициентом упрочнения. Эволюцию такой неравновесной в процессе деформации структуры схематично можно изобразить так: оборванные субграницы и их диполи \Rightarrow клубки, хаотически распределенные дислокации, ячейки, диполи \Rightarrow блоки, полосы переориентации \Rightarrow полосы и фрагменты. Нали-

чие дефектов дисклинационного типа в исходной структуре (рис. 1, 2) приводит к заметным изменениям закономерностей излучения акустоэмиссии (рис. 2, а). Вместо типичной плавной кривой с максимумом в начале третьей стадии упрочнения [5], наблюдается случайный импульсный поток, во-первых, меньшей интенсивности, во-вторых, существенно большей дисперсии скорости счета, что проявляется в виде острых пиков на акустограммах (рис. 2,а).

В случае, когда дефекты, генерирующие АЭ, не взаимодействуют друг с другом, статистика дискретного импульсного потока должна подчиняться пуассоновскому закону распределения интервалов между импульсами [5]. Сравнение экспериментального и теоретического законов распределения осуществлялось по критерию χ^2 [5], а в качестве параметра отклонения процесса от пуассоновского принималась $\delta = |1 - \Delta\tau/\sigma_\tau|$, где $\Delta\tau$ – средний интервал времени между импульсами в реализации; σ_τ – квадрат дисперсии.

Оценку автокорреляционной функции (АКФ) проводили по правилу

$$R_{nn}(\tau) = \frac{1}{K} \sum_{j=1}^K [N(t_j) - \bar{N}][N(t_j + \tau) - \bar{N}], \quad (1)$$

где $N(t_j)$ – число импульсов на временном интервале j , \bar{N} – среднее число импульсов в реализации. Нормированные АКФ $r(\tau)$ получали как $r(\tau) = R_{nn}(\tau)/R_{nn}(0)$. Вид нормированных АКФ приведен на рис. 2,а. Форма АКФ, соответствующих третьей и четвертой стадиям, может быть приближенно описана законом:

$$r(\tau) = r_0 \cdot \exp(-\tau/\tau_0) \cdot \cos(\omega\tau), \quad (2)$$

где τ_0 , ω – константы. Причем τ_0 описывает скорость спадания АКФ, а ω – частоту осцилляций около оси абсцисс. Такой закон изменения АКФ хорошо известен и описывает частотно-модулированные случайные процессы [5].

Параметры АКФ вычислялись с применением методов нелинейной регрессии. Для кривой III – $\tau_{01} = 0.16$ с, $\omega_1 = 55$ Гц; для IV – $\tau_{02} = 0.16$ с; $\omega_2 = 18$ Гц. На пятой стадии (рис. 2), как и предполагалось, никаких особенностей АКФ не обнаруживается и АКФ типична для пуассоновского процесса $r(\tau) = r_0 \cdot \exp(-\tau/\tau_0)$ с параметром $\tau_0 = 0,16$ с, мало меняющимся от времени.

С учетом описанных выше особенностей структуры исследуемых материалов можно предложить следующую интерпретацию.

Наличие резких пиков АЭ и высокая коррелированность излучения на третьей стадии упрочнения (рис. 2, а) обусловлены упорядоченным процессом лавинообразного нарастания свободных дислокаций в результате распада нестабильных субграниц (рис. 2, б). Увеличение числа свободных дислокаций в пределах зерна при наличии неравновесных, дисклинационных диполей (ДД) (существенно более устойчивых, чем оборванные субграницы) может инициировать их движение, которое происходит с некоторой временной задержкой τ_i . Этим можно объяснить периодичность излучения, проявляющуюся в модуляции АКФ. Увеличение периода модуляции в такой модели связано с тем, что первыми начинают двигаться самые нестабильные диполи, последними – более стабильные, для движения которых требуется большая плотность дислокаций в зерне.

По структуре поля напряжений, упругой энергии ДД (рис. 2,б) можно уподобить сверхдислокации с вектором Бюргерса $B = 2[a, \omega]$. Поэтому для оценки возможной деформации, обусловленной движением ДД, можно воспользоваться уравнением Бейли-Орована $\epsilon = \rho BL$, где плотность дислокаций ρ заменяется плотностью дисклинационных диполей \mathcal{D} : $\epsilon = 2a\omega\mathcal{D}L$. Для нашего случая $\mathcal{D} = 10^{11}$ м⁻², $L = 6 \cdot 10^{-6}$ м, $2a = 0,5 \cdot 10^{-6}$ м и $\omega = 2 \cdot 10^{-3}$ имеем $\epsilon = 6\%$, что и наблюдается в экспериментах (рис. 2).

Перемещение ДД обеспечивает наблюдаемые на практике деформации, сопровождается мощным излучением сигналов АЭ, приводит к появлению внутри кристаллов переориентированных участков, а на поверхности грубых следов скольжения. Так как движение диполей в основном осуществляется за счет дислокаций, образовавшихся при распаде ростовых субграниц, а число диполей ограничено, то к концу четвертой стадии деформации (рис. 2) ротационный механизм исчерпывает свои возможности, активность АЭ падает практически до нуля и появляется пятая стадия упрочнения.

Таким образом, процесс пластической деформации электроосажденных меди и никеля, имеющих уже в исходном состоянии дефекты дисклинационного типа, может быть описан так. На второй стадии деформации (рис. 2) под действием внешних и внутренних напряжений распадаются неустойчивые, в первую очередь оборванные и слабо разориентированные дислокационные субграницы. Плотность дислокаций в объеме порядка $8 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$, упрочнение обусловлено взаимодействием подвижных дислокаций со слоями и стенками.

На третьей стадии продолжают распадаться более устойчивые, разориентированные субграницы, начинается поперечное скольжение, плотность дислокаций достигает $2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Этого достаточно, чтобы начали формироваться разориентированные ячейки (блоки) и перемещаться имеющиеся в исходной структуре ДД (рис. 1, б и 2, б) с образованием полос переориентации. Развал границ и перемещение диполей связаны с коллективными дислокационными перестройками и сопровождаются всплесками АЭ на фоне непрерывного излучения (рис. 2, а).

На третьей и четвертой стадиях деформации трансляционные и ротационные моды деформации действуют совместно. Угол разориентировки границ раздела растет. Упрочнение связано с взаимодействием дефектов на разных масштабных уровнях: дислокации взаимодействуют с дефектами дисклинационного типа.

Деформирующее напряжение σ зависит от средней мощности дисклинационных дефектов [2]: $\sigma \approx \beta G \omega(\epsilon)$.

К концу четвертой стадии практически все неустойчивые границы уже распадаются и активность ростовых диполей падает. Поскольку деформация еще мала ($<10\%$), она не может обеспечить воспроизводство дислокаций, необходимых для активизации движения оставшихся и появления новых ДД. Поэтому ротационный механизм деформации при умеренных температурах перестает работать, материал не способен рассеивать поступающую упругую энергию и разрушается. Вероятно, если создать условия для дальнейшего повышения плотности дислокаций (деформировать в условиях сжатия, при повышенных температурах), то можно снова активизировать ротационные дефекты и перейти в колебательный режим деформации [6].

Список литературы

1. Викарчук А.А., Воленко А.П., Юрченкова С.А. Дефекты дисклинационного типа в структуре электроосажденных ГЦК-металлов // Электрохимия. 1991. Т.27, вып. 5. С. 589-596.
2. Vikarchuk A., Vinogradov A. Defects with Rotation Symmetry in Galvanic FCC Metals and their Behavior under Load // Strength of Materials: The Japan Institute of Metals. – 1994. – P. 223 – 226.
3. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М., Металлургия, 1986, 231 с.
4. Викарчук А.А. Структуры, формирующиеся при электрокристаллизации ГЦК-металлов, и их эволюция в температурных и силовых полях : Автореф. дис. ...док. физ.-мат. наук./ СПб., 1999. 38с.
5. Виноградов А.Ю. Акустико-эмиссионный анализ негетерогенной пластической деформации аморфных металлов: Автореф. дис. ...канд. физ.-мат. наук/ ФТИ. Л., 1988. 190с.
6. Барахтин Б.К. и др. Периодичность структурных изменений при ротационной пластической деформации // ФММ. 1987. Т.63, вып. 6. С.1185 – 1191.