

**ВЛИЯНИЕ КОМПОНЕНТЫ КРУЧЕНИЯ  
НА ТЕМПЕРАТУРУ ПРЕВРАЩЕНИЯ  
«СПЕЦИАЛЬНАЯ ГРАНИЦА — ГРАНИЦА ЗЕРЕН ОБЩЕГО ТИПА»  
ВБЛИЗИ РАЗОРИЕНТАЦИИ СОВПАДЕНИЯ  $\Sigma 17$  В ОЛОВЕ**

*Е. Л. Максимова, Б. Б. Страумал, Л. С. Швиндлерман*

Методом тройного стыка изучено превращение специальной границы в границу общего типа на образцах с фиксированным углом разориентации и переменной малоугловой компонентой кручения. Введение компоненты кручения, как и изменение угла разориентации, снижает температуру превращения, но существенно слабее.

В предыдущих работах [1, 2] было показано, что на границах наклона в олове возле разориентации совпадения  $\Sigma 17$  наблюдается превращение «специальная граница — граница общего типа». При этом скачком изменяется подвижность границ при их миграции, возрастает энергия активации миграции границ и изменяется характер ее зависимости от угла разориентации. Одновременно с потерей специальных свойств границ наблюдаются изломы на температурных зависимостях поверхностного натяжения. Было показано, что положение скачков подвижности и изломов на температурных зависимостях поверхностного натяжения определяется исключительно углом разориентации границ. По скачкам подвижности и изломам на температурных зависимостях поверхностного натяжения была построена область существования границ  $\Sigma 17$  со специальными свойствами. Экстраполяция границ этой области к низким температурам показывает, что угловой интервал существования границ со специальными свойствами совпадает с интервалом существования границ со «специальной» структурой [3, 5]. На этом основании мы предложили, что исчезновение специальных свойств у границ  $\Sigma 17$ , которое наблюдалось в наших экспериментах, сопровождается изменением их структуры, при котором «исчезают» вторичные зернограницные дислокации, аккомодирующие отклонение разориентации угла специальной границы от разориентации совпадения.

Таким образом, было установлено [1, 2], как изменяется температура потери специальных свойств границ наклона  $[001]$  при изменении угла разориентации  $\varphi$  и удалении от разориентации совпадения  $\Sigma 17$ ,  $\varphi = 28,07^\circ$ . При изменении угла  $\varphi$  оси  $[001]_1$  и  $[001]_2$  первого и второго кристаллов остаются параллельными. Однако точное совпадение узлов решетки, характерное для РСУ, нарушается и при постоянном  $\varphi$ , если вводить разориентацию осей  $[001]$ . При этом нарушается соответствие решеточных плоскостей  $(100)$  на границе, и на ней должны появляться стенки или сетки зернограницных дислокаций другого типа, отличающиеся от вторичных зернограницных дислокаций, вводимых на границу при изменении угла  $\varphi$  [6].

Целью данной работы было изучение влияния компоненты кручения на температуру превращения «специальная граница — граница зерен общего типа» при постоянном значении угла разориентации.

Температуру превращения «специальная граница — граница зерен общего типа» определяли по положению изломов на температурных зависимостях поверхностного натяжения границ. В работах [1, 2] было показано, что эти особенности наблюдаются как раз при потере границей зерен своих специальных свойств, причем их положение определяется только параметрами разориентации границы и не зависит от других термодинамических, кинетических и геометрических факторов. Температурные зависимости поверхностного натяжения изучаемых границ определяли (как и в работе [1]) по значению угла при вершине тройного стыка, образованного изучаемой границей и двумя другими границами наклона с равными углами разориентации. При этом угол разори-

ентация двух «реперных» границ составляет [1]  $\varphi_2 = (90 - \varphi_1)/2$ . В данной работе  $\varphi_1 = 28,3 \pm 0,5^\circ$ , поэтому  $\varphi_2 = 30,9^\circ$ . Это значение угла разориентации лежит за пределами определенной в [1, 2] области существования специальной границы. Была выращена серия трикристаллов с тройными стыками (рис. 1), в которых параметры разориентации «реперных» границ наклона оставались неизменными, постоянным был угол разориентации  $\varphi_1$  изучаемой границы  $\varphi_1 = 28,3 \pm 0,5$ , но вводилась компонента кручения  $\theta_k$  (рис. 2). Величину компоненты кручения изменяли от 0 до  $8^\circ (\pm 0,5^\circ)$ . Образцы с тройными стыками выращивали методом направленной кристаллизации в атмосфере аргона ОСЧ в лодочке из особоистого графита из олова марки ОВЧ-0000 с номинальным содержанием примесей менее  $10^{-4}$  ат.%. После выращивания из трикристалла вырезали образец с тройным стыком (см. рис. 1), который затем подвергали химической полировке в растворе  $\text{HNO}_3$ —40% HF. Измерения угла при вершине тройного стыка проводили с помощью оптического микроскопа после отжига в высокотемпературной приставке к микроскопу. Отжиги осуществляли в атмосфере аргона ОСЧ, точ-

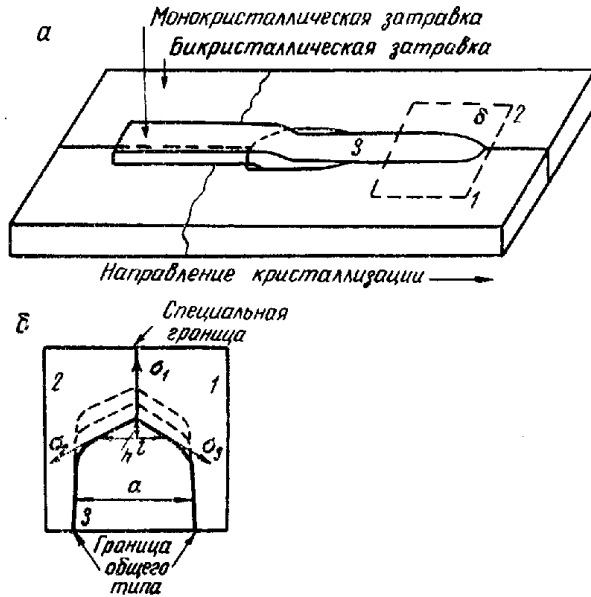


Рис. 1. Схема выращивания трикристаллов с тройными стыками для измерения относительного поверхностного натяжения.

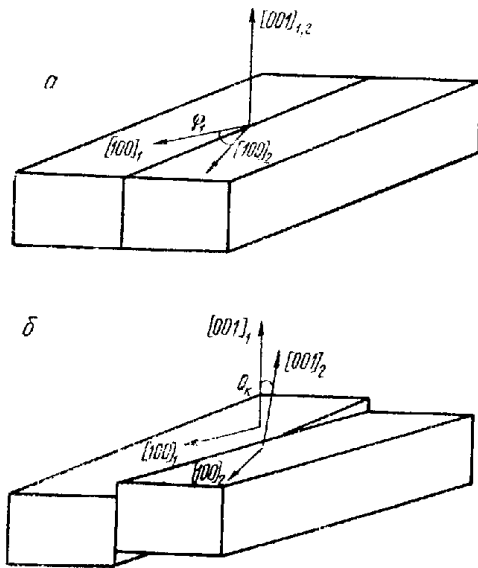


Рис. 2. Схема введения малоугловой компоненты кручения на границы наклона  $\langle 001 \rangle$ :

а — исходный бикристалл; б — бикристалл с зернами, развернутыми на угол  $\theta_k$ .

ность поддержания температуры при отжиге составляла  $\pm 0,3^\circ$ . Обсуждение других особенностей методики и результаты контрольных экспериментов можно найти в работе [1].

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рис. 3 приведены температурные зависимости поверхностного натяжения изученных границ (по отношению к натяжению «реперных» границ). На каждой из этих зависимостей наблюдается излом. При увеличении компоненты кручения  $\theta_k$  температура  $T_c$ , при которой наблюдается такой излом, падает. Увеличение  $\theta_k$  влияет на температуру  $T_c$  в принципе так же, как и рост отклонения  $\Delta\varphi$  угла разориентации  $\varphi_1$  от разориентации совпадения  $\Sigma 17$ :  $\Delta\varphi = |\varphi_1 - \varphi_2|$ . Однако падение  $T_c$  с ростом  $\theta_k$  происходит в несколько раз медленнее:  $dT_c/d(\Delta\varphi) = 12,5$  К/град, а  $dT_c/d\theta_k = 2,6$  К/град. На рис. 4 показано трехмерное изображение области существования специальных границ в координатах «температура — угол разориентации — компонента кручения». Область существования специальных границ  $\Sigma 17$  имеет вид узкой пластины, перпендикулярной оси углов разориентации  $\varphi$ . Относительно медленное уменьшение температуры превращения специальных границ в границы зерен общего типа при увеличении компоненты кручения означает, что величина этой компоненты слабо влияет на форму области существования, определяемую в экспериментах при  $\Delta\theta_k = 0$ .

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В работах [1, 2] было показано, что угловой интервал  $2\Delta\varphi$ , в котором наблюдаются специальные свойства границ, совпадает с интервалом углов разориентации, в котором наблюдается специальная структура границ. Внутри этого интервала существуют так называемые вторичные зернограницные дислокации (ВЗГД), аккомодирующие отклонение  $\Delta\varphi$  угла разориентации от разориентации совпадения. Расстояние между этими дислокациями  $dr$  зависит от  $\Delta\varphi$ :

$$dr = b_{\Sigma} / (2 \sin (\Delta\varphi / 2)).$$

Здесь  $b_{\Sigma}$  — вектор Бюргерса ВЗГД, определяемый периодом полной решетки наложений (ПРН) для данного  $\Sigma$ . Расстояние  $dr$  сильно изменяется в интервале существования специальных границ возле разориентации совпадения. За пределами этого интервала периодичность структуры границ определяется углом разориентации  $\varphi$ :

$$d_1 = b_p / (2 \sin (\varphi / 2)).$$

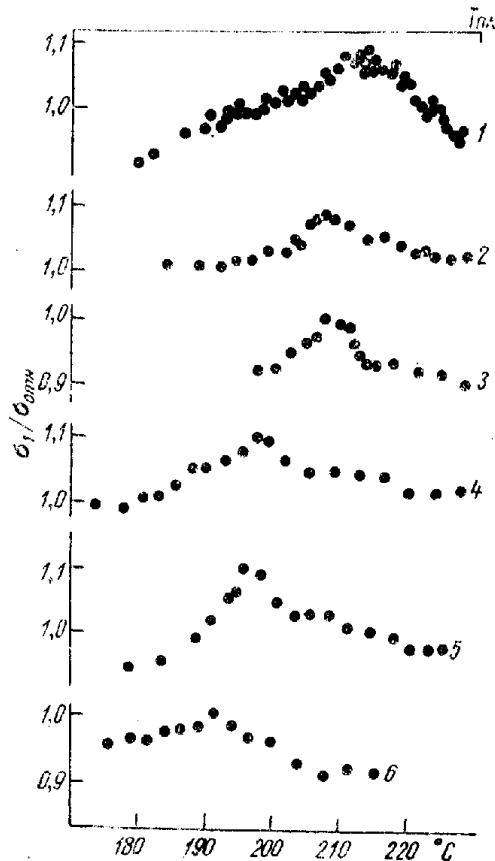


Рис. 3. Температурные зависимости относительного поверхностного натяжения для границ наклона  $\langle 001 \rangle$   $\varphi = 28,3^\circ$  с разными компонентами кручения  $\theta_k$ :  
 1 —  $0^\circ$ ; 2 —  $1,5^\circ$ ; 3 —  $3,5^\circ$ ; 4 —  $6^\circ$ ; 5 —  $7^\circ$ ;  
 6 —  $8^\circ$ .

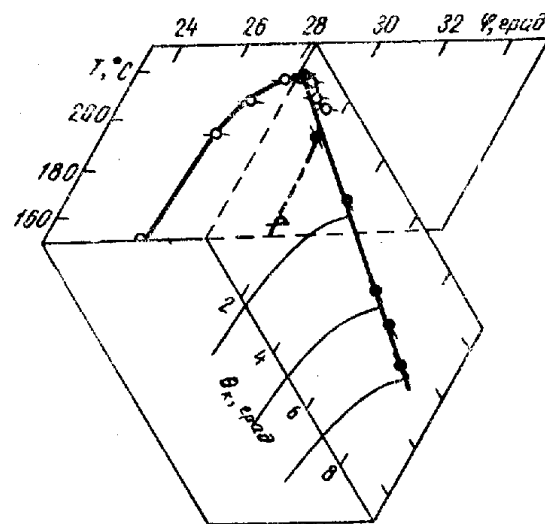


Рис. 4. Трехмерное изображение области существования специальных границ  $\Sigma 17$  в координатах «температура  $T$  — угол разориентации  $\varphi$  — компонента кручения  $\theta_k$ ».

Здесь  $b_p$  — вектор Бюргерса решеточных дислокаций. Величина  $d_1$  относительно слабо зависит от угла разориентации при  $\varphi \geq 10-15^\circ$ . Этим можно объяснить, почему в пределах области существования специальных границ свойства сильно зависят от  $\varphi$ , а за пределами этой области — слабо изменяются с углом разориентации.

Далее, если предположить, что превращение «специальная граница — граница зерен общего типа» происходит как переход первого рода, то можно рассмотреть равновесие двух зернограницных фаз в точке перехода [1]. Кривая зернограницного фазового равновесия определится поверхностным аналогом уравнения Клаузиуса — Клапейрона:

$$\left( \frac{dT}{d\varphi} \right)_l = - \frac{A}{\Delta S^s} \left( \frac{d\sigma}{d\varphi} \right)_l. \tag{1}$$

Здесь  $\Delta S^s$  — изменение энтропии при переходе, а  $A$  — удельная площадь, занимаемая в границе молекул вещества. Ниже температуры перехода поверхностное натяжение границы изменяется при увеличении угла на  $\Delta\varphi$  на энергию стенки ВЗГД  $\Delta E$ :

$$\Delta E = \left( \frac{Gb_\Sigma}{4\pi(1-\nu)} \right) \sin \Delta\varphi \left( 1 + \ln \frac{b_\Sigma}{2\pi r_0} - \ln \Delta\varphi \right). \quad (2)$$

Здесь  $r_0$  — радиус «обрезания», а  $G$  и  $\nu$  — упругие модули. Выше температуры превращения вторичных зернограничных дислокаций в структуре границы нет, и ее поверхностное натяжение можно в первом приближении считать не зависящим от угла разориентации. Тогда в выражении (1)  $\Delta\sigma = \Delta E$  и

$$\Delta T = - \frac{\Delta A}{\Delta S^s} \left[ \frac{Gb_\Sigma \sin \Delta\varphi}{4\pi(1-\nu)} \left( 1 + \ln \frac{b_\Sigma}{2\pi r_0} - \ln \Delta\varphi \right) \right]. \quad (3)$$

В работе [1] было показано, что величина  $A/\Delta S^s$ , полученная по (3), хорошо совпадает с оценками  $A/\Delta S^s$ , сделанными для типичного «объемного» фазового перехода первого рода в тонком слое.

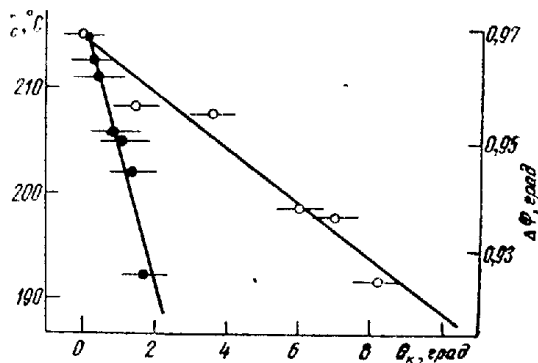


Рис. 5. Зависимости температуры превращения специальных границ  $\Sigma 17$  в границы общего типа от угла разориентации  $\Delta\varphi$  (●) и компоненты кручения  $\theta_k$  (○).

Что происходит со структурой границы при введении компоненты кручения? На границе появляется малоугловая сетка винтовых дислокаций, компенсирующая несовпадение плоскостей (001) на границе. Известно, что винтовые дислокации в малоугловых границах сохраняют свою индивидуальность вплоть до температуры плавления. В то же время при введении решеточных дислокаций на большеугловые границы эти дислокации могут «диссоциировать» на ВЗГД с малыми векторами Бюргера [6]. Если бы сетка винтовых дислокаций не взаимодействовала с ВЗГД на специальной границе, то температура превращения специальных границ  $\Sigma 17$  в границы общего типа не менялась бы при введении компоненты кручения. Наши результаты показывают, что такое взаимодействие есть: энергия специальных границ с компонентой кручения выше, чем при  $\theta_k = 0$ . Это приводит к понижению температуры фазового перехода на границах с ростом компоненты кручения (рис. 5). Можно предположить, что вклад в увеличение энергии стенки ВЗГД вносят дефекты, возникающие в местах пересечения ВЗГД с винтовыми дислокациями малоугловой сетки, или диссоциации одного из семейств решеточных дислокаций малоугловой сетки на зернограничные дислокации с малыми векторами Бюргера.

Авторы благодарят С. И. Прокофьева и Е. И. Рабкина за полезное обсуждение работы.

Институт физики твердого тела  
АН СССР

Поступила в редакцию  
9 октября 1987 г.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Максимова Е. Л., Страумал Б. Б., Швиндлерман Л. С. Поверхностное натяжение границ наклона [001] в олове в окрестности перехода специальных границ  $\Sigma 17$  в границы общего типа. — ФТТ, 1986, 28, № 10, с. 3161—3166.

2. Максимова Е. Л., Страумал Б. Б., Швиндлерман Л. С. Миграция границ зерен [001] в олове вблизи зернограничного фазового перехода  $\Sigma 17$ — $\Sigma 1$ . — ФММ, 1987, **36**, вып. 5, с. 885—892.
3. Shvindlerman L. S., Straumal B. B. Regions of existence of special and non-special grain boundaries. — Acta Met., 1985, **3**, N 9, p. 1735—1749.
4. Tan T. Y., Sass S. L., Balluffi R. W. The detection of the periodic structure of high-angle twist boundaries. II. High resolution electron microscopy study. — Phil. Mag., 1975, **31**, N 3, p. 575—585.
5. Sun C. P., Balluffi R. W. The structure of high-angle twist boundaries in MgO. — Phil. Mag., 1982, **A46**, N 1, p. 49—73.
6. Орлов А. П., Перевезенцев В. П., Рыбин В. В. Границы зерен в металлах. — М.: Металлургия, 1980. — 214 с.