

УДК 669.24 783:548.4

## БЛОКИРОВКА ДИСЛОКАЦИЙ В МОНОКРИСТАЛЛАХ МАГНИЯ В ОТСУТСТВИЕ ВНЕШНЕГО НАПРЯЖЕНИЯ И СОПОСТАВЛЕНИЕ С АВТОБЛОКИРОВКОЙ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДАХ

Власова А.М.

*Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, e-mail: alisa@imp.uran.ru*

Приводятся экспериментальные данные по блокировке дислокаций в отсутствие приложенных напряжений после деформации монокристалла магния параллельно кристаллографической *a*-оси гексагонального кристалла и отжига без нагрузки. Исходная дислокационная структура, состоящая из криволинейных дислокаций, под воздействием температуры эволюционирует. Образуются длинные вытянутые вдоль определенных направлений сидячие дислокационные конфигурации. Методом *gb*-анализа идентифицирован вектор Бюргера этих конфигураций. Методом следового анализа по трем сечениям обратной решетки определено направление дислокационной линии. Выявлено, что барьер образован краевым сегментом (*c* + *a*)-дислокационной петли, залегающим вдоль направления  $\langle 1100 \rangle$ . Найдено сходство между барьерами Кира-Вильсдорфа в интерметаллидах типа  $Ni_3Al$  и конфигурацией, образованной расщеплением краевой (*c* + *a*)-дислокации в плоскости базиса в гексагональном кристалле. Сравниваются особенности кубического скольжения в интерметаллидах и пирамидального скольжения в магнии.

**Ключевые слова:** магний, автоблокировка, дислокация, пирамидальное скольжение второго рода

## BLOCKING DISLOCATION IN MAGNESIUM SINGLE CRYSTALS IN THE ABSENCE OF EXTERNAL STRESS AND COMPARING WITH SELF-BLOCKING IN INTERMETALLICS

Vlasova A.M.

*Institute of metal physics of Urals Department of RAS, Ekaterinburg, e-mail: alisa@imp.uran.ru*

Experimental data dislocation blocking in the absence of external stress after strain of magnesium monocrystals allow close-packed hexagonal crystal crystallographic *a*-axis and annealing without stress adduced. The original curvilinear dislocation structure under temperature evolved. Long sessile dislocation configuration stand in same direction organized. Burgers vector is recognized by *gb*-analysis method. Dislocation line direction is determined by three reciprocal lattice profile trace method. Revealed that barrier is made edge segment (*c* + *a*)-dislocation loop lied down along  $\langle 1100 \rangle$  direction. The similarity between the Kir-Wilsdorf barriers in  $Ni_3Al$  intermetallics and extended edge (*c* + *a*)-dislocation in basic plane HCP-crystal discovered. Features cubic slip in intermetallics and pyramidal clip in magnesium compared.

**Keywords:** magnesium, self-blocking dislocation, second order pyramidal slip

В данной работе рассматривается явление блокировки дислокаций в монокристаллах магния в отсутствие внешних напряжений и механизмы, обуславливающие это явление, которое можно ограничить рамками более широкой фундаментальной проблемы термоактивированных переходов дислокаций между долинами в кристаллах с высоким напряжением Пайерлса. Блокировка движения дислокаций может служить причиной аномальной температурной зависимости предела текучести, а также других деформационных характеристик. Расширение круга материалов, демонстрирующих принципиальную возможность движения сегментов дислокационных петель без приложенных напряжений, переход от интерметаллидов [1–4, 7–11] к металлам [5, 6], позволяет понять природу сложных явлений, уточнить, усовершенствовать и расширить концепцию автоблокировки.

Магний и его сплавы используются в качестве накопителей водорода. Водородная энергетика получила международное признание как одно из ведущих перспективных

направлений развития глобальной энергетики в XXI веке. Магний может связывать большое количество водорода (в расчете на единицу массы) – 7,6%. Автоблокировка дислокаций в магнии открывает перспективы развития направленной сорбционной емкости магния. Плоские сидячие дислокационные конфигурации, вытянутые вдоль выделенных направлений, образуемые в результате блокировки дислокаций, могут являться направленными каналами, в которых обратимое накопление водорода идет вдоль этих направлений. Это может послужить основой для нанотранспортирования водорода.

Целью исследования явилось наблюдение сидячих дислокационных конфигураций в результате нагрева без нагрузки *a*-монокристаллов магния, нахождение кристаллогеометрических конфигураций указанных дислокационных барьеров. Выявление аналогий между кубическим скольжением в интерметаллидах типа  $Ni_3Al$  и пирамидальным скольжением в гексагональном магнии.

### Материалы и методы исследования

Материалом для исследования явились монокристаллы магния Mg с ориентировкой  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Монокристаллы выращивались по методу Бриджмена.

Деформацию образцов осуществляли сжатием на величину 0,5–1% со скоростью порядка 0,5 мм/мин при  $T = 150\text{--}170^\circ\text{C}$ . Отжиг проводился при различных температурах. После предварительной деформации и отжига образцы охлаждались на воздухе, в воде либо с печью до комнатной температуры.

Дислокационную структуру сплавов изучали методами электронной просвечивающей микроскопии на микроскопе JEM 200CX и Philips CM-30 при ускоряющем напряжении  $U = 200$  и  $300$  кВ соответственно. Определение векторов Бюргера проводилось методом *gb*-анализа, направлений линий дислокаций – методом следового анализа.

Фольги для электронной микроскопии вырезались параллельно плоскости базиса. Электролитическая полировка производилась в растворе 3%  $\text{HClO}_4$  в этиловом спирте.

### Результаты исследования и их обсуждение

Исходная дислокационная структура состояла из криволинейных дислокаций. На рис. 1 представлен фрагмент дислокационной структуры в плоскости базиса (0001). В отсутствие напряжений плоские источни-

ки Франка–Рида не работают, поэтому при отжиге без нагрузки превращения претерпевают исходные дислокации, полученные в результате предварительной пластической деформации.

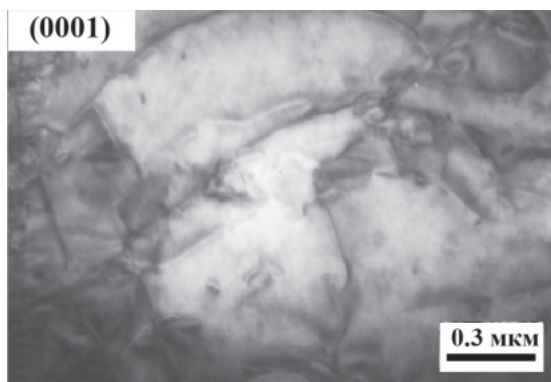


Рис. 1. Исходная дислокационная структура монокристаллов магния  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

После деформации монокристаллов магния на 1% при  $170^\circ\text{C}$  и последующего медленного охлаждения произошло радикальное изменение дислокационной структуры (рис. 2).

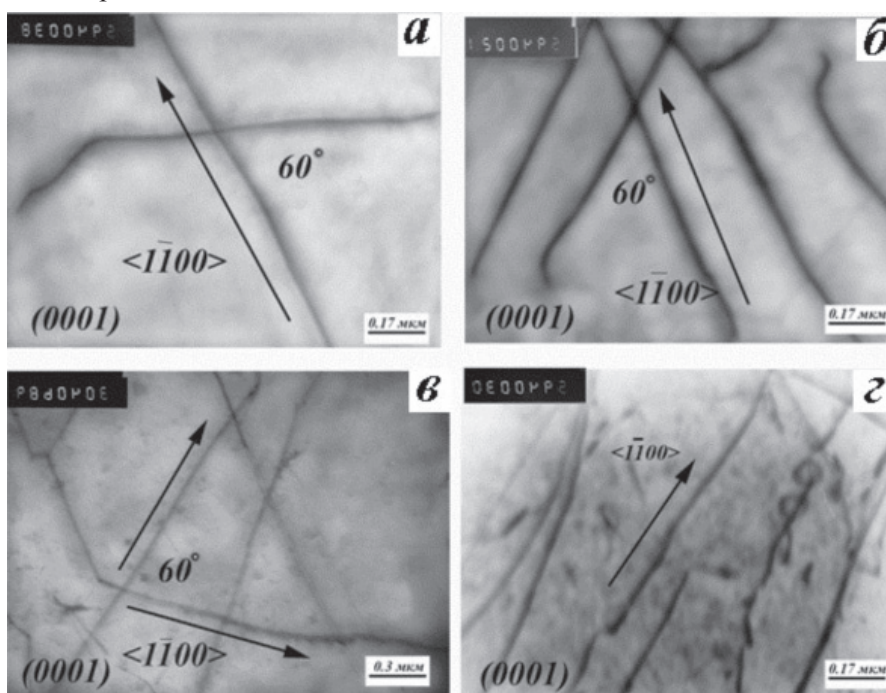


Рис. 2 Дислокационная структура  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  монокристаллов Mg после деформации при  $170^\circ\text{C}$  и медленного охлаждения:  
а, б – прямолинейные дислокации;  
г – дислокационные петли, выстроенные вдоль направления  $[1\bar{1}00]$

На рис. 2, а показаны дислокации в плоскости базиса, расположенные друг относительно друга под углом  $60^\circ$ . На рис. 2, б несколько прямолинейных дис-

локаций в плоскости базиса пересекаются под углом  $60^\circ$ . На рис. 2, в прямолинейные дислокации пересекаются по трем направлениям, образуя правильный треугольник.

На рис. 2, г удалось зафиксировать дислокационные петли, выстраивающиеся вдоль тех же направлений, что и прямолинейные дислокации.

Для определения вектора Бюргерса вытянутых заблокированных дислокаций проведен *gb*-анализ, в результате которого установлено, что дислокации, претерпевающие автоблокировку, являются краевыми с вектором Бюргерса  $(c + a)$ . На рис. 3, а приводятся светлопольные изображения прямолинейных дислокационных сегментов; на рис. 3, б, в – темнопольные изображения

в рефлексах  $(10\bar{1}1)$  и  $(2\bar{1}\bar{1}2)$ , соответствующих погасаниям дислокаций с вектором Бюргерса  $b = \frac{1}{3}[\bar{2}113]$ .

В результате следового анализа по трем проекциям сечений обратной решетки выявлено, что выделенным направлением является направление  $\langle \bar{1}100 \rangle$  линии пересечения плоскостей базиса и пирамиды второго рода. Таким образом, автоблокировке подвергаются краевые сегменты  $(c + a)$ -дислокаций.

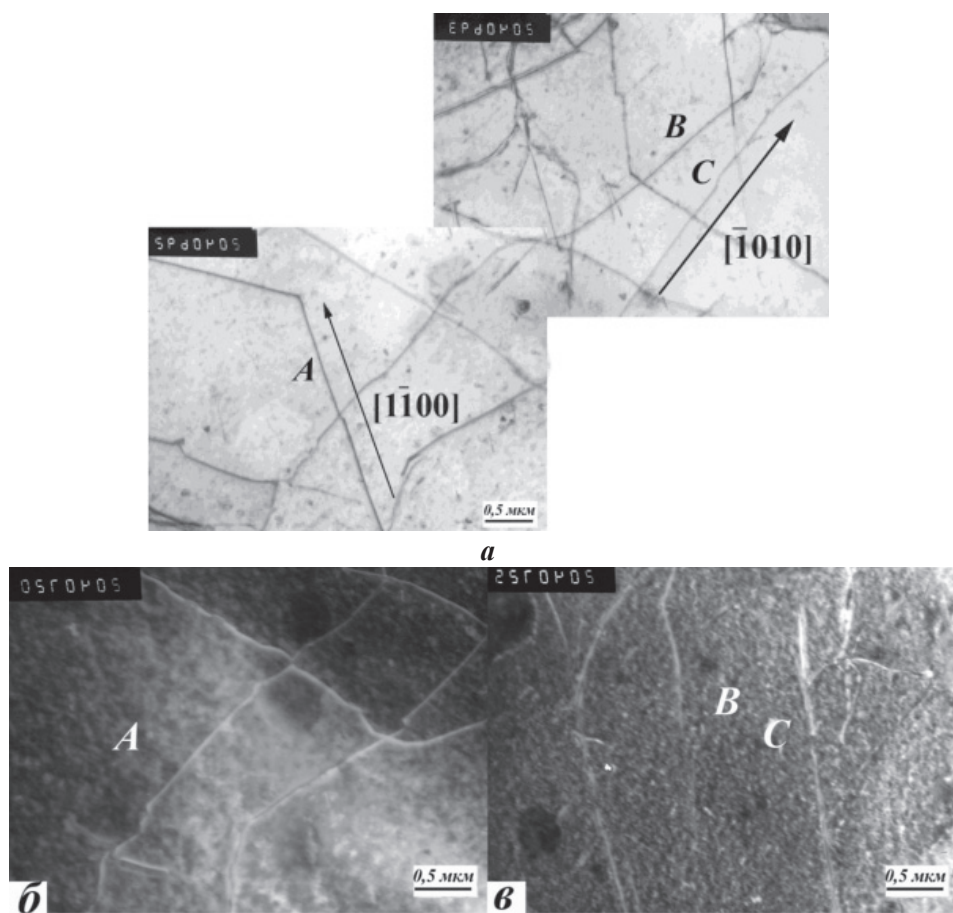


Рис. 3. Прямолинейные краевые дислокации  $(c + a)$ :

*a* – светлопольное изображение; *б, в* – т.п. в рефлексах  $g = (10\bar{1}1)$  и  $g = (2\bar{1}\bar{1}2)$  соответственно

Выстроенные вдоль выделенных кристаллографических направлений дислокации являются барьерами, то есть сидячими дислокационными конфигурациями (в отличие от скользящих). Это связано с тем, что если бы прямолинейная дислокация не была заблокирована, то даже в отсутствие приложенного напряжения под действием термических флуктуаций на дислокации образовывались бы кинки, и она теряла бы свою прямолинейную форму, но этого экспериментально не наблюдалось. Поэтому наблюдаемые методом просвечивающей

электронной микроскопии прямолинейные дислокации являются барьерами, заблокированы и представляют собой сидячие конфигурации.

Барьеры, наблюдаемые в интерметаллидах типа  $Ni_3Al$ , сходны с барьерами, наблюдаемыми в магнии. Мало того, оказалось, что по своей сущности эти два вида скольжения – кубическое в интерметаллидах и пирамидальное в магнии – близки.

В обоих случаях плоскости скольжения не являются плоскостями плотной упаковки. Испускание частичной

дислокации с образованием дефекта упаковки (ДУ) приводит к выигрышу энергии  $\Delta E_{spl}$ . В результате возникает низкоэнергетическая расщепленная конфигурация, принадлежащая пересекающимся плоскостям (исходной и плоскости плотной упаковки). Такие конфигурации для кубического и пирамидального скольжения изображены на рис. 4, а и б соответственно. Для кубического скольжения это различные формы барьера Кира–Вильсдорфа, содержащие полосы комплексного ДУ, для пирамидального скольжения – плоская конфигурация, для которой вершинная с-дислокация связана полосами ДУ с частичными.

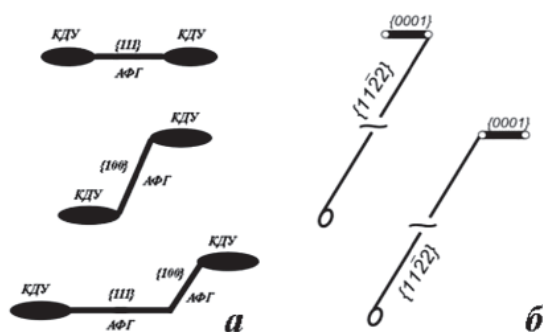


Рис. 4. Дислокационные барьеры: а – барьеры Кира–Вильсдорфа в интерметаллидах типа  $Ni_3Al$ ; б – барьеры в магнезии

### Заключение

Анализируя полученные экспериментальные данные, можно заключить, что после предварительной деформации монокристаллов магнезии на 0,5–1% при  $T = 150–170^\circ C$  и последующего медленного охлаждения образуются сидячие дислокационные конфигурации сегментов краевых  $(c + a)$ -дислокаций, расщепленных в плоскости базиса (0001). Это изменение дислокационной структуры позволяет получить выделенные каналы транспортировки водорода в магнезии.

### Список литературы

1. Гринберг Б.А. Интерметаллиды  $Ni_3Al$  и  $TiAl$ : микроструктура, деформационное поведение / Б.А. Гринберг, М.А. Иванов. – Екатеринбург: УрО РАН, 2002. – 359 с.
2. Гринберг Б.А., Антонова О.В., Иванов М.А., Пацелов А.М., Плотников А.В. Некоторые особенности образования и разрушения дислокационных барьеров в интерметаллидах. II. Наблюдение заблокированных сверхдислокаций при нагреве без нагрузки // Физика металлов и металловедение. – 2006. – Т. 102. – № 1. – С. 77.
3. Гринберг Б.А., Иванов М.А. Дислокационные превращения в упорядоченных сплавах и интерметаллидах // Металлофизика и новейшие технологии. – 2009. – Т. 31. – № 1. – С. 47.
4. Гринберг Б.А., Иванов М.А. Некоторые особенности образования и разрушения дислокационных барьеров в интерметаллидах. I. Теория // Физика металлов и металловедение. – 2006. – Т. 102. – № 1. – С. 68.
5. Гринберг Б.А., Иванов М.А., Антонова О.В., Власова А.М. Первое наблюдение в чистом металле блокировки

дислокаций без помощи внешнего напряжения // Кристаллография. – 2012. – Т. 57. – № 4. – С. 603.

6. Гринберг Б.А., Иванов М.А., Антонова О.В., Власова А.М., Кругликов Н.А., Плотников А.В. Обнаружение автоблокировки  $(c + a)$ -дислокаций в магнезии // Известия ВУЗов. Физика. – 2011. – Т. 54. – № 8. – С. 64.

7. Гринберг Б.А., Иванов М.А., Антонова О.В., Кругликов Н.А., Плотников А.В., Власова А.М., Соловьева Ю.В. Автоблокировка дислокаций в интерметаллиде  $Ni_3Ge$ : кубическое скольжение // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т. 111. – № 4. – С. 402.

8. Гринберг Б.А., Иванов М.А., Антонова О.В., Кругликов Н.А., Плотников А.В., Власова А.М., Соловьева Ю.В. Автоблокировка дислокаций в интерметаллиде  $Ni_3Ge$ : реконструкция двухдолинного потенциального рельефа // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т. 112. – № 2. – С. 215.

9. Гринберг Б.А., Иванов М.А., Антонова О.В., Пацелов А.М., Плотников А.В. Термоактивированная блокировка дислокаций в интерметаллидах и ее последствия: теория и эксперимент // Известия Российской Академии наук. Серия физическая. – 2006. – № 70. – С. 1331.

10. Greenberg B.A. Anomalies in Deformation Behaviour of  $TiAl$  Intermetallic // Успехи физики металлов. – 2000. – № 1. – С. 9.

11. Greenberg B.A. Ivanov M.A., Patselov A.M. Blocking and self-locking of superdislocations in intermetallics // TMS 2008 Annual Meeting Supplemental Proceeding. – 2008. – Vol. 3. – P. 165.

### References

1. Grinberg B. A. Intermetallidy  $Ni_3Al$  i  $TiAl$ : mikrostruktura, deformatsionnoe povedenie / B.A. Grinberg, M. A. Ivanov. – Ekaterinburg: UrO RAN, 2002. 359 p.
2. Grinberg B.A., Antonova O.V., Ivanov M.A., Patselov A.M., Plotnikov A.V. Nekotorye osobennosti obrazovaniya i razrusheniya dislokatsionnykh bar'erov v intermetallidakh. II. Nablyudenie zablockirovannykh sverkhdislokatsii pri nagreve bez nagruzki // Fizika metallov i metallovedenie. 2006. T. 102. no. 1. pp. 77.
3. Grinberg B.A., Ivanov M.A. Dislokatsionnye prevrashcheniya v uporyadochennykh splavakh i intermetallidakh // Metallofizika i noveishie tekhnologii. T. 31. no. 1. 2009. pp. 47.
4. Grinberg B.A., Ivanov M.A. Nekotorye osobennosti obrazovaniya i razrusheniya dislokatsionnykh bar'erov v intermetallidakh. I. Teoriya // Fizika metallov i metallovedenie. – 2006. T. 102. no. 1. pp. 68.
5. Grinberg B.A., Ivanov M.A., Antonova O.V., Vlasova A.M. Pervoe nablyudenie v chistom metalle blokirovki dislokatsii bez pomoshchi vneshnego napryazheniya // Kristallografiya. 2012. T. 57. no. 4. pp. 603.
6. Grinberg B.A., Ivanov M.A., Antonova O.V., Vlasova A.M., Kruglikov N.A., Plotnikov A.V. Obnaruzhenie avtoblokirovki  $(c + a)$ -dislokatsii v magnii // Izvestiya VUZov. Fizika. 2011. T. 54. no. 8. pp. 64.
7. Grinberg B.A., Ivanov M.A., Antonova O.V., N.A. Kruglikov N.A., Plotnikov A.V., Vlasova A.M., Solov'eva Yu.V. Avtoblokirovka dislokatsii v intermetallide  $Ni_3Ge$ : kubicheskoe skol'zhenie // Fizika metallov i metallovedenie. 2011. T. 111. no. 4. pp. 402.
8. Grinberg B.A., Ivanov M.A., Antonova O.V., Kruglikov N.A., Plotnikov A.V., Vlasova A.M., Solov'eva Yu.V. Avtoblokirovka dislokatsii v intermetallide  $Ni_3Ge$ : rekonstruktsiya dvukhdolinnogo potentsial'nogo rel'efa // Fizika metallov i metallovedenie. 2011. T. 112. no. 2. pp. 215.
9. Grinberg B.A., Ivanov M.A., Antonova O.V., Patselov A.M., Plotnikov A.V. Termoaktivirovannaya blokirovka dislokatsii v intermetallidakh i ee posledstviya: teoriya i eksperiment // Izvestiya Rossiiskoi Akademii nauk. Seriya fizicheskaya. 2006. no. 70. pp. 1331.
10. Greenberg B. A. Anomalies in Deformation Behaviour of  $TiAl$  Intermetallic // Uspekhi fiziki metallov. 2000. no. 1. pp. 9.
11. Greenberg B.A. Ivanov M.A., Patselov A.M. Blocking and self-locking of superdislocations in intermetallics // TMS 2008 Annual Meeting Supplemental Proceeding. 2008. Vol. 3. pp. 165.

### Рецензенты:

Пушин В.Г., д.ф.-м.н., профессор, зав. лаб. цветных сплавов ИФМ УрО РАН, руководитель отдела электронной микроскопии УрО РАН, г. Екатеринбург;

Степанова Н.Н., д.ф.-м.н., профессор, старший научный сотрудник лаборатории прецизионных сплавов и интерметаллидов ИФМ УрО РАН, г. Екатеринбург.

Работа поступила в редакцию 16.12.2013.