

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК**НАБЛЮДЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В МЕТАЛЛАХ
С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА****Л. Г. Орлов, М. П. Усиков, Л. М. Утевский**

СОДЕРЖАНИЕ

1. Основы метода	110
1. Объекты исследования	110
2. Способы наблюдения дислокаций с помощью электронного микроскопа	111
3. Электронномикроскопическое изображение дефектов кристаллической структуры	113
4. Возникновение дифракционного контраста	115
11. Основные результаты	121
5. Движение дислокаций	122
6. Взаимодействие дислокаций	128
7. Зарождение дислокаций	136
8. Структура деформированного металла и упрочнение	139
9. Дислокации и точечные дефекты	144
10. Общезначимое и специфическое в структуре тонких фольг	147
Заключение	149
Цитированная литература	150

Прямое электронномикроскопическое наблюдение и исследование дефектов в кристаллах принесло за последние годы ряд фундаментальных опытных подтверждений основным положениям теории дислокаций, хотя в некоторые ее представления пришлось внести существенные поправки.

В этих работах проявились замечательные возможности современного просвечивающего электронного микроскопа, связанные с такими его особенностями: 1) высокая разрешающая способность, доведенная у серийных приборов до 8—10 Å благодаря дальнейшему совершенствованию электронной оптики и монохроматизации электронов; 2) легкость перехода от микроструктурной к дифракционной картине избранного микроучастка объекта, что достигнуто введением промежуточной линзы и управляемых диафрагм (апертурной и микродифракционной); 3) сужение освещающего пучка электронов до нескольких микронов, осуществляемое с помощью двухлинзового конденсора и дающее практическую возможность работы с большими увеличениями, с легкоплавкими и химически активными веществами; 4) возможность нагрева, охлаждения и деформации объекта внутри микроскопа во время наблюдения.

Эти особенности обеспечивают прямое наблюдение отдельных линейных и плоских нарушений кристаллического строения и их взаимного пространственного расположения, наблюдение их движений и взаимодействий при непосредственном сопоставлении микро- и дифракционной картин любого участка в различных условиях (нагрев, охлаждение, деформация).

Важнейшим обстоятельством является малая (до 200 Å) ширина электронномикроскопического изображения дислокаций по сравнению с 20 мк

на рентгеновском изображении по Лэнгу или Ньюкирку¹. Максимальная средняя плотность дислокаций, при которой еще не сливаются их изображения, возрастает соответственно примерно в миллион раз, и становится практически возможным исследовать (при увеличениях в $10 \div 100$ тысяч раз) структуру даже сильно наклепанных металлов.

Поэтому не кажется удивительным, что на прошедшем в августе 1960 г. в Кэмбридже (Англия) международном симпозиуме по дефектам решетки и механическим свойствам в половине из 80 доложенных экспериментальных работ использована электронная микроскопия как основной метод исследования.

1. ОСНОВЫ МЕТОДА

1. О б ъ е к т ы и с с л е д о в а н и я

Для прямого исследования металлов на просвет требуются достаточно тонкие ($10^{-6} \div 5 \cdot 10^{-5}$ см) образцы, «прозрачные» для электронов с энергией 50—100 кэв.

Образцы (фольгу) такой толщины можно получить одним из известных способов изготовления тонких пленок — конденсацией из паров², осаждением из раствора, кристаллизацией расплава, растянутого в пленку³, или, наконец, срезанием тонкой «стружки» с помощью ультрамикротомы⁴. Структура и свойства таких пленок зависят от толщины и способа получения и представляют специальный интерес^{5,6}, хотя эти пленки (в особенности конденсированные из паров) с успехом были использованы и для изучения общих свойств отдельных дефектов кристаллов^{5,7}, деформации и разрушения^{8,9}, кристаллизации и рекристаллизации¹⁰, доменной структуры упорядочивающихся сплавов¹¹ и т. д.¹²⁻¹⁶.

Более общее значение имеет приготовление фольги из массивного образца с сохранением (хотя бы в основном) его исходной структуры, сформировавшейся в результате предшествовавших обработок. Наряду с химическим травлением и ионной бомбардировкой наибольшее число результатов работ, упоминаемых ниже, выполнено с образцами, утоньшенными с помощью электролитической полировки.

В обзорах Томлинсона¹⁷, Сонье¹⁸, Келли и Наттинга¹⁹ сведены имеющиеся в литературе указания о режимах и приспособлениях для утоньшающей электрополировки, уже разработанные для многих металлов и сплавов*). Практические затруднения, так или иначе преодолимые, вызывает получение фольги достаточно равномерной толщины и очистка поверхности некоторых металлов от следов продуктов электролиза и коррозии.

Фольга удовлетворительного качества проще всего получается, если исходный образец, структура которого должна быть изучена, представляет собой лист толщиной 0,1 мм и менее. Тогда электрополировка до появления сквозных дыр в листе дает достаточно большую площадь фольги, пригодную (по своей толщине) для просмотра в электронном микроскопе.

Контрастность электронного изображения кристаллического материала определяется различным рассеянием электронов при прохождении разных участков в общем прозрачного объекта. Обычное светопольное изображение формируется лишь неотклоненными или очень мало отклоненными электронами, тогда как остальные отсекаются апертурной диафрагмой. (Правда, в определенных случаях апертура объектива преднаме-

*) См. также статью В. Г. Курдюмова и авторов настоящего обзора⁹⁵.

ленно увеличивается, чтобы получить контраст при интерференции первичного луча и ближайшего к нему дифрагированного, о чем см. ниже, 2.) Поэтому электроны, отклоненные металлическим объектом под вульф-брегговскими углами (в том числе и наименьшими), как правило, не участвуют в формировании изображения. Но интенсивность отражений определяет ослабление первичного пучка и, следовательно, относительную яркость изображения данного участка объекта.

Относительная интенсивность дифрагированных пучков в свою очередь определяется кристаллографической ориентировкой данного участка объекта, его толщиной, рассеивающей способностью материала и наличием распространенных или локальных упругих искажений кристаллической решетки. Вариации этих факторов в конце концов и определяют контрасты на электронном изображении кристалла, в том числе — контрасты, связанные с дислокациями.

2. Способы наблюдения дислокаций с помощью электронного микроскопа

До сих пор было использовано три способа обнаружения и наблюдения дислокаций в кристаллах с помощью просвечивающего электронного микроскопа, описанных ниже.

а) Наблюдение дислокации при прямом разрешении периодической структуры кристаллической решетки. На электронном изображении наблюдаются линии — проекции соответствующих атомных (молекулярных) плоскостей. Если краевая дислокация с вектором Бюргерса, перпендикулярным к этим плоскостям, направлена приблизительно параллельно электронному пучку, то в ряду параллельных линий на изображении появляется линия, в отличие от других оканчивающаяся внутри кристалла — именно так, как представляется след лишней полуплоскости на схеме краевой дислокации.

Для получения такого изображения необходимо обеспечить соединение первичного пучка с дифрагированным, т. е. должным образом ориентировать образец и увеличить апертуру объективной линзы до размеров, достаточных для пропускания отражения первого порядка от данной системы плоскостей.

Впервые прямое разрешение решетки получил Ментер²⁰ на кристаллах фталоцианинов с межплоскостным расстоянием $10 \div 12 \text{ \AA}$. На микрофотографиях, сделанных с рекордным увеличением, наглядно видны нарушения правильности строения кристалла, соответствующие краевым дислокациям.

Поскольку, однако, межплоскостной интервал должен быть хотя бы не меньше расстояния, разрешаемого микроскопом, для работы этим методом требуются микроскопы предельно высокого разрешения и кристаллы с достаточно большими периодами идентичности ($> 5 \text{ \AA}$). Это затрудняет применение этого метода для исследования металлов.

б) Обнаружение присутствия дислокации в кристалле по ее проявлению в муаровом узор от двух наложенных друг на друга прозрачных кристаллов. Муар возникает в виде линейной решетки с периодом, существенно большим каждого из периодов двух кристаллов.

Если кристаллы имеют системы плоскостей, почти параллельные оптической оси и друг другу, с несколько различающимися межплоскостными расстояниями d_1 и d_2 , то возникает параллельный муаровый узор

с периодом

$$D = \frac{d_1 d_2}{d_1 - d_2}.$$

Если системы плоскостей (даже с одинаковым периодом) повернуты друг относительно друга вокруг оптической оси микроскопа на угол ε (рад), то возникает муаровый узор вращения с периодом

$$D = \frac{d}{\varepsilon}.$$

Соответствующие оптические аналогии представлены на рис. 1, а и б. Таким образом, даже если межплоскостные расстояния данного кристалла слишком малы, чтобы быть непосредственно разрешенными,

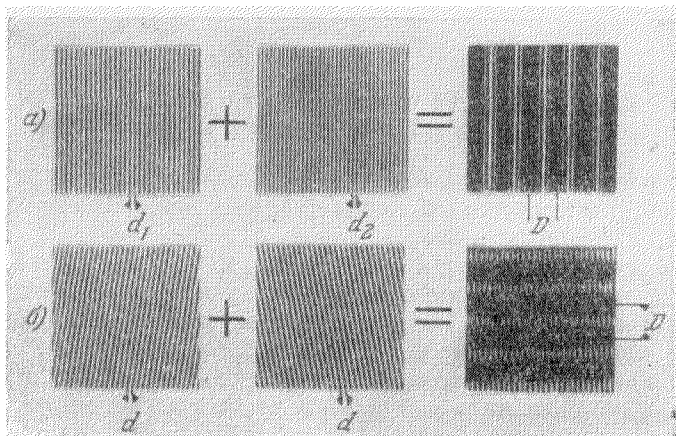


Рис. 1. Оптическая схема возникновения муарового узора при наложении двух решеток:

а) — параллельных решеток с различными периодами; б) — повернутых решеток с одинаковыми периодами.

рисунок муара от тех же плоскостей может быть разрешен при рациональном подборе пары кристаллов и их взаимной ориентации.

Дифракционное условие, требуемое для образования этого изображения, состоит в том, что неотклоненный луч должен соединиться с отраженными от плоскостей, дающих муар-эффект. Наличие краевой дислокации в одном из кристаллов обнаруживается по появлению в рисунке муара экстраполуляции.

В работах ^{21, 22} методом муара были выявлены как линейные, так и винтовые полные и частичные дислокации (рис. 2 и 3). Для получения двукристалльных препаратов использовано ориентирующее действие одного кристалла на растущий на нем из паров или раствора другой кристалл. Следует отметить, что и этим методом дислокацию можно наблюдать лишь при отличии от нуля компоненты вектора Бюргерса, нормальной к отражающим плоскостям.

Ограниченность применения метода муара связана с необходимостью получить очень тонкие и однородные по толщине пленки для исключения хроматической аберрации (из-за потери энергии электронами при прохождении через образец) и динамических эффектов, которые проявляются при толщине кристаллов более 10^{-6} – 10^{-5} см. Эти эффекты могут существенно исказить муаровый узор, который и без того трактуется неоднозначно далеко не всегда.

Основным результатом применения метода муара, как и метода прямого разрешения решетки, явилось получение наиболее прямых и наглядных доказательств существования дислокаций в кристаллах.

в) Наблюдение дислокаций по дифракционному контрасту на их искаженных окрестностях. Этот метод, впервые примененный Хейденрейхом²³, Боллменом²⁶ и Хиршем с сотрудниками³⁵, явился пока наиболее плодотворным как в силу меньших экспериментальных трудностей, так и в силу богатства предоставляемых им сведений о пространственной дислокационной структуре исследуемого материала. Дифракционный контраст возникает на любых нарушениях правильности кристаллического строения, которые связаны

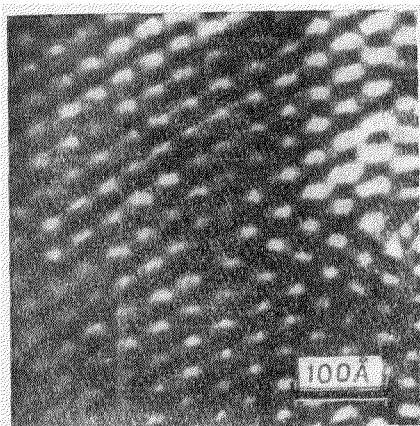


Рис. 2. Муаровый узор от наложения слоя палладия на пленку золота. Плоскость (111). Видна дислокация с вектором Бюргерса $1/2 [110]$, проекции которого на плоскости (202) и (022) дают по одной лишней полулинии, а на плоскость (220) — две такие линии²¹.

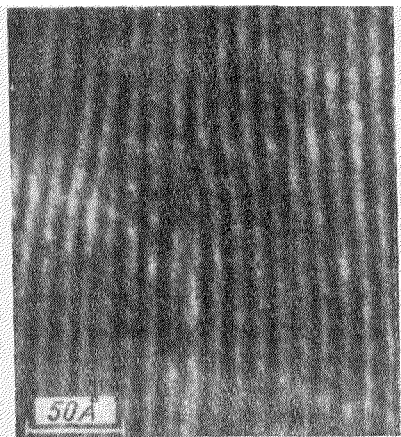


Рис. 3. Муаровый узор от наложения слоя меди на пленку золота. Плоскость (111). Видна пара частичных дислокаций, возникших по реакции $1/2 [110] \rightarrow 1/6 [211] + 1/6 [121]$. Дефект упаковки в этой ориентировке векторов Бюргерса не выявляется²².

с локальными изменениями дифракционных условий, т. е. с локальным изменением соотношения интенсивностей первичного и отклоненного пучков.

3. Электронномикроскопическое изображение дефектов кристаллической структуры

На рис. 4, на основании результатов ряда экспериментальных и теоретических работ, схематически показаны линейные и плоские дефекты кристаллической структуры и их электронномикроскопические изображения, а также вид контуров экстинкции. Физическая сущность дифракционных механизмов возникновения основных контрастов изложена в следующем разделе. Здесь делаются лишь некоторые замечания в связи со специфическими условиями и приемами наблюдения и съемки в электронном микроскопе и обработкой полученного материала.

Между соседними кристаллами или фрагментами, даже при очень малой их разориентировке, возникает дифракционный контраст (рис. 5). Оказывается, достаточно малейшего изменения в направлении первичного пучка электронов относительно образца, чтобы не только ослабить или усилить этот контраст, но и сделать его обратным. При этом отчетливо видны границы кристаллов (блоков).

Линии на изображении могут представлять как дислокации, так и контуры экстинкции, и их необходимо различать. При наклоне освещающего пучка (или самого образца) изображение дислокации может изменить свой контраст и даже исчезнуть, но либо вовсе не смещается, либо смещается скачком, параллельно себе и лишь примерно на двойную ширину линии, тогда как контуры экстинкции, связанные с переменной толщиной или слабым изгибом фольги, обычно сильно смещаются при малейших изменениях в условиях освещения. Другие

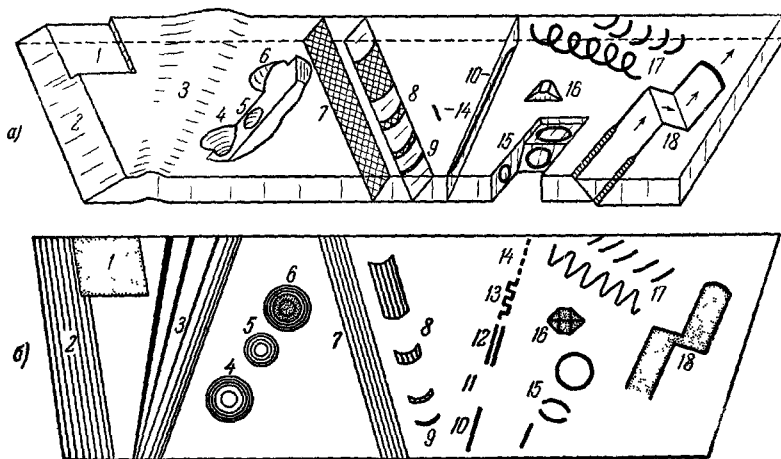


Рис. 4. Схема изображения металлической фольги в просвечивающем электронном микроскопе.

а) Фольга с основными дефектами б) Электронное изображение этих дефектов. 1—6 — неоднородности толщины или наклона фольги, 7—18 — дефекты кристаллического строения; 1 — участок уменьшенной толщины, 2 — клиновидный край фольги, 3 — изгиб фольги, 4 — впадина; 5 — пора; 6 — выступ на фольге; 7 — дефект укладки, 8 — расщепленные дислокации с различной шириной дефекта укладки между частичными дислокациями, 9 — полная (нерасщепленная) дислокация, 10—14 — длинная дислокация, на которой показаны различные встречающиеся эффекты контраста, 10 — обычный вид дислокации, 11 — невидимая дислокация, 12 — двойное изображение (собственно проекция дислокации расположена между двумя ее изображениями); 13 — зигзаг, 14 — пиктир, 15 — дислокационные петли, по-разному расположенные в фольге, 16 — тетраэдр дефектов укладки, 17 — геликоидальные дислокации, 18 — след прошедшей дислокации с двойным поперечным сдвигом (стрелки указывают направление движения дислокации).

различия состоят в форме, расположении и группировке линий (контуров, полос) и очевидны из рассмотрения приводимых схем.

При интерпретации изображений важно знать кристаллографическую ориентировку фольги. Она может быть определена с помощью микродифракции от участка $\sim 1 \text{ мк}^2$. Тонкая фольга дает точечную электронограмму в виде правильной сетки (практически плоское сечение обратной решетке кристалла). Тогда кристаллографическую плоскость, параллельную поверхности фольги, можно определить с точностью до нескольких градусов. Нахождение кристаллографических направлений в плоскости фольги облегчается в присутствии следов скольжения (в г. ц. к. решетке, например, эти следы — линии пересечения плоскости $\{111\}$ с поверхностями фольги). В других случаях следы скольжения удастся найти по расположению концов нескольких дислокаций, лежащих на одной плоскости скольжения.

Ряд графоаналитических приемов выработан для анализа взаимодействий дислокаций на основе рассмотрения их конечного расположения. Например, отмечается положение «свободных» концов пересекающихся дислокаций, что важно для определения плоскостей и направлений их

движения. Часто характер результирующих дислокаций после пересечения скопления дислокациями других систем удается установить по их форме. Например, неподвижные дислокации Ломера—Коттрелла всегда лежат на прямой—линии пересечения двух плоскостей скольжения, т. е. (в г. ц. к. решетке) всегда в направлении типа $[110]$.

Наконец, некоторые дислокации могут быть невидимы, так как контраст зависит от направления вектора Бюргера относительно отражающих плоскостей (см. следующий раздел) и от степени диссоциации полной дислокации на частичные.

4. Возникновение дифракционного контраста

При освещении узким электронным пучком достаточно тонких пленок обычно получается только один яркий дифракционный максимум. Теория дифракционного контраста для этого случая детально

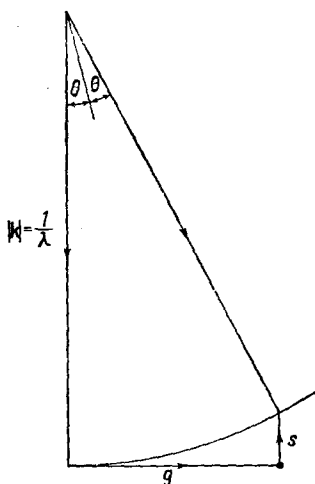


Рис. 6. Схема сферы отражения для случая $S \gg 0$ (см. ²⁴).

направлении (рис. 7). Эта амплитуда равна

$$A = \sum F_j \exp [2\pi i (g + S) r_j], \quad (1)$$

где F_j — фактор рассеяния электронных волн одной элементарной ячейкой, расположенной на расстоянии r_j от центра O , выбранного произвольно в середине столбика; g — вектор обратной решетки, соответствующий

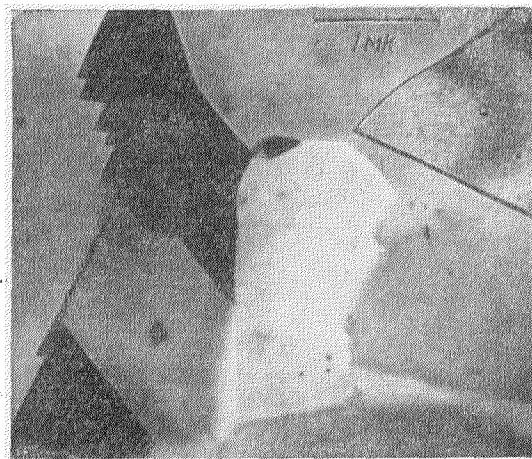


Рис. 5. Фольга отожженного нихрома. Видны границы зерен и блоков, включения и экстинкционные контуры. Отдельных дислокаций практически нет (авторы обзора).

разработана Хейденрейхом ²³ и Като ²⁶ для изогнутых и клинообразных кристаллов и Уэланом и Хиршем ²⁷ для дефектов укладки. Авторы использовали динамические уравнения дифракции электронов, учитывающие взаимодействие отклоненных электронов с атомами объекта. Однако большинство эффектов, связанных с получением контраста от дислокаций и других несовершенств в кристалле, может быть качественно объяснено с точки зрения кинематической теории рассеяния, как это показано в работах ^{24,28}. Эта теория справедлива для достаточно тонких пленок или больших отклонений (S) ориентировки кристалла от отражающего положения: в обоих случаях интенсивность дифрагированного пучка значительно меньше, чем первичного. На рис. 6 показана схема сферы отражения для случая $S \gg 0$.

а) Совершенный кристалл. Интенсивность дифрагированного пучка получается путем подсчета амплитуды электронных волн, рассеянных столбиком кристалла в данном

ций данному рефлексу; S — вектор, характеризующий отклонение узла обратной решетки от сферы отражения (см. рис. 6).

Так как g — вектор обратной решетки и g_j кратно параметру решетки, то g_j — целое число и выражение (1) упрощается:

$$A = \sum_j F_j \exp(2\pi i S r_j). \quad (2)$$

Если все элементарные ячейки подобны, то F_j является константой, и суммарная амплитуда находится путем интегрирования по всем ячейкам вдоль столбика. В результате находим, что $A \sim \frac{\sin \pi t S}{\pi S}$, интенсивность

$$I \sim \frac{\sin^2 \pi t S}{(\pi S)^2}, \quad (3)$$

где t — толщина фольги вдоль столбика. Так как углы отражения очень малы, то величина t близка к толщине фольги. Из (3) следует, что с изменением t интенсивность дифрагированного, а следовательно, и неотклоненного пучков меняется синусоидально.

На рис. 7 схематически показано распределение интенсивности прямого и дифрагированного лучей внутри кристалла. Период колебания интенсивности $t'_0 = S^{-1}$, согласно кинематической теории, может расти неограниченно. Однако для малых S существенное значение имеют динамические эффекты, и предельным значением для t'_0 является t_0 — так называемое экстинкционное расстояние для данного отражения (табл. I) ²⁴.

Ког а кристалл толщиной $(m \pm \frac{1}{2})t_0$ (где m — целое число) попадает в отражающее положение, интенсивность прошедшего пучка падает до нуля, тогда как после прохождения кристалла толщиной mt_0 интенсивность максимальна. Поэтому на изображениях фольги переменной толщины наблюдаются экстинкционные контуры — линии, соединяющие участки кристалла равной толщины. Расстояние между двумя светлыми (или темными) линиями соответствует изменению толщины клина на t_0 . Рис. 8 показывает типичный пример толщинных контуров на круглой впадине в фольге алюминия. Ряд темных и светлых полос наблюдается на границе двойников, наклоненной к поверхности фольги (рис. 9) и делящей образец на два совершенных кристалла клиновидной формы.

При локальном изгибе кристалла однородной толщины также наблюдаются экстинкционные контуры, соответствующие областям фольги с постоянным наклоном к электронному пучку (рис. 10). В этом случае $t = \text{const}$, а

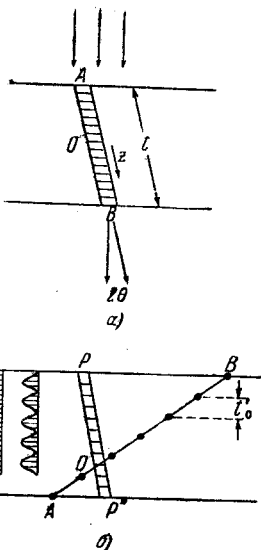


Рис. 7. а) Сечение тонкого кристалла со столбиком, для которого подсчитывается интенсивность темнопольного изображения (т. е. дифрагированного луча). Столбик вырезан в направлении отраженного луча. б) Колебания интенсивности прямой и дифрагированной волн в зависимости от глубины данной точки под поверхностью кристалла (первичный пучок падает сверху). Периодичность колебания интенсивности по глубине кристалла $t'_0 = S^{-1}$. AB — плоскость нарушения правильности кристаллического строения (дефект укладки, граница зерен) или поверхность клиновидного кристалла. На изображении участка AB появится пучок темных полос, разделенных светлыми. На линии AB обозначены наиболее яркие точки (линии) изображения ²⁸.

меняется S .

б) Несовершенный кристалл. Наличие дефектов в кристалле (например, дислокаций) вызывает смещения атомов из их идеальных положений, а присутствие примесных атомов приводит к локальным изменениям функции рассеяния F . Последний фактор, во всяком случае в чистых металлах, мало сказывается на дифракционном контрасте и может не учитываться.

Амплитуда электронных волн, дифрагированных столбиком в несовершенном кристалле,

$$A = F \sum_j \exp [2\pi i (g + S)(r_j + R)], \quad (4)$$

где R — смещение элементарной ячейки от идеального положения r_j . Учитывая, что gr — целое число, и пренебрегая произведением SR в экспоненте из-за его малости, получим

$$A = F \sum_j \exp (2\pi i g R) \exp (2\pi i S r_j). \quad (5)$$

Таким образом, смещение элементарной ячейки приводит к сдвигу фазы рассеянных волн на угол $\alpha = 2\pi g R$ и, в конечном итоге, к появлению

Таблица 1

Экстинкционные расстояния (в Å) типичных металлов для электронов, ускоренных напряжением 100 кВ ($\lambda_{эл} = 0,037 \text{ Å}$)

Металлы	Индексы отражения		
	111	200	220
Al	646	774	1240
Ni	258	302	468
Cu	268	308	472
Ag	250	285	403
Pt	165	188	262
Au	181	204	281

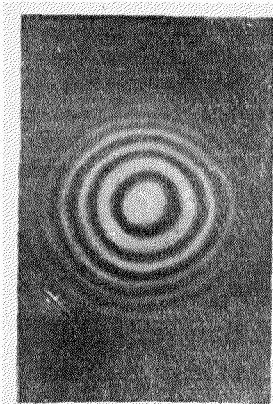


Рис. 8. Толщинные контуры экстинкции на круглом углублении в алюминиевой фольге²⁴

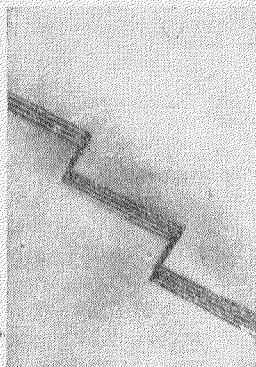


Рис. 9. Пучки параллельных экстинкционных полос по когерентной двойниковой границе в нержавеющей стали⁴⁰.

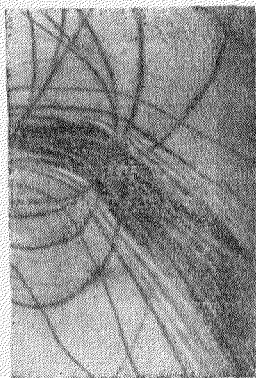


Рис. 10. Изгибные контуры экстинкции на изображении алюминиевой фольги²⁴.

дифракционного контраста. Заменяя сумму интегралом, имеем

$$A \sim \int \exp (i\alpha) \exp (2\pi i S z) dz, \quad (6)$$

(по столбику)

где α — функция положения ячейки z (рис. 11), зависящая также от g и R , т. е. величина амплитуды A получается в результате Фурье-преобразования фазового фактора $\exp (i\alpha)$ по всему столбику.

Как и в случае совершенного кристалла, результирующий контраст определяется интерференцией между соседними столбиками и получается путем подсчета интенсивности всех дифрагированных пучков в некотором

угловом интервале вокруг угла отражения, соответствующего данному узлу обратной решетки. При наличии дефектов укладки или дислокаций этот интервал углов весьма мал^{29, 33}, и минимальная ширина столбика, содержащего дефект и способного дать дифракционный контраст, может иметь атомные размеры *)²⁸. Поэтому интенсивность в каждой точке на нижней поверхности кристалла зависит только от атомных смещений в столбике, проходящем через эту точку, и почти не зависит от смещений в соседних столбиках.

в) Дефект укладки атомных слоев. Плоскость дефекта укладки делит кристалл на две части, смещенные друг относительно друга вдоль этой плоскости на $\frac{1}{6}[112]$ (для г. ц. к. решетки). Поэтому волны, дифрагированные выше и ниже дефекта, различаются по фазе на $\alpha = \frac{1}{3}\pi(h+k+2l)$, где h , k и l — индексы отражения. Для разных отражений α может иметь значения $\pm 120^\circ$ или 0° . Если $\alpha = \pm 120^\circ$, то результирующая амплитуда волн, прошедших через обе части кристалла, будет отличаться от таковой для бездефектного кристалла той же толщины и синусоидально зависит от положения плоскости дефекта по высоте. Поэтому изображение наклонного дефекта укладки подобно изображению двойниковой границы (см. рис. 9). Расстояние между полосами зависит от угла наклона плоскости дефекта к плоскости фольги и от степени приближения кристалла к отражающему положению (S).

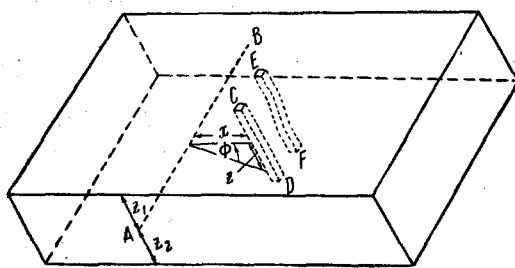


Рис. 11. Кристалл, содержащий винтовую дислокацию AB , параллельную плоскости фольги.

Столбик CD в совершенном кристалле при введении AB приобретает форму EF ²⁴.

Для случая винтовой дислокации, проходящей параллельно поверхностям фольги (см. рис. 11), смещение атомов, которые лежат выше линии дислокации, по отношению к нижележащим атомам равно половине вектора Бюргерса. Таким образом, если выделенный на рис. 7 столбик внутри кристалла проходит через ядро дислокации, то схема расчета контраста аналогична случаю с дефектом укладки. Для других положений столбика фазовый угол $\alpha = 2\pi gR$ является функцией положения столбика относительно дислокации. Поскольку направление смещения атомов на одной стороне от дислокации противоположно направлению смещения на другой стороне, при произвольной ориентировке кристалла приближение к отражающему положению участка кристалла по одну сторону от дислокации означает удаление от отражающего положения части кристалла по другую сторону от дислокации. В результате максимальный контраст, как правило, получается по одну сторону от дислокации. Это справедливо для всех типов дислокаций.

г) Дислокация. Кинематическое приближение оправдывается и в применении к проблеме контраста на электронном изображении дислокации.

г) Дислокация. Кинематическое приближение оправдывается и в применении к проблеме контраста на электронном изображении дислокации.

*) Например, максимальный угловой интервал отражения для кристалла толщиной t , содержащего дислокацию с вектором Бюргерса b , составляет $d\varphi \sim \frac{b}{t}$. Диаметр столбика, дифракция в котором вносит свой вклад в интенсивность изображения некоей точки на нижней поверхности кристалла, составляет $\sim t d\varphi = b$.

Найдем теперь вектор смещения \mathbf{R} в элементе столбика EF , находящемся на расстоянии x от винтовой дислокации AB , параллельной поверхности фольги (предполагается, что атомные смещения те же, что и для дислокации в неограниченной среде):

$$\mathbf{R} = \frac{b\Phi}{2\pi} = \frac{b}{2\pi} \operatorname{arctg} \frac{z}{x}, \quad (7)$$

где b — вектор Бюргерса, а смысл Φ ясен из рис. 11. Отсюда сдвиг фаз

$$\alpha = 2\pi g\mathbf{R} = gb \operatorname{arctg} \frac{z}{x} = n \operatorname{arctg} \frac{z}{x}, \quad (8)$$

так как gb — целое число.

Из уравнения (8) видно, что разность фаз для волн, рассеянных непосредственно выше и ниже дислокации, равна πn . С увеличением порядка отражения фактор атомного рассеяния F быстро уменьшается, поэтому для получения контраста существенны лишь низшие порядки отражения ($n=1 \div 4$). При $n=0$, т. е. при $g \perp b$, фазовый угол $\alpha=0$. Контраста вовсе нет, дислокация не видна. Другими словами, атомные смещения, параллельные отражающим плоскостям, не меняют интенсивность прошедшего электронного пучка.

Подставляя значение α из (8) в (6), имеем

$$A = \int_{-z_1}^{+z_2} \exp \left(in \cdot \operatorname{arctg} \frac{z}{x} + 2\pi i S z \right) dz. \quad (9)$$

Используя эту формулу, можно подсчитать амплитуду (а следовательно, и интенсивность) рассеяния столбиком, находящимся на расстоянии x от оси дислокации (в частности, при помощи амплитудно-фазовых диаграмм²⁸). Качественно те же результаты получаются при любом расположении винтовой дислокации относительно поверхности фольги, а также для краевой и смешанной дислокаций. Изображение краевой дислокации несколько шире, чем винтовой, но с увеличением наклона дислокаций к плоскости фольги это различие нивелируется. Оценка ширины изображения дислокации ΔX показывает, что если контраст обусловлен отражением низших порядков ($n=1, 2$), то

$$\Delta X \cong \frac{1}{\pi S} = \frac{t'_0}{\pi}, \quad (10)$$

где t'_0 — экстинкционное расстояние по кинематической теории.

Из формулы (10) следует, что ширина изображения дислокации растет с уменьшением S , т. е. по мере приближения кристалла к отражающему положению. Однако для малых S , как отмечалось выше, существенную роль играют динамические эффекты и t'_0 стремится к экстинкционному расстоянию t_0 (см. табл. I). Поскольку для первых отражений t_0 порядка нескольких сотен ангстрем, дифракционный контраст позволяет разделять наблюдать дислокации, расположенные на расстоянии 100—500 Å друг от друга. Это дает принципиальную возможность исследовать дислокационную структуру объектов с большой плотностью дислокаций (до $10^{10} \div 10^{11} \text{ см}^{-2}$).

Одним из опытных подтверждений выводов кинематической теории является эффект двойного изображения дислокаций. Когда дислокации видны как темные одинарные линии, соответствующая микродифракционная картина дает один сильный рефлекс. Если кристалл изогнуть или

повернуть так, чтобы дислокации изображались в виде двойных линий, как на рис. 12, то на микродифракционной картине возникает дополнительный сильный рефлекс. Каждая из пары линий, изображающих дислокацию, обязана своим происхождением действию одного из сильных отражений. Собственно проекция дислокации лежит между двумя своими изображениями. Следовательно, изображение смещено от проекции ядра дислокации на несколько сотен ангстрем, что совпадает по порядку величины с теоретической оценкой.

д) Границы применения кинематической теории и динамические эффекты. Таким образом, основная идея кинематической теории заключается в том, что контраст имеет фазовую природу, а сдвиги фаз возникают благодаря смещению атомов вблизи дефекта.

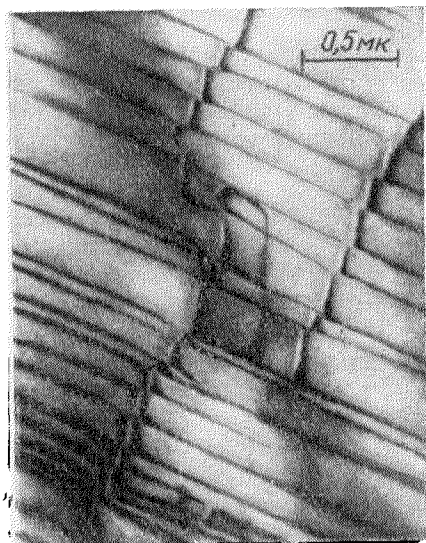


Рис. 12. Двойное изображение одного из двух типов взаимодействующих дислокаций в Al^{28} .

Эта теория, развитая в работе ²⁷ и в наиболее строгом виде представленная в работе ²⁸, успешно объясняет основные особенности наблюдаемых электронномикроскопических изображений дислокаций.

Та же теория объясняет и ряд других эффектов контраста, в том числе следов остающихся позади движущихся дислокаций или контраста вблизи зон Гинье—Престона в стареющих сплавах (если известен характер искажений). Теория удовлетворительно объясняет также и образование рентгеновского изображения дислокаций, полученного по Лэнгу или Ньюкирку ¹. Теория, однако, не может объяснить «белые» дислокации, которые наблюдаются изредка, или характерные черно-белые или зигзагообразные линии дислокаций, которые наблюдаются чаще.

Объяснение этих и некоторых других эффектов следует искать уже в рамках полной динамической теории.

В связи с этим в последнее время появились работы ^{31,32}, посвященные развитию динамической теории рассеяния электронов кристаллом с нарушениями.

Динамические эффекты начинают играть существенную роль с увеличением толщины фольги или с приближением к отражающему положению ($S \rightarrow 0$). Тогда, согласно динамической теории, амплитуды колебания интенсивности электронных волн внутри кристалла одинаковы для первичного и дифрагированного лучей и сдвинуты на 90° по фазе друг относительно друга. Длина волны этого колебания t_0 растет с увеличением порядка отражения за счет уменьшения фактора атомного рассеяния F . Переход от кинематического рассеяния к динамическому происходит постепенно, и качественно обе теории дают одинаковый результат.

В более толстых пленках ($t > 1000 \text{ \AA}$) на формирование изображения влияет также абсорбция. Она сказывается, например, в расширении изогнутых экстинкционных контуров, с каждой стороны которых фольга особенно прозрачна (вследствие аномального поглощения, аналогичного эффекту Бормана для рентгеновских лучей ³³). На таких участках изображение дислокаций получается особенно четким. Поэтому Томас и Уэлан ³⁴

смогли наблюдать дислокации в фольге из сплава $\text{Al}+4\% \text{Cu}$, имевшей толщину 7500 Å.

Абсорбция влияет и на интенсивность полос на изображении дефекта укладки: различие интенсивностей светлопольного и темнопольного изображений полос больше у нижнего края дефекта, чем у верхнего ³² *).

Для металлических фольг тех толщин ($\sim 1000 \text{ Å}$), которые удобны для исследования в просвечивающем электронном микроскопе (с точки зрения яркости изображения), эффекты абсорбции невелики и достаточно применения кинематической теории.

Важным приложением теории является возможность определений векторов Бюргерса дислокаций. Для этого надо ориентировать образец так, чтобы изображение дислокации исчезло. Из дифракционной картины нетрудно тогда найти тип и ориентировку плоскости, сильное отражение от которой определяет контраст. В этой плоскости лежит вектор Бюргерса дислокаций, ставших невидимыми. Далее необходимо найти еще одну плоскость, в которой лежит тот же вектор. Это можно сделать аналогичным путем, но при другом наклоне фольги, или каким-либо иным путем. Например, в работе ⁹⁴ векторы Бюргерса дислокаций в графите определялись как линии пересечения найденных плоскостей отражения с плоскостью базиса, в которой лежат все возможные векторы Бюргерса и которая совпадала с плоскостью образца. В той же работе для нахождения плоскостей, отражение от которых не дает контраста на тех или иных дислокациях, с успехом использовано темнопольное изображение, которое формируется только дифрагированными электронами.

К сожалению, современные микроскопы еще не имеют гониометрического столика, который позволял бы ориентировать образец нужным образом. Однако часто оказывается достаточным наклон образца с помощью механизма стереонаклона. В других случаях, по-видимому, возможно определить величины $g\mathbf{b}$ из ширины изображения дислокации (при оптимальном контрасте). Ряд подобных определений в сочетании с дополнительными данными (например, о плоскости скольжения дислокации) позволил бы найти \mathbf{b} .

II. ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Основные направления электронномикроскопических исследований дислокаций и других дефектов в различных металлах и сплавах уже в настоящее время охватывают важнейшие проблемы физики прочности и пластичности. В опубликованных с 1956 по начало 1961 г. работах изучались:

1) индивидуальные свойства дислокаций, пути и скорости их скольжения и восхождения (переползания), взаимодействие дислокаций с точечными дефектами, с поверхностью фольги и другими препятствиями скольжению;

2) упругое взаимодействие дислокаций друг с другом, равновесные конфигурации, возникающие в результате такого взаимодействия; структура границ зерен, субзерен и двойников; формы дислокационных узлов и определяющая их энергия нарушения укладки атомных слоев;

3) места и механизм зарождения дислокаций и относительная роль источников разного рода, действующих во время пластической деформации;

*) Имеется в виду, что электроны проходят сверху вниз фольгу, расположенную горизонтально.

4) характер распределения, локальная и средняя плотность дислокаций в разных металлах на разных стадиях пластической деформации и в различных условиях нагружения; изменение тех же характеристик в процессе разупрочнения при нагреве; связь рельефных линий скольжения на поверхности деформируемого образца с его дислокационной структурой;

5) структурные изменения в металлах, вызываемые закалкой и облучением;

6) влияние состава твердых растворов на характер их дислокационной структуры.

5. Движение дислокаций

Уже в первых работах Хирша с сотрудниками³⁵ было замечено и заснято на киноплёнку *) движение дислокаций, начинавшееся не сразу после освещения наблюдаемого участка фольги электронным пучком, а спустя одну-две минуты. Вопреки первоначально высказывавшимся предположениям о чисто термическом происхождении напряжений сдвига, вызывающих движение дислокаций, в последующих работах^{36,37} было выяснено, что локальный нагрев тонкой фольги тонким электронным лучом (диаметром до ~ 10 мк) не превышает $10 \div 20^\circ \text{C}^{**}$). Столь небольшой нагрев не может вызвать напряжений порядка $\tau = 10^{-3}G$, о существовании которых говорит кривизна движущихся дислокаций (движение концов тормозится поверхностными силами):

$$\tau \cong \frac{Gb}{2R},$$

где R — радиус кривизны, а G — модуль сдвига.

По мнению большинства исследователей, не доказанному, правда, прямыми экспериментами, напряжения в фольге возникают благодаря резкому ускорению под действием электронной бомбардировки нарастания на поверхности фольги плёнки окисла или слоя аморфного углерода — продукта разложения углеводородов, пары которых всегда присутствуют в разреженной атмосфере колонны микроскопа. Появление и быстрое нарастание углеродного слоя хорошо видно на краях фольги и непрерывно ухудшает качество изображения облучаемого участка.

Бассет, Ментер и Пэшли⁵ предположили и другую причину движения дислокаций. Систематически добываясь предельного разрешения микроскопа ($5 \div 8 \text{ \AA}$), они обнаружили, что в результате облучения металлической фольги электронами на ее изображении появляются очень мелкие подвижные темные пятна. Нагревая образец во время наблюдения, авторы наблюдали постепенное исчезновение этих пятен, которые вновь появлялись после охлаждения под пучком (даже медленного). Авторы считают, что многие из этих пятен связаны с загрязнением металла газами. Электронная бомбардировка вызывает диссоциацию газовых молекул и повышение их подвижности, связанной с концентрацией вакансий. В свою

*) Съёмка производилась с экрана электронного микроскопа, через смотровое окно. В новейшем японском микроскопе кинокамера вмонтирована в колонну микроскопа, что позволяет полное использовать разрешающую способность прибора, но снижает максимальную скорость съёмки до 6 кадров в секунду из-за отсутствия фотоэмульсий, высокочувствительных к электронам.

**) Даже сравнительно толстая фольга $0,3 \text{ мк}$ (3000 \AA) нагревается, по данным Хейла³⁷, на 75° (железо) или 30° (алюминий) или 20°C (золото) под действием пучка электронов диаметром $4,2 \text{ мк}$ при токе эмиссии 20 мка и ускоряющем напряжении 100 кВ .

очередь, Вебб ³⁸ указывает на возможность эмиссии вакансий из окисной пленки в металл также под действием электронной бомбардировки.

Таким образом, индукционный период, требуемый для начала движения дислокаций в фольге, можно объяснить не только возбуждением (каким бы то ни было путем) напряжения, но и освобождением (под действием облучения электронами) заблокированных дислокаций в заранее напряженной фольге.

Прямое механическое нагружение образца в электронном микроскопе имеет то очевидное преимущество, что позволяет широко изменять

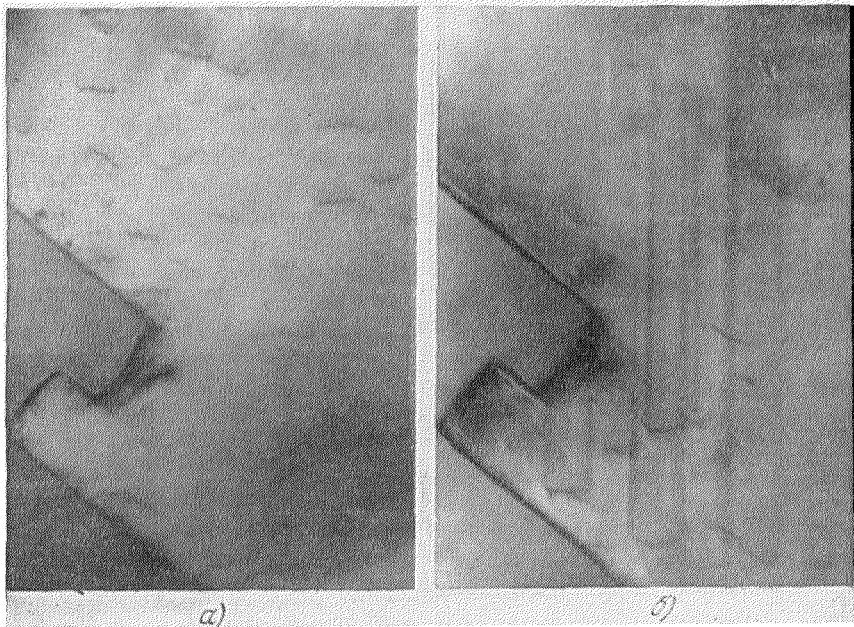


Рис. 13. Движение дислокации в фольге нержавеющей стали. Два последовательных снимка одного и того же участка (авторы обзора).

степень деформации при известных направлениях главных нормальных и касательных напряжений. Правда, о сколько-нибудь точном вычислении напряжений можно говорить лишь при достаточно высоком их уровне, когда можно пренебречь напряжениями, возбуждаемыми из-за освещения электронным пучком. Достаточно большую упругую деформацию кристаллической решетки можно измерить по искажению дифракционной картины от рассматриваемого микроучастка, как это делал Пэшли ⁸.

Замечательно, что, двигаясь в фольге, дислокация почти всегда оставляет за собой отчетливый след (рис. 13), более или менее устойчивый во времени (10—20 сек в алюминии, очень долго в нержавеющей стали). След представляет собой светлую или темную полосу, края которой контрастней середины. Последнее наводит на мысль, что весь след — результат взаимодействия дислокации с поверхностями фольги, в особенности с поверхностными (окисными или углеродными) пленками, которые мешают сдвигу при прохождении дислокации. Возникают искажения на всем пути движения дислокации. По мнению Хирша ²⁵ и Уэлана ²⁴, поле искажений, возникающее между верхним и нижним краями действующей плоскости скольжения, и определяет дифракционный контраст «следов» дислокаций. Хотя прямых доказательств, этого нет других объяснений не найдено.

Микродифракционное исследование позволило сразу же установить, что дислокации в г. ц. к. металлах движутся, как и ожидалось, в плоскостях типа $\{111\}$ (см. ⁴⁰), а в гексагональных металлах — в плоскости базиса. Резкое различие наблюдается, однако, в характере движения дислокаций в металлах с разными величинами энергии нарушения укладки (γ).

В металлах с низкой γ дислокации движутся исключительно «дисциплинированно», не покидая своей плоскости скольжения (см. рис. 13).

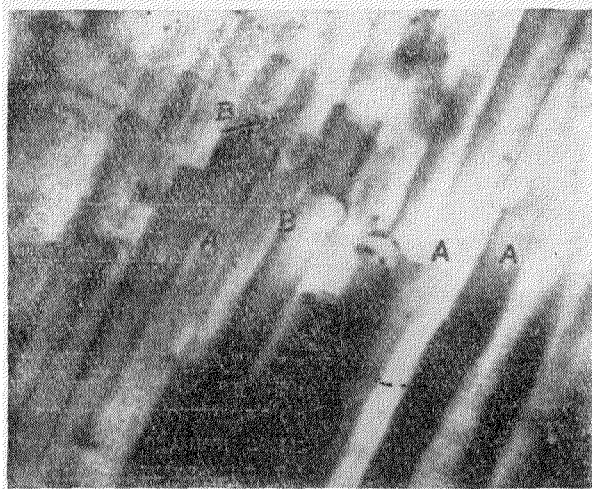


Рис. 14. Движение дислокаций в алюминиевой фольге.

Видны искривления путей движения, т. е. поперечный сдвиг ⁴⁵.

тогда как в металлах с высокой γ (например, в алюминии) часто наблюдается поперечное скольжение (рис. 14).

Все наблюдения подтверждают выводы теории об энергетической выгоды расщепления полной дислокации на частичные с образованием плоского нарушения укладки, равновесная ширина которого тем больше, чем ниже γ . В кинофильмах, снятых Хиршем с сотрудниками с экрана электронного микроскопа, запечатлены любопытные моменты сильного растягивания, нарушения укладки нержавеющей стали: ведомая из двух движущихся вначале на

короткой дистанции друг от друга частичных дислокаций в определенном месте тормозится каким-то препятствием, отставая от ведущей на несколь-

Т а б л и ц а II

Энергия нарушения укладки атомных слоев в некоторых металлах с г. ц. к. решеткой

Материал	E , эрг/см ²	Автор
Алюминий	~ 200	Seeger
Никель	90	Haasen; Thornton, Hirsch
Медь	40—50	Fullman; Howie
Серебро	35	Thornton, Hirsch
Золото	33	
Нихром	20 ÷ 30	Авторы наст. обзора
α-латунь		
Нержавеющая сталь	~ 20	Whelan; Hirsch
Сплав Cu—Zn	13	Whelan
Сплав Cu—Al	5	
	1,5	Howie

ко микронов. Иногда нарушение укладки в виде серии параллельных экстинкционных полос растягивается через все зерно, от границы к границе. Такое поведение пары частичных дислокаций легко объясняется различием в направлениях их векторов Бюргерса, которое определяет различия как в силах, действующих на каждую из них, так и в сопротивлении поверхностной пленки их движению.

С другой стороны, в алюминии почти совершенно не наблюдаются растянутые дислокации.

В полном соответствии с теоретическим предсказанием Зеегера⁴¹, расщепленная дислокация скользит только в плоскости полосы нарушения укладки; для поперечного сдвига необходимо стягивание дислокации с последующим расщеплением уже в новой плоскости скольжения. Стягивание двух частичных дислокаций с ликвидацией полосы нарушения требует тем большей затраты энергии, чем меньше γ . Практически поперечное скольжение наблюдается в металлах, у которых $\gamma > 20 \text{ эрг/см}^2$.

В табл. II приведены значения γ для некоторых металлов и сплавов по данным различных авторов. По поводу методов определения γ заметим лишь, что если ее величина не превышает 20 эрг/см^2 , то она легко вычисляется методом Уэлана⁴² по кривизне частичных дислокаций, образующих криволинейный треугольник у растянутого дислокационного узла, удаленного от других источников локальных напряжений. При пренебрежении взаимодействием между частичными дислокациями $\gamma = \frac{Gb^2}{2R}$, где R — минимальный радиус кривизны.

Скорость движения дислокаций измерить экспериментально пока не удалось: дислокации движутся скачками, и видимая (средняя) скорость их перемещения, меняющаяся в широких пределах, зависит от частоты скачков — отрывов дислокации от невидимых препятствий. Истинная скорость во время скачка очень велика, так что иногда на одном снимке запечатлеваются два положения дислокации за время экспозиции, тогда как промежуточных положений не видно²⁵.

Бергезан и Фурдо⁴³, наблюдая за движением дислокаций в образцах алюминия непосредственно во время растяжения в электронном микроскопе, получили, по-видимому, наиболее прямое свидетельство того факта (еще совсем недавно принимавшегося на веру), что пластическая деформация кристаллических тел происходит путем движения дислокаций. Во время растяжения фольги, по мере выхода дислокаций из кристалла, появлялись и росли на краях фольги ступеньки, соответствующие металлографически наблюдаемым рельефным «линиям» сдвига. Согласно наблюдениям авторов⁴³, деформация алюминия начинается с движения относительно небольшого числа дислокаций по одной системе плоскостей скольжения, отстоящих друг от друга на расстоянии 1—10 мк. Часто возникают пачки скольжения. Видно поперечное скольжение — преимущественно вблизи границ зерен, — где оно способствует передаче деформации от одного зерна к другому *) через всю поверхность их сочленения. По мере роста деформации вступают в действие новые системы скольжения, растет общее число дислокаций, и все чаще наблюдается поперечное скольжение не только у границ, но и внутри зерен.

Криволинейные следы скольжения в железе, объяснимые, по-видимому, только частым поперечным скольжением винтовых дислокаций, наблюдались в железе авторами настоящего обзора (рис. 15)⁹⁷.

Наблюдения разных авторов показали, что существуют разного типа «помехи» движению дислокаций в фольге.

*) По поводу механизма такой передачи см.¹¹¹.

1. Концы дислокаций тормозятся поверхностным взаимодействием. Помимо сказанного выше, Уилсдорф⁴⁴ наблюдал темные точки на пути концов прошедшей дислокации и объяснил их собиранием вакансий к выходу дислокации на поверхность; тогда должны возникать мельчайшие ямки, подобные наблюдавшимся в работе⁴⁵, в каждой точке, где

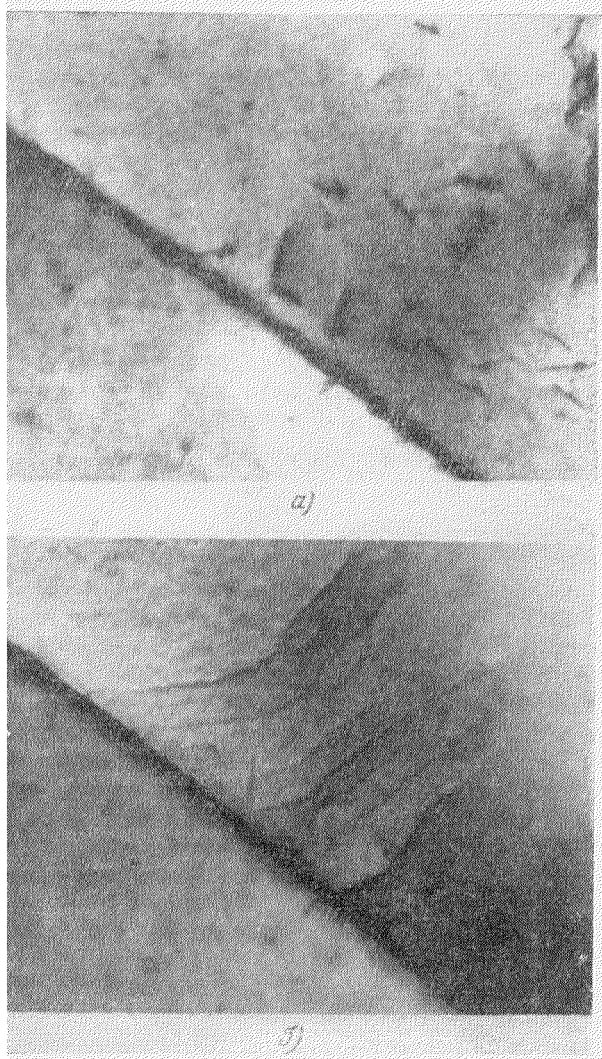


Рис 15 Криволинейные пути движения дислокаций в железной фольге.

а) Исходное расположение дислокаций, б) через 2 минуты (авторы обзора)

дислокация задерживалась. Очевидно, что значение поверхностного взаимодействия тем более велико, чем меньше толщина фольги и, значит, средняя длина дислокаций

2 Точечные или, в всяком случае, локальные дефекты затрудняют движение дислокации по всей ее длине, что становится очевидным при рассмотрении электронных микрофотографий фольги после нейтронного облучения, приведенных Уилсдорфом⁴⁴. Дислокации, бывшие до облучения плавными кривыми линиями, стали неправильно изогнутыми, извилистыми (рис. 16). Повидимому, аналогичные, но иных масштабов эффекты дают и точечные дефекты в закаленных или деформированных металлах.

Иногда на одном снимке фиксируются два положения дислокации при неизменном положении ее концов (у А на рис. 16), что говорит о прорыве какого-то препятствия в толще (а не на поверхности) фольги за время экспозиции

3. Пересечения с другими дислокациями приводят к возникновению

устойчивых конфигураций или ступенек, или просто требуют преодоления упругого противодействия дислокаций сближению. Более детально этот вопрос обсуждается в следующем разделе обзора.

4. Задержка дислокаций разного рода включениями — когерентными и некогерентными с матрицей по плоскости скольжения. В ряде работ Раймера, Томаса, Никольсона, Наттинга^{45-49,82} изучалась структура стареющих двухфазных сплавов.

Авторы работы ⁸², анализируя данные в основном по алюминиевым стареющим сплавам, различают движение дислокаций по двухфазной структуре 3-х типов: а) с когерентными зонами или включениями; б) частично когерентными включениями и в) с некогерентными включениями.

В случае а) дислокации проходят сквозь выделение, хотя могут при этом более или менее сильно тормозиться. По мнению авторов, важнейшую роль в упрочнении в этом случае играют широкие поля упругих искажений в матрице, характерные для окрестностей когерентных включений. В случае б) барьерами для движения дислокаций служат простые дислокационные сетки, посредством которых сопрягаются друг с другом кристаллические решетки двух фаз. Авторы ⁸² считают, что преодоление этих сеток движущимися дислокациями требует значительно меньшее напряжение, чем в случае а), так как снижается напряжение течения. Однако, поскольку одновременно меняется расстояние между включениями, вопрос об истинном сопротивлении частично когерентного включения пересечению его дислокацией еще нельзя считать решенным. В случае в) твердо установлено лишь то, что дислокации «обходят» некогерентные включения и внутри таких включений не видны дислокации, когда в окружающей матрице их очень много ⁸².

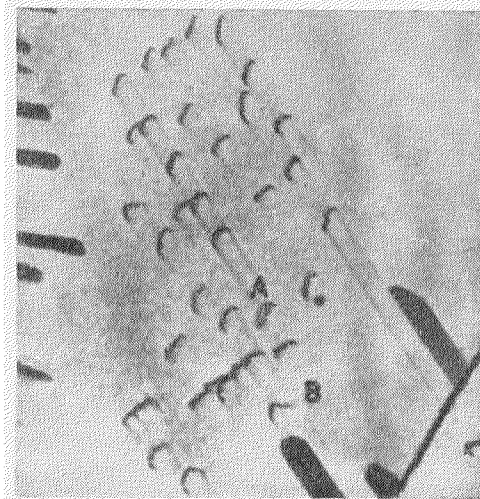


Рис. 16 Неправильные по форме, извилистые дислокации, движущиеся в облученной нейтронами нержавеющей стали ⁴⁴.

Что касается способа обхода включения дислокациями, то пока не удалось надежно различить, отвечает ли он схеме Хирша ²⁵ (обход с помощью поперечного скольжения) или схеме Орована ⁸⁴ и Фишера с сотрудниками ⁸⁵ (обход движением только в одной плоскости, с оставлением петли вокруг включения). Вероятно, в разных случаях возможны оба способа обхода. Так, в металлах с широкими расщепленными дислокациями и, значит, с затрудненным поперечным скольжением более вероятен плоский путь обхода; в металлах с «узкими» дислокациями (высокой γ), наоборот, более вероятен обход с помощью поперечного скольжения. Однако эти предположения требуют прямой экспериментальной проверки, для которой слишком тонкая фольга может оказаться вообще не пригодной, так как включение, как правило, имеет размеры, сравнимые с толщиной фольги.

Эшби и Смит ⁵⁰ произвели «внутреннее» окисление алюминия в меди, содержащей 0,25% Al. На полученных авторами микрофотографиях видно, как частицы Al_2O_3 размером в несколько сотен ангстрем обходятся дислокациями во время деформации, причем измеренные и подсчитанные по Оровану ($\sigma = \alpha G b / R$, где $\alpha \approx 1/2$) средние напряжения составляют ~ 11 и $9,8$ кГ/мм² соответственно, т. е. соотношение Орована как будто соблюдается. При большом увеличении (100 000) видно, что дислокации имеют много изломов, по-видимому, ступенек; видны также вытянутые перпендикулярно к дислокациям петли. Схема рис. 17 является дальнейшим развитием теории Орована, видоизмененной Хиршем ⁵¹.

На краевой дислокации, обходящей включения, возникают участки с винтовой ориентацией, которые путем поперечного сдвига могут соединиться и на некоторой длине аннигилировать; в результате вокруг включений остаются петли, вытянутые в направлении своего вектора Бюргерса, но не лежащие в плоскости скольжения, а на дислокации возникают пороги, тормозящие ее дальнейшее движение.

Известно, что блокировка дислокаций примесями повышает начальное сопротивление движению дислокаций. Хотя этот эффект имеет ряд убедительных косвенных проявлений, трудно экспериментально отличить

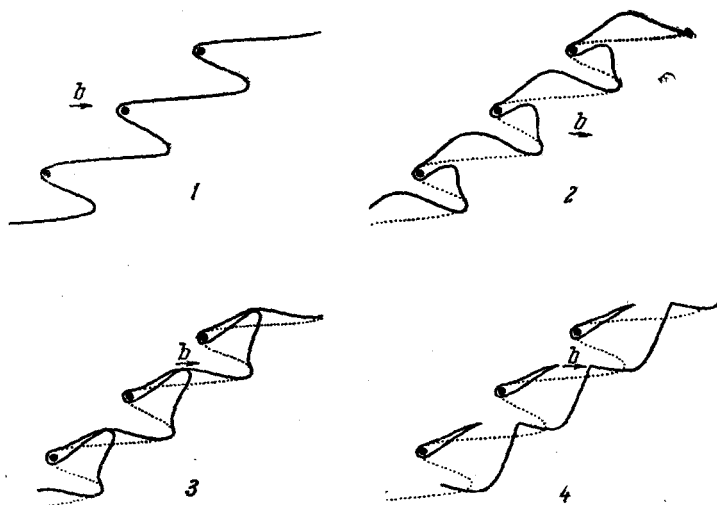


Рис. 17. Схема обхода включений движущейся дислокацией ⁵⁰.

изменение концентрации твердого раствора от выделения новой фазы около дислокации, если эти выделения настолько тонки, что не дают собственной дифракционной картины.

Пока еще нельзя назвать работы, в которой эта трудность была бы преодолена вполне надежно. Например, выводы Томаса ⁴⁶ в пользу повышения концентрации примесей у дислокаций являются, по существу, доводами лишь в пользу ускоренного протекания диффузионных процессов (выделение и коагуляция включений) вдоль дислокаций и границ зерен.

Таким образом, техника современного прямого электронноскопического исследования позволила непосредственно наблюдать движение дислокаций, в том числе и восхождение (переползание), о котором будет сказано ниже, в разделе 9.

6. Взаимодействие дислокаций

Как теоретически, так и экспериментально взаимодействие дислокаций изучено наиболее систематически в металлах с г. ц. к. решеткой.

В металлических фольгах взаимодействие наблюдается чаще всего как результат притяжения между дислокациями скопления, лежащего в одной плоскости скольжения, и отдельными дислокациями, движущимися в других плоскостях скольжения.

Уэлан ⁴², используя геометрические приемы Томпсона ⁵⁴, проанализировал возможные взаимодействия как полных, так и расщепленных дислокаций, приводящие к возникновению новых (результатирующих)

дислокаций того или иного типа и той или иной равновесной длины. Дальнейшее взаимодействие существует, и возникает новая, результирующая дислокация (с вектором Бюргерса b_p) на месте двух исходных (с b_1 и b_2), если угол между b_1 и b_2 больше прямого (неравенство $b_1^2 + b_2^2 > b_p^2$ отражает не только геометрию взаимодействия, но и основное снижение энергии без учета зависимости линейной энергии от характера дислокации).

Для упрощения дальнейшего изложения на рис. 18 показан тетраэдр обозначений Томпсона⁵⁴ и его ориентация относительно стереографической проекции, принятая Уэланом⁴².

Возможные случаи взаимодействия полных дислокаций с $b = \frac{1}{2} [110]$, но с различными углами между ними представлены на рис. 19. Во всех четырех типичных случаях пересекаемая дислокация лежит в плоскости (a), а пересекающая — в плоскости (d). Плоскости пересекаются по BC, по этой же линии прежде всего возникают результирующие дислокации. В случае I ($b_1 \perp b_2$) дальнейшего взаимодействия нет. В случае II векторы Бюргерса обеих взаимодействующих и результирующей дислокаций лежат в одной плоскости (a), в которой в момент и на участке пересечения лежат и сами дислокации. Следовательно, все три дислокации могут скользить

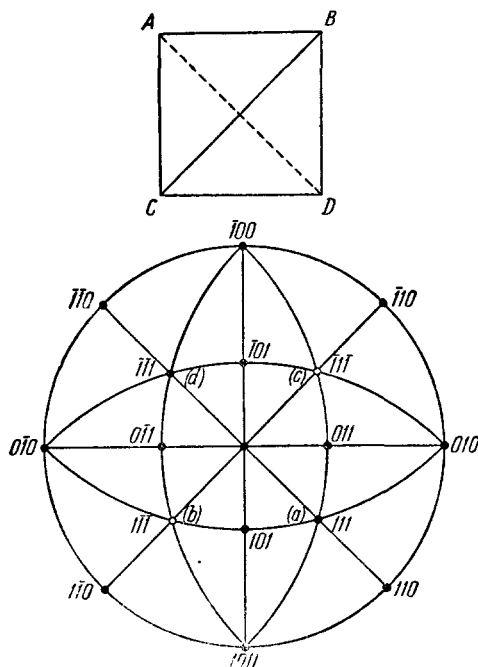


Рис. 18. Обозначения плоскостей скольжения и векторов Бюргерса в г. ц. к. кристалле по Томпсону.

Плоскости (a), (b), (c) и (d), противоположные вершинам A, B, C и D тетраэдра обозначений, соответствуют (111), ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$), ($\bar{1}\bar{1}1$) и ($11\bar{1}$). Средние точки граней обозначаются в том же порядке а, б, γ и δ.

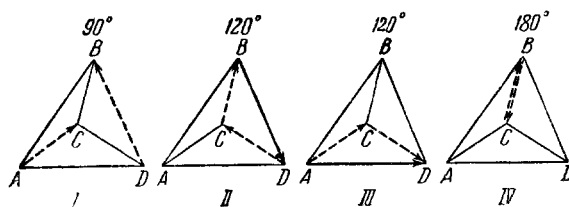


Рис. 19. Возможные (в г. ц. к. решетке) случаи взаимодействия дислокаций, первоначально расположенных в плоскостях (a) и (d). Указаны углы между векторами Бюргерса⁴².

в этой плоскости, и окончательная конфигурация определяется силами «линейного натяжения» дислокаций у тройных узлов. Это именно тот случай, который приводит к образованию гексагональных сеток, если плоский ряд дислокаций пересекается винтовыми дислокациями, движущимися по разным параллельным плоскостям. На рис. 20 приведен соответствующий пример — начало образования гексагональной сетки в нержавеющей стали.

В случае III угол между b_1 и b_2 также равен 120° , как и в случае II, но плоскость, в которой лежат b_1 , b_2 и b_p , не совпадает ни с (a), ни с (d). Результирующая дислокация Ломера—Коттрелла, возникшая по СВ, является краевой дислокацией в плоскости куба (001), а не октаэдра.

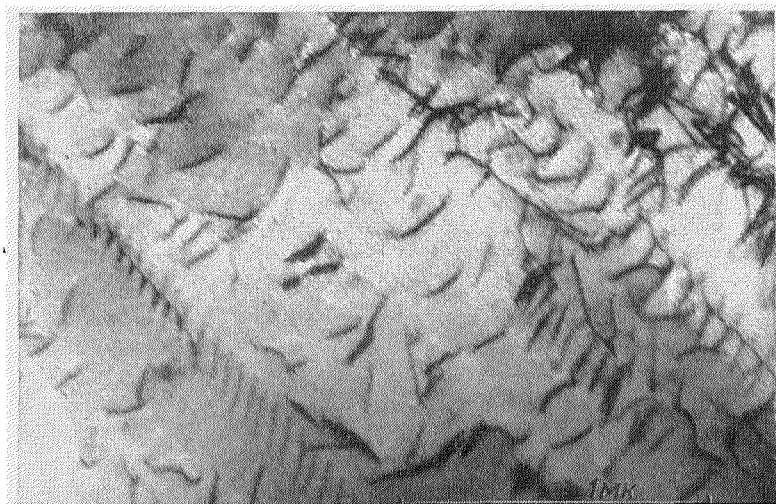


Рис. 20. Начальная стадия образования гексагональных сеток в результате пересечения плоского ряда дислокаций винтовой дислокацией другой системы скольжения.

Нержавеющая сталь (авторы обзора).

и не способна к скольжению. Поэтому она остается совершенно прямой, лежит строго в направлении типа $[110]$ и может быть идентифицирована на микрофотографиях фольги, как на рис. 21. Прямые сегменты дислокаций Ломера—Коттрелла чередуются с короткими промежуточными участками — «остатками» перескакающей дислокации.

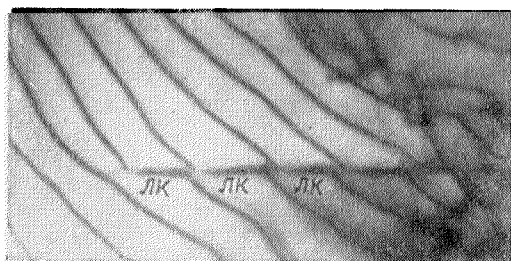


Рис. 21. Взаимодействие, отвечающее, вероятно, случаю II на рис. 19.

ЛК — отрезки дислокаций Ломера—Коттрелла.
Сплав Ni — 4% Al (авторы обзора)

В случае IV угол между b_1 и b_2 составляет 180° , и на участках взаимодействия происходит аннигиляция винтовых дислокаций. Тогда пересеченные и изогнувшиеся дислокации действием сил линейного натяжения должны вновь выпрямиться в плоскости (a), и все признаки прошедшей дислокационной реакции должны исчезнуть.

По мере накопления электронномикроскопических данных о дислокационной структуре металлов все большее внимание исследователей привлекают реакции между расщепленными дислокациями, которые наблюдаются не только в металлах с г. ц. к. кристаллической решеткой, но и в металлах с о. ц. к. или гексагональной решетками. Имеющиеся данные свидетельствуют о том, что в металлах практически всегда приходится иметь дело с расщепленными дислокациями, но с разной шириной полосы дефекта укладки у разных металлов и в разных условиях. Это существенно сказывается на характере и результатах взаимодействия дислокаций.

При сближении вытянутых дислокаций, скользящих по разным плоскостям, во взаимодействие с пересекаемой дислокацией вступает прежде всего одна (ведущая) частичная дислокация. В результате, помимо отмеченных выше возможностей для полных дислокаций уменьшить свою суммарную энергию, возникают новые возможности благодаря образованию L -образных (в сечении) дислокаций, соединяющих две полосы нарушенной укладки в разных плоскостях скольжения.

Так, в г. ц. к. решетке возможны 4 типа L -образных дислокаций с различной линейной энергией ϵ , равной $1/9, 2/9, 4/9$ или $5/9$ от энергии полной дислокации. Полная энергия системы из двух частичных и L -образной дислокаций (без учета энергии нарушения укладки) пропорциональна

$$\frac{1}{3} + \frac{1}{3} + \epsilon.$$

В случае I (см. рис. 19) конфигурация из трех дислокаций всегда будет стабильна, так как всегда $\epsilon < 2/3$, а суммарная энергия двух исходных расщепленных дислокаций $\sim 4/3$.

В случаях II и III (см. рис. 21), когда результирующая полная дислокация имеет энергию ~ 1 , конфигурация из трех дислокаций стабильна лишь при условии $\epsilon < 1/3$.

Не приводя все геометрически возможные взаимодействия вытянутых дислокаций, рассмотренные Фриделем⁵⁶ и Уэланом⁴², остановимся лишь на часто встречающемся случае, когда угол между векторами Бюргерса исходных дислокаций равен 120° , но барьер Ломера—Коттрелла образоваться не может.

В этом случае пересекаемая дислокация лежит в плоскости (а) и имеет $b_1 = DC = Da + aC$.

Соответственно для пересекающей дислокации в плоскости (d) имеем $b_2 = CB = C\delta + \delta B$. На рис. 22, а показана начальная стадия взаимодействия. Частичные дислокации $C\delta$ и δB притягиваются к частичной дислокации aC , так как их соединение снижает их суммарную энергию втрое

$$C\delta + \delta B + aC \rightarrow aB.$$

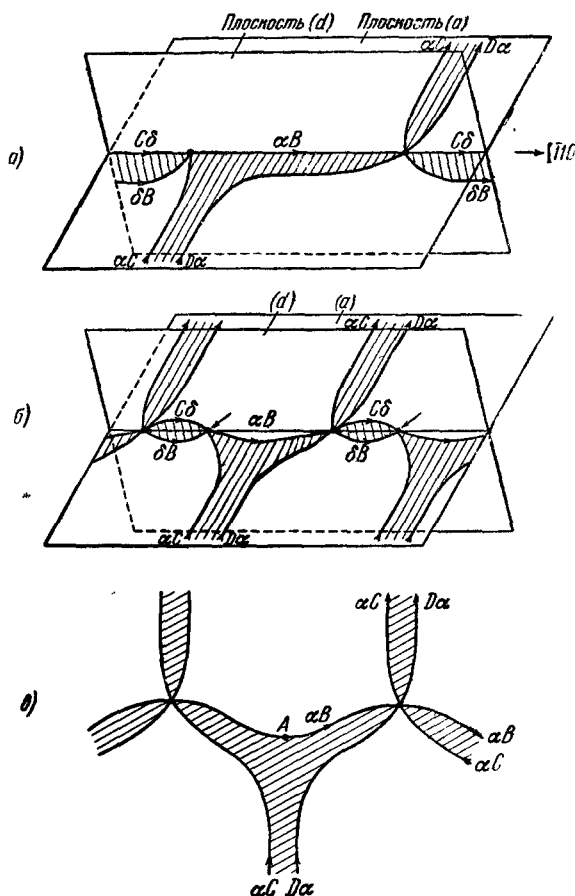


Рис. 22. Последовательные стадии взаимодействия расщепленных дислокаций с векторами Бюргерса под углом 120° друг к другу; случай образования гексагональной сетки.

а) Начало взаимодействия; б) узлы, обозначенные стрелками, стягиваются к тройным узлам действием линейного натяжения дислокации $La\alpha C$; в) конечная конфигурация содержит чередующиеся узлы со сжатыми и растянутыми дефектами укладки⁴².

Поскольку сама дислокация αB , как и ее вектор Бюргерса, лежат в плоскости (a) , ясно, что она может и должна двигаться в плоскости (a) под действием сил линейного натяжения дислокации $DaaC$. На рис. 22, б показано, как те же силы вызовут сокращение сегментов $C\delta\delta B$ (что равносильно их поперечному сдвигу) и, если пересекается не одна дислокация, а скопление, возникает конечная конфигурация в виде плоской гексагональной сетки, как на рис. 22, в. Важным и характерным для такой сетки является правильное чередование сжатых и растянутых узлов и зависимость геометрии узлов от энергии γ нарушения укладки.

В самом деле, в точке A , например (см. рис. 22, в), равновесная кривизна линии частичной дислокации определяется равновесием поверхностного натяжения дефекта укладки и силы, возникающей из линейной

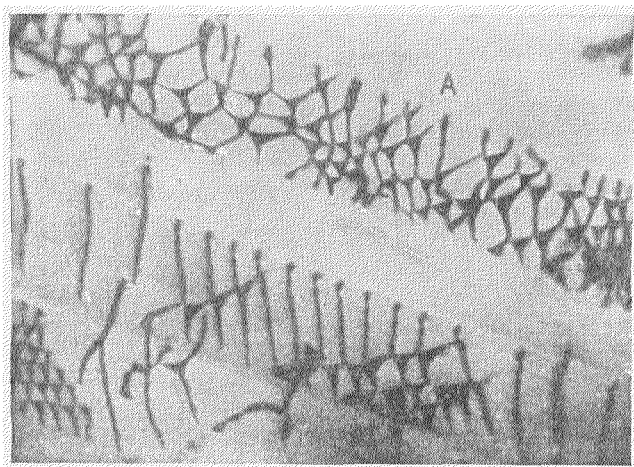


Рис. 23 Гексагональные сетки в нержавеющей стали, связанные с поверхностными линиями скольжения. Утоньшающая полировка с одной стороны фольги⁵⁵.

энергии и кривизны дислокации и эквивалентной линейному натяжению последней. Приняв линейную энергию равной $\frac{1}{2}Gb^2$, где G — модуль сдвига и b — вектор Бюргерса частичной дислокации, Уэлан⁴² получил выражение

$$\gamma = \frac{Gb^2}{2R},$$

где R — минимальный радиус кривизны дислокаций в узле *).

Таким образом, если удастся наблюдать структуру растянутых узлов и измерить максимальную кривизну частичной дислокации (у точки A на рис. 22, в), то можно оценить величину γ . Чем меньше γ , тем сильнее растянуты узлы, тем точнее измерение кривизны дислокации и вычисление величины γ ; вместе с тем снижается и ошибка, связанная с учетом взаимодействия между разными частичными дислокациями **).

Наблюдения дислокационных сеток в металлических фольгах полностью подтверждают изложенную теоретическую схему. В слабо деформированных металлах гексагональные сетки встречаются довольно часто,

*) Дислокационный узел предполагается достаточно удаленным от источников локальных напряжений, например отдельных дислокаций.

**) Практически метод Уэлана дает хорошие результаты, если γ меньше примерно 10—15 эрг/см².

показывающий расположение дислокаций перед началом взаимодействия: очевидно, что L -образные (в «профиле») дефекты укладки возникают именно путем соединения двух плоских дефектов, а не путем изгиба одного.

При исследовании фольг нержавеющей стали и других г. ц. к. металлов дислокационные реакции, подобные описанным, приходится часто

наблюдать в участках, где действуют две системы скольжения $\{111\}$.

В самое последнее время в различных лабораториях начаты систематические электронномикроскопические исследования объемно-центрированных металлов, геометрия дислокационной структуры которых сравнительно сложна и еще лишь разрабатывается⁹⁸. В железе⁷², сплаве Fe—55% Cr⁸⁷, ниобии⁹⁹ уже наблюдались довольно правильные плоские сетки дислокаций с чередующимися сжатыми и растянутыми узлами, что определенно говорит о расщеплении, по крайней мере, некоторых из дислокаций на две частичные с нарушением укладки между ними. По-видимому, в железе дислокации с вектором Бюргерса $[100]$ являются стабильными и образуют сетки с дислокациями типа $1/2 [111]$. Этот вывод подкреплён недавно результатами работы Кэрингтона, Хейла и Маклина⁹². Авторы анализировали сетки — границы ячеек в деформированном железе и показали, что многие из них состоят из двух дислокаций типа $1/2 [111]$, соединившихся с образованием одной дислокации типа $[100]$. К тому же выводу в отношении сплава Fe—55% Cr пришли Ненно с сотрудниками⁸⁷. Авторы



Рис. 25. Три последовательных снимка одного участка фольги нержавеющей стали.

Нормаль к фольге близка к $[321]$. Плоское скопление длинных дислокаций пересекается изолированными частичными дислокациями с образованием барьеров Ломера—Коттрелла. Видны сжатые и растянутые дефекты укладки в узлах⁴².

гексагональных сеток, в которых одна дислокация много короче двух других. Удивительная геометрическая правильность этих сеток позволяет предположить, что все они — плоские образования, подвижные в своей плоскости (тогда форма ячеек определяется только равновесием упругих «натяжений» дислокаций).

Таким образом, одним из важных и прямо наблюдаемых результатов взаимодействия дислокаций является возникновение различных —

как плоских, так и пространственных — узлов, сеток, решеток из дислокаций.

Однако эти дислокационные конструкции не являются конечными. Действием достаточных напряжений дислокация, попавшая при взаимодействии в потенциальную «яму», может быть вновь выведена из нее и сможет продолжить свое движение.

При определенных ориентационных соотношениях дислокаций и их векторов Бюргера важным следствием пересечения могут стать пороги на дислокациях, которые задерживают движение дислокаций и приводят к резкому изменению их формы — появлению острых, незакономерных перегибов. Сказанное иллюстрируют результаты работы Сегала и Парtridge⁵⁸, показанные на рис. 27. Растягивающее напряжение (и, следовательно, деформация) последовательно увеличивалось от 1 кг/мм^2 (а) до 7 кг/мм^2 (в); так же последовательно от плавной кривой до многократно ломаной линии менялась форма дислокаций.

Как видно из сказанного, наблюдение взаимодействия дислокаций подтвердило основные идеи теории дислокаций и ряд далеко не самоочевидных.

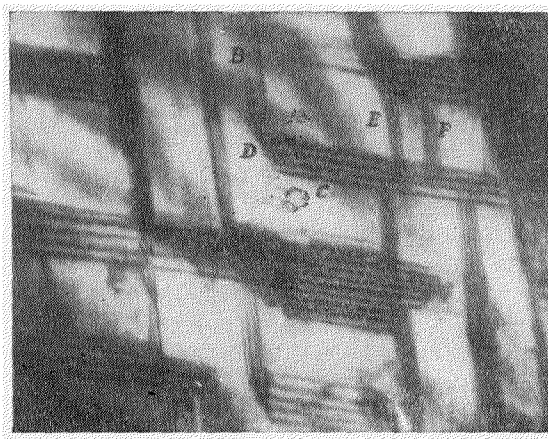


Рис. 26. Расщепленные дислокации двух систем скольжения (например, B и C) образуют L-образные дислокации (например, D).

Фольга из нержавеющей стали⁴²

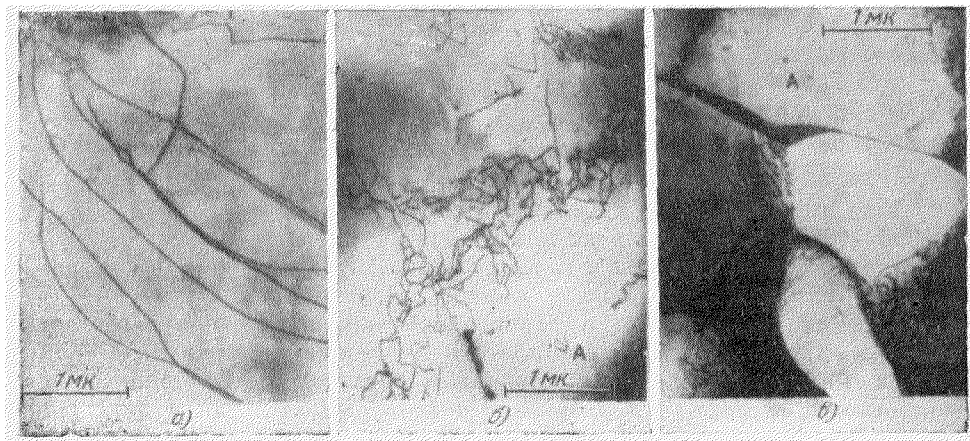


Рис. 27. Изменение дислокационной структуры и вида отдельных дислокаций в алюминии при последовательном увеличении напряжения растяжения:

а) 1 кг/мм^2 , б) 4 кг/мм^2 и в) 7 кг/мм^2 ⁵⁸.

видных деталей, предсказанных теоретически. Вместе с тем получен существенный материал, требующий теоретической обработки.

Изучение многих образцов привело Уэлана⁴², Хирша²⁵, Бейли и Хирша⁵⁹ к выводу, что основное взаимодействие между дислокациями

проявляется лишь на достаточно коротком расстоянии от точек пересечения. Почти не встречаются скопления из многих дислокаций у барьеров Ломера—Коттрелла, преодоление которых, возможно, требует не столь высоких напряжений, как это ожидалось.

Образование растянутыми дислокациями в г. ц. к. решетке сжатых в точку узлов в гексагональных сетках и другие наблюдения привели Уэлана к выводу, что реально возникают лишь нарушения укладки типа *ABCBCA*, вызывающие существенно меньшее возмущение решетки, чем «двухслойные» нарушения типа *ABCBAABC*, вероятность которых также предположена Франком (см. ¹⁰⁰). Таким образом, по-видимому, не оправдывается и предположение Томпсона ⁶¹ о возможности перехода одного типа нарушения укладки в другой в некоторой точке на длине растянутой дислокации.

7. З а р о ж д е н и е д и с л о к а ц и й

Проблема зарождения дислокаций — одна из основных проблем теории — до сих пор не нашла своего сколько-нибудь законченного решения. и прямые наблюдения зарождения новых дислокаций в процессе деформирования кристалла представляются особо важными.

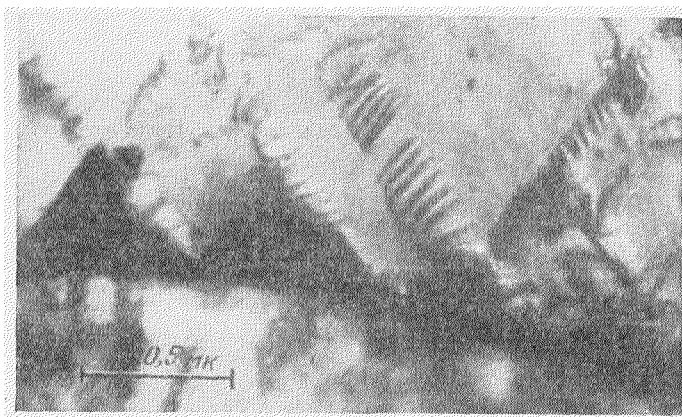


Рис. 28. Действие источников дислокаций на границе зерен в сплаве на никелевой основе (авторы обзора).

Уже в первых кинофильмах, снятых в лаборатории Хирша (Англия) в 1956—1957 гг., запечатлены моменты выхода дислокаций из некоторых участков на границе зерен в глубину зерна. При этом не удалось разрешить структурные особенности источников.

Существенные данные о зарождении дислокаций получены почти одновременно в работах Уилсдорфа ⁴⁴ и Бергезана и Фурдо ⁴³, выполненных с механическим деформированием образцов внутри электронного микроскопа во время наблюдения. Уилсдорф использовал методику описанную им ^{62,63} и уже использованную в работах ^{64,65}. Образец — пластинка длиной 9 мм и толщиной 0,3 мм — имел в средней части углубление с достаточно тонким для исследования дном. Условия деформации (растяжения) такого образца весьма близки к обычным условиям испытания массивных образцов.

Автор наблюдал действие шести типов механизмов размножения дислокаций в нержавеющей стали (в последующем перечне они расположены приблизительно в порядке уменьшения их вклада в общее число возникающих дислокаций).

1. З а р о ж д е н и е н а г р а н и ц е з е р е н. С началом деформации большинство дислокаций движется от границ зерен. Какие-то очень малые участки на границе, структуру и механизм действия которых еще не удалось увидеть, испускают дислокации одновременно по нескольким системам скольжения (рис. 28). Особенно активные участки часто расположены у сочленений трех зерен.

2. З а р о ж д е н и е н а г р а н и ц е д в о й н и к о в. На коротких участках некогерентных границ ситуация, очевидно, та же, что и на границах зерен.

На рис. 29 виден активный источник, испускающий дислокацию в оба двойника. В правом двойнике какой-то невидимый барьер, параллельный границе, задерживает движение дислокаций.

3. И с п у с к а н и е д и с л о к а ц и й п о л и г о н и з а ц и о н н ы м и с т е н к а м и. На рис. 30 такая стенка справа размывается после освобождения менее 50 дислокаций на длине 1 мк, что соответствует разориентировке «блоков» в 1° (на снимке также видно, как ряд час-

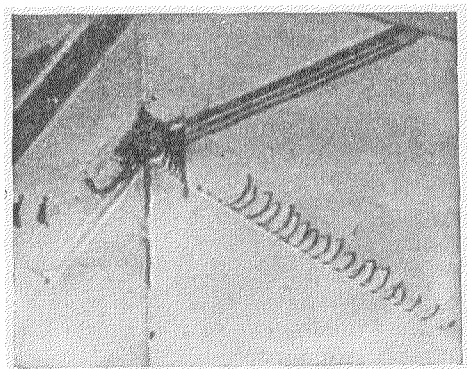


Рис. 29. Источник дислокаций на двойниковой границе в деформируемой фольге⁴⁴

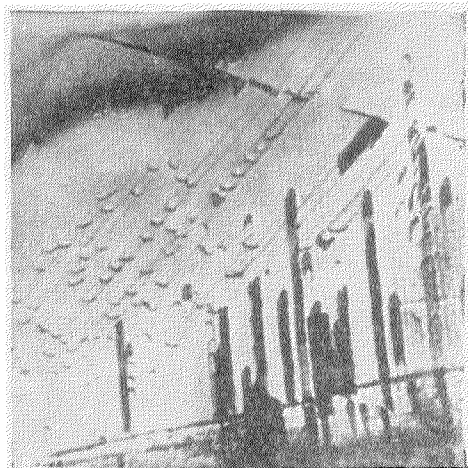


Рис. 30. Размытие полигонизационной стенки за счет эмиссии дислокаций⁴⁴.

тичных дислокаций «вытягивает» из неразрешенной полосы слева длинные дефекты укладки).

4. З а р о ж д е н и е н а п о в е р х н о с т и р а з д е л а р а з н ы х ф а з, где неизбежны сильные нарушения. На рис. 31 виден ряд дислокаций, генерированных источником на поверхности включения. Включение не прозрачно для электронов, и потому детали процесса не видны.

5. К л а с с и ч е с к и й и с т о ч н и к Ф р а н к а—Р и д а, показанный на рис. 32 в виде свободного участка дислокации между точками *A* и *B*. Испускаемые источником петли дислокаций, перерезанные поверхностями фольги, расходятся в стороны. У включения над *B* действует другой источник в плоскости, почти перпендикулярной к плоскости фольги, и в районе *C* видны последствия взаимодействия дислокаций двух рядов—ступеньки высотой ~ 250 Å, тормозящие движение.

Расчет показал, что напряжение, при котором действует источник *AB*, составляет ~ 20 кг/мм².

Другие детали механизма разрешить не удалось.

6. Возникновение источников дислокаций во время скольжения, благодаря взаимодействию дислокаций. Уилсдорф приводит 4 последовательных снимка и схему (рис. 33) одного участка фольги, показывающих, как дислокация в bde , остановленная в точках c и d во время движения, начинает действовать в плоскости $ABCD$ в точности так, как предсказано Франком и Ридом⁶⁶

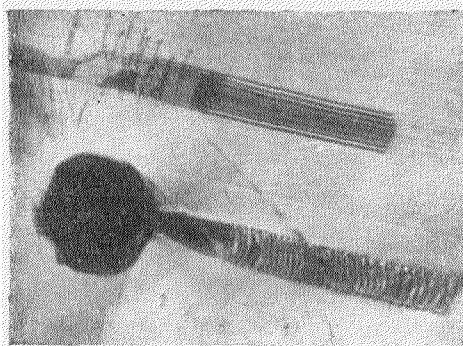


Рис. 31 Источник дислокаций на поверхности включения в деформируемой фольге⁴⁴.

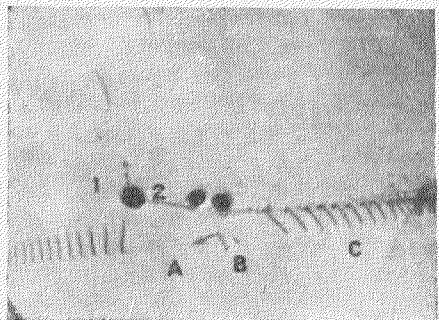


Рис. 32. Классический источник (АВ) Франка — Рида в деформируемой фольге⁴⁴.

для источника спирального типа. При этом видно, как петли накапливаются у поверхностей фольги (вдоль линий AB и CD), не выходя на поверхность. Бергезан и Фурдо⁴³ описали и другие варианты закрепления дислокации в фольге, приводящие к возникновению источников типа Франка—Рида. Они отметили также, что часто видны экстинкционные полосы, расходящиеся радиально от действующего источника и обнаруживающие обычно высокую концентрацию напряжений у источника. Авторы утверждают, что им удалось наблюдать и картину динамического зарождения дислокаций, подобную предположенной Моттом⁶⁷ и Фишером с сотрудниками (см. ⁶⁸). Однако приводимые в работе микрофотография и ее описание не являются достаточно убедительными.

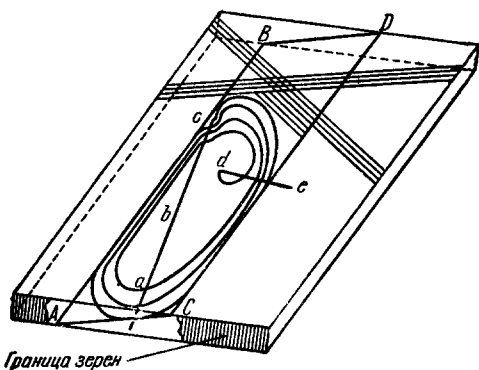


Рис. 33. Схема спирального источника, возникшего во время скольжения дислокации (ade) в деформируемой фольге из нержавеющей стали.

У точек c и d дислокация встретила активную плоскость скольжения и участок cd стал источником⁴⁴

пропорционально толщине фольги и размерам зерен, но предположение о том, что только поэтому основными источниками дислокаций оказались границы зерен и двойников, вряд ли было бы логично. До сих пор так и не было получено никаких прямых доказательств тому укоренившемуся представлению, что основными источниками дислокаций являются источники Франка—Рида. Кроме того, в последние годы предложены новые механизмы размножения дислокаций, которые кажутся также реально существующими.

вующими. Таким примером могут служить призматические петли, рассмотренные в работах Кюльман-Уилсдорф⁶⁹ и ее с сотрудниками⁷⁰ и отчетливо наблюдаемые, например, в закаленном^{52, 53, 36} или деформированном⁵⁸ алюминии. Следует, однако, учитывать, что взаимодействие движущихся дислокаций с призматическими петлями может приводить и к исчезновению петель с уменьшением общей плотности дислокаций, как показано в работе Вандервута и Уошбена⁵³.

Электронномикроскопические наблюдения выявили интересную возможность возникновения множества источников дислокаций внутри деформируемого кристалла благодаря взаимодействию движущихся дислокаций со скоплениями вакансий (см. ниже, раздел 9).

В кинофильме, снятом Хиршем с сотрудниками в 1957 г.⁴⁰, запечатлен также процесс зарождения дислокаций, специфический для тонкой фольги: дислокации зарождаются в разных местах острого клинообразного края фольги и движутся в ее толщу. Очевидно, что на краях фольги напряжения могут достигать очень больших величин, а образование очень короткой дислокации требует соответственно малой затраты энергии. В опытах Уилсдорфа действие таких «краевых» источников дислокаций было исключено, так как полировка образца перед деформацией не доводилась до появления отверстий с их обычно острыми краями.

Таким образом, для детального изучения механизма действия наиболее важных (по своей продуктивности) источников дислокаций необходимы дальнейшие исследования, вероятно, с прямым кинематографированием действующих источников дислокаций при достаточно больших электроннооптических увеличениях.

8. Структура деформированного металла и упрочнение

Под влиянием деформации, термической обработки и облучения структура металлов и сплавов претерпевает существенные изменения. Но до недавнего времени представления об этих изменениях, основанные главным образом на рентенографических и металлографических данных, ограничивались лишь самыми общими чертами, а детализации обычно носили чисто спекулятивный характер. Прямое электронномикроскопическое исследование позволило, наконец, непосредственно и детально изучать дислокационную структуру кристаллов в самых различных состояниях, в том числе — в состоянии сильного наклепа.

Соотношение пластических свойств — способности к деформации и сопротивления деформированию металлов и сплавов с их дислокационной структурой — один из важнейших вопросов металлофизики, изучение которого решительно продвинулось вперед с применением электронного микроскопа.

В полном соответствии с теоретическими предсказаниями Зеегера⁴¹, работы, проведенные за последние годы главным образом английскими исследователями^{25, 86}, четко показали, какое глубокое влияние на формирование структуры металлов с г. ц. к. решеткой оказывает в ходе пластической деформации величина (γ) энергии нарушения укладки атомных слоев. Выше уже обсуждались основные особенности поведения отдельных дислокаций, непосредственно связанные с этой величиной. Эти особенности сказываются и на характере расположения дислокаций уже после самой небольшой пластической деформации — как только в практически совершенных объемах зерен хорошо отожженного металла (см. рис. 5) появляются первые дислокации (рис. 34 и 27). Дело в том, что основное количество дислокаций в начале течения генерируется в виде плоских групп концен-

трических петель небольшим числом наиболее активных источников, и в металлах с низкой γ (см. рис. 34) дислокации, остановленные препятствием (например, границей зерен), не выходят из своей плоскости скольжения. Только этим можно объяснить расположение концов дислокаций одного ряда на прямых линиях — линиях пересечения плоскости скольжения $\{111\}$ с поверхностью фольги. Часто ряд имеет вид, типичный для скопления дислокаций, каким оно представлялось теоретически⁴¹ и наблюдалось металлографически⁷¹, т. е. с постепенным уменьшением дистанции между дислокациями при приближении к препятствию, остановившему ведущую дислокацию ряда (см. рис. 34)¹⁰⁹.



Рис. 34. Плоские скопления дислокаций у границы зерен в никеле.

Деформация 2% (растяжение) (авторы обзора).

С другой стороны, в алюминии, металле с наивысшей γ , подобные плоские скопления не возникают (см. рис. 27), хотя движение рядов дислокаций, испущенных одним источником, наблюдается часто при отсутствии каких-либо препятствий. Это говорит о том, что в алюминии уже на этой (начальной) стадии деформации и при комнатной температуре протекает поперечное скольжение, предотвращающее образование плоского скопления при встрече ведущей дислокации с препятствием и приводящее к формированию весьма неправильных дислокационных сеток. Увеличение степени деформации приводит к перестройке дислокаций в более совершенные сетки — границы субзерен, внутренний объем которых сравнительно свободен от дислокаций (см. рис. 27, в)⁵⁸.

Если сопоставить распределение дислокаций в разных металлах и сплавах после примерно одинаковой де-

формации, то получается непрерывный ряд материалов, структуры которых, постепенно изменяясь, занимают промежуточные положения между алюминием и нержавеющей сталью¹⁰⁹ (или другими сплавами, с еще более низкой γ)¹¹⁰.

Так, в α -латуни ($\gamma \cong 20 \text{ эрг/см}^2$) распределение весьма подобно распределению в нержавеющей стали после любой деформации. После деформации на 5—10%, несмотря на включение в действие вторичных систем скольжения, в обоих сплавах без труда можно различить плоские ряды дислокаций, образующие плоские сетки при пересечениях с дислокациями других систем скольжения.

В золоте ($\gamma = 33 \text{ эрг/см}^2$) распределение дислокаций уже иное: они собираются в сгущения, образующие вначале с трудом различимые субграницы между «блоками», средний диаметр которых $\sim 0,5 \text{ мк}$. Довольно часто наблюдается поперечный сдвиг. Расположение дислокаций рядами по плоскостям скольжения становится реже.

В меди ($\gamma \cong 40 \text{ эрг/см}^2$), никеле ($\gamma \cong 90 \text{ эрг/см}^2$) и других металлах с повышенными значениями γ распределение все более приближается к наблюдаемому в алюминии: менее различимы становятся плоские ряды дислокаций, но возникают поперечные объемные решетки дислокаций—субграницы.

По данным Хови, сообщенным в докладе на кэмбриджском симпозиуме (1960 г.), в сплавах с $\gamma = 6 \text{ эрг/см}^2$ даже после очень сильной деформации можно еще различить отдельные плоскости скольжения. Если же γ превышает $\sim 20 \text{ эрг/см}^2$, дислокации распределяются плотно, беспорядочно и однородно. С дальнейшим повышением γ появляется тенденция к образованию ячеистой структуры.

В чистой меди границы ячеек образуются постепенно из обрывков сеток, в которых невозможно различить отдельные плоскости скольжения. Размер ячеек не более 1 мк. Чем выше γ , тем более резкие, четкие границы между ячейками наблюдаются в сильно деформированном материале.

Тенденция к образованию субзерен и частое поперечное скольжение, по данным Томлинсона⁷² и авторов настоящего обзора^{97, 101}, наблюдаются также в объемноцентрированном железе (рис. 35) и находятся в согласии с волнистостью линий скольжения на поверхности железных образцов.

Кэрингтон, Хейл и Маклин⁹² изучали распределение дислокаций в железе после отжига, холодного наклепа, отдыха (450—100°) и высокотемпературной ползучести. Во всех случаях наблюдались

результаты взаимодействия дислокаций с образованием сеток. С повышением степени холодной деформации растет плотность дислокаций, возникает ячеистая структура, появляются дислокационные петли. В процессе отдыха наклепанного железа и его сплавов⁸⁷ дислокации выстраиваются в стенки-сетки разного типа.

В нескольких работах изучались структурные изменения, связанные с явлением усталости металлов^{55, 58}. Уже простое сопоставление характера распределения дислокаций в алюминии⁵⁸ после статического растяжения (см. рис. 27) и испытания на усталость (рис. 36) показывает, что при знакопеременном нагружении в «упругой» области возникает особо высокая плотность дислокаций вообще и призматических петель в частности при отсутствии полигонизации, характерной для алюминия, деформированного обычным образом. Дислокационные линии, расположенные неправильными сетками, приобретают множество переломов, связанных, по-видимому, с порогами — результатом взаимодействия дислокаций друг с другом и, в особенности, с точечными дефектами. Таким образом, возникновение множества таких дефектов характерно для усталостного нагружения. Кроме того, в работе⁵⁵ показана (на нержавеющей стали) связь типичных для усталостных образцов поверхностных борозд (зона так называемых интрузии и экструзии) со следами скольжений и множеством дефектов укладки.

Возможность прямого наблюдения изменений дислокационной структуры в результате (и даже во время) деформации позволила проверить

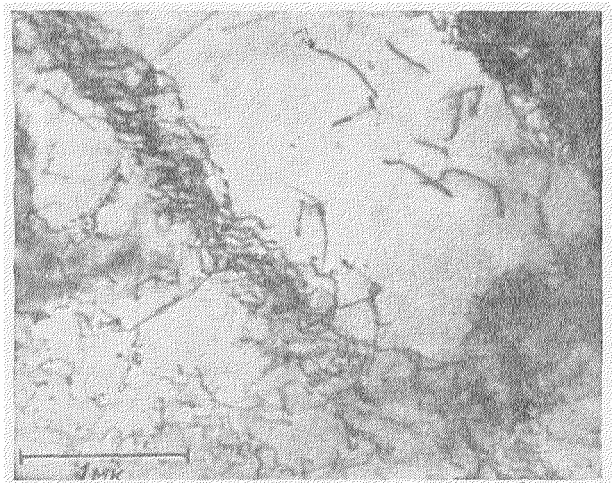


Рис. 35. Железо, деформированное на 10% растяжением.

Неоднородность плотности дислокаций (авторы обзора)

некоторые предположения, положенные в основу теорий упрочнения металлов.

Значительная работа в этом направлении выполнена Бейли и Хиршем⁵⁹ по распределению и плотности дислокаций в деформированном серебре. Удлинения на 10, 20 и 30% при 20° С дали примерно одну и ту же ячеистую структуру с диаметром ячеек ~ 1 мк. Между ячейками — сложные трехмерные скопления — клубки дислокаций. Ни плоских скоплений дислокаций, ни плоских сеток — малоугольных границ авторы не обнаружили. Плотность дислокаций в клубках растет по мере роста деформации, хотя осталось неясным, меняется ли при этом толщина «стенки» между ячейками. Микродифракционное исследование показало, что разориентировка соседних ячеек не превышает 1°. Исходные границы



Рис. 36. Алюминий после усталостного разрушения ($1,4 \cdot 10^6$ циклов⁵⁸).

зерен несколько грубеют, но остаются отчетливо различимыми, причем существенных нарушений сплошности металла не заметно даже после наибольшей деформации. Плотность дислокаций, подсчитанная по микрофотографиям, растет от $2,2 \cdot 10^{10}$ после деформации 11% до $6,8 \cdot 10^{10}$ после деформации 32% (ошибку определения авторы оценивают в 25%, помимо возможных систематических ошибок, связанных, например, с невидимостью части дислокаций). Во всех случаях плотность дислокаций в участках скоплений (решетки-стенки между ячейками) примерно в 5 раз превышает среднюю их плотность.

Бейли и Хирш произвели также тщательные калориметрические измерения остаточной энергии деформации, выделяющейся при от-

дыхе и рекристаллизации. Полученные данные позволили авторам сопоставить экспериментальные значения напряжений течения, остаточной энергии деформации и плотности дислокаций и, таким образом, проверить справедливость современных дислокационных представлений о природе упрочнения металлов.

Оказалось, что наиболее детально разработанная Фриделем⁵⁶ и Зеегером⁴¹ теория упрочнения, основанная на модели плоских скоплений с дальнедействующими полями упругих искажений, не оправдывается ни по отношению к напряжению течения, ни по отношению к запасенной энергии деформации*). Больше того, во всех исследованных чистых металлах на II и III стадиях упрочнения электронномикроскопически вообще не наблюдаются плоские скопления дислокаций. Нет никаких признаков и образования достаточно длинных барьеров Ломера—Коттрелла, которые могли бы, как это следует из теории Зеегера, удерживать большие скопления дислокаций внутри зерен.

*) Правда, в дискуссии по этому вопросу, состоявшейся в 1960 г. в Москве, проф. Зеегер отметил неточность в расчете энергии скопления дислокаций, которое Бейли и Хирш заменяют одной большой дислокацией. Более точный расчет дает лишь небольшое превышение экспериментальной величины. Однако и в этом случае теория Зеегера дает не лучшие результаты, чем теория, развиваемая Хиршем.

С другой стороны, теория, развиваемая Коттреллом⁷³, Хиршем⁷⁴, Базинским⁷⁵ на основе представления, что напряжение течения (τ_k) определяется ближним взаимодействием пересекающихся дислокаций, не дает оценки наблюдаемой (на поверхности образца) длине линий скольжения, не рассчитывает полностью температурной зависимости τ_k и не дает механизма периодического запуска источников по мере роста деформирующего напряжения (последнее не объясняется и теорией Зеегера).

Однако данные прямого электронномикроскопического исследования привели к новым идеям, которые успешно разрабатываются кэмбриджской группой металлофизиков.

Развивая идеи Хирша, Мотт¹⁰² полагает, что движение винтовой дислокации тормозится порогами, возникающими на ней в результате пересечения с дислокациями других систем скольжения. Дислокации движутся до тех пор, пока их не остановит растущая плотность порогов (а не какое-либо препятствие). С равной вероятностью возникают пороги двух типов. Как показал анализ, проведенный Хиршем, пороги первого типа, двигаясь вместе с дислокацией, порождают цепочки вакансий и вносят основной вклад в сопротивление дислокации движению. Пороги второго типа, которые, двигаясь с дислокацией, должны были бы порождать цепочки внедренных атомов, легче двигаются консервативно, вдоль дислокации; вклад таких порогов в общее сопротивление деформации обычно несуществен. При снятии внешнего напряжения знаки порогов меняются на обратные, и пороги второго типа удерживают дислокацию от возврата в источник (этот важный момент, между прочим, не нашел удовлетворительного объяснения в теории Зеегера).

С началом II стадии деформации вторичное скольжение становится сравнимым по масштабам с вызывающим его первичным скольжением, составляя, например, $1/3$ последнего, и производит большую часть наблюдаемых сеток дислокаций, а также пороги на движущихся дислокациях, в том числе и на источниках, тем самым их запирая. Новое повышение напряжения заставляет пороги на источниках двигаться и аннигилировать, что приводит к повторному запуску источников.

Таким образом, и упрочнение, и длина линий скольжения получают простое объяснение с единой точки зрения.

С повышением температуры деформирования наступает момент, когда цепочки вакансий за движущимися порогами начинают сокращаться за счет рассеивания вакансий тепловым движением. Сопротивление порогов движению дислокации становится резко зависящим от температуры — соответственно наблюдается сильная температурная зависимость сопротивления металла деформации выше этой «критической» температуры. При очень низких температурах увеличивается вклад со стороны порогов второго типа, требующих для своего консервативного движения вдоль дислокации стягивания дефекта укладки — соответственно усиливается температурная зависимость сопротивления деформации. В широкой промежуточной области температур (примерно от $1/5$ до $1/2$ доли температуры плавления) сопротивление движению дислокаций с порогами, в хорошем согласии с опытом, почти не зависит от температуры.

Исходя из представления об аннигиляции порогов как механизме запуска источника и рассчитав вероятность повторных пересечений источника с образованием новых порогов, Мотт оценил длину линии скольжения, образующейся за один такой «цикл», и получил правильный порядок величины.

Таким образом, оказывается, что вторичное скольжение, наблюдающееся электронномикроскопически уже при очень небольших деформациях, ответственно за большую часть напряжения течения деформированных

г. ц. к. металлов через возникновение дислокационных сеток и порогов на движущихся дислокациях и источниках. Из такого представления вытекает, что при холодной деформации образуются вакансии, но не внедренные атомы.

Мотт считает ¹⁰², что в настоящее время, в значительной мере благодаря результатам прямых электронномикроскопических исследований, «мы имеем начало последовательной картины явления упрочнения» (по крайней мере — г. ц. к. металлов). Вместе с тем многое остается еще неясным, и потребуется большая работа теоретиков и экспериментаторов для выяснения относительного вклада разных механизмов торможения дислокаций и блокировки источников на I и III стадиях деформации и при разных температурах и способах деформации.

Следует отметить, что представление о торможении дислокаций полями искажений вокруг плоских скоплений можно было бы подвергнуть прямой экспериментальной проверке с помощью электронного микроскопа. Поля упругих искажений, когда они действительно существуют, обнаруживаются по контрасту на электронномикроскопическом изображении кристалла. Они отчетливо выявляются, например, у зон Гинье—Престона в стареющих сплавах Al—Cu на когерентной стадии распада ⁴⁹. Наличие контраста в последнем случае и отсутствие его у границ зерен и у различных сложных переплетений дислокаций в деформированных металлах говорят, по-видимому, о существенной взаимной компенсации упругих полей соседних дислокаций. Дальнейшее более тщательное изучение таких полей с использованием, в частности, минимальной апертуры освещающего электронного пучка, должно позволить сделать обоснованное заключение о дальнодействии упругих искажений кристаллической решетки в металлах.

9. Дислокации и точечные дефекты

Исследуя закаленный и «состаренный» алюминий, Хирш с сотрудниками ⁵² обнаружили малые дислокационные петли. Каждая такая петля мыслится как результат конденсации избыточных вакансий в дископодобную полость, которая, достигнув определенных размеров, захлопывается, образуя призматическую дислокационную петлю. Исследование поведения этих петель дало впоследствии некоторые сведения о процессе возникновения дислокаций, требующем, как известно, диффузии вакансий или внедренных атомов.

Подтвердились представления о температурной зависимости концентрации вакансий и энергии активации их диффузии ³⁶, как и о формах дислокаций, возникающих в результате коагуляции вакансий в металлах с разной энергией нарушения укладки.

В алюминии (рис. 37) в результате закалки возникают дислокационные петли ^{52, 46, 36, 53}. Петли расположены по всем четырем плоскостям типа {111} и имеют вектор Бюргерса, не лежащий в плоскости петли ³⁶, т. е. имеют призматический характер. Вычисленная из плотности петель концентрация вакансий после закалки от разных температур по данным ⁵² хорошо согласуется с вычисленной из закалочного эффекта электросопротивления ⁷⁷.

Петли отсутствуют в зонах шириной около микрона вблизи дислокаций и границ зерен, которые во время закалки как бы впитывают вакансии ^{46, 53}.

В золоте ⁷⁸ и серебре ⁷⁹, с их невысокой энергией нарушения укладки, обнаружены тетраэдрические дефекты укладки. Расчет показывает, что в золоте эта конфигурация более выгодна, чем петля, и потому скопления вакан-

сий преобразуются именно в тетраэдры. Концентрация вакансий, необходимая для образования наблюдающихся числа и размеров тетраэдров дефектов в золоте, оказалась порядка ожидавшейся⁸⁰.

Структура закаленных меди^{81, 83} и никеля²⁵, у которых энергия нарушения укладки выше, чем в золоте и серебре, подобна структуре закаленного алюминия. Призматические петли наблюдаются и в закаленных твердых растворах Cu, Ag и Mg в алюминии, причем присутствие чужеродных атомов мешает собиранию вакансий в диски, значительная часть вакансий при закалке фиксируется в «растворе», и число дислокационных петель уменьшается.

С ростом концентрации твердого раствора, а также с понижением скорости охлаждения или температуры закалки усиливается тенденция к образованию геликоидальных дислокаций (рис. 38) при осаждении вакансий на винтовых дислокациях. Томас и Уэлан³⁴ экспериментально показали, что вектор Бюргерса геликоида действительно, как и предполагалось, направлен параллельно его оси, в одном из направлений типа $[110]$. В закаленных от $540-500^\circ$ образцах сплавов Al—4% Cu радиус и шаг спирали геликоида колеблются от ~ 250 до 1500 \AA , а после закалки от 440° шаг спирали — несколько сотен ангстрем, а радиус — еще меньше. Соответственные концентрации вакансий составляют $3 \cdot 10^{-5}$ и $2 \cdot 10^{-6}$.

В некоторых работах изучались структурные изменения при отпуске закаленного алюминия. Вандервут и Уошберн⁵³ нашли, что призматические петли начинают исчезать после 10-минутной выдержки при 125°C

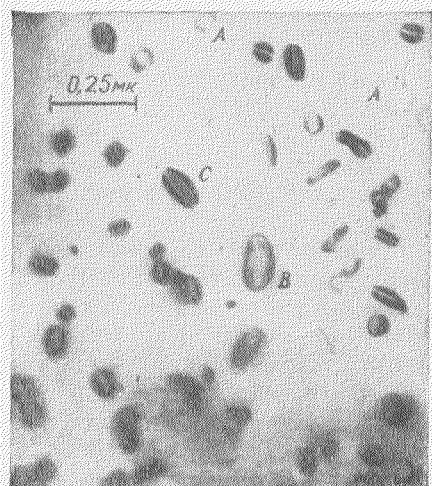


Рис. 37. Дислокационные петли в закаленном алюминии²⁸.

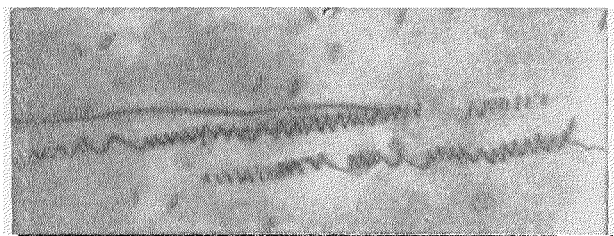


Рис. 38. Геликоидальные дислокации в сплаве Al—4% Cu, закаленном от 540° (см. ³⁴).

и полностью исчезают при 200° . С началом «растворения» петель увеличивается число неправильно изогнутых дислокаций. Когда старение приводит к исчезновению всех петель (10 мин при 200°C), дислокации вновь выпрямляются. Силкоккс и Уэлан³⁶ наблюдали этот процесс непосредственно в электронном микроскопе. Эти наблюдения не оставляют сомнения в том, что петли исчезают путем эмиссии вакансий, а скорость процесса

около 170°C *) в точности совпадает с предсказываемой теоретически для самодиффузии с энергией активации $1,3\text{ эв}$. Процесс очень напоминает растворение выделений второй фазы с повышением температуры: уменьшение числа петель происходит не только за счет их «растворения», но и за счет «коагуляции» — подрастания остающихся петель. Исчезновение петель совпадает (по режиму отпуска) со снятием закалочных эффектов электросопротивления.

Тетраэдры дефектов укладки в закаленном золоте оказываются устойчивыми против отжига вплоть до 400°C , что согласуется и с фактическим изменением свойств и с тем простым соображением, что сокращение тетраэдра связано с образованием широких порогов на его гранях ⁷⁸.

Вместе с тем остается все еще неясным вклад в закалочные эффекты со стороны невидимых скоплений вакансий и порогов на дислокациях.

Результаты изучения структуры закаленных металлов и сплавов позволяют понять как закалочное упрочнение чистых металлов (взаимодействие движущихся дислокаций с закалочными дефектами), так и зависимость кинетики старения сплавов от условий закалки. Дело в том, что прямое изучение структуры стареющих сплавов на начальных стадиях распада пересыщенного твердого раствора показало в ряде случаев возникновение зародышей новой фазы на дислокациях ^{49, 46, 82}. Следовательно, температура нагрева под закалку и скорость охлаждения, определяющие дислокационную структуру закаленного сплава, должны влиять на кинетику старения.

Уэстмакотт с сотрудниками ⁸¹ наблюдали в закаленных алюминиевых сплавах интересный процесс трансформации дислокационного кольца вблизи источников Франка—Рида. Винтовые участки расширяющегося кольца, взаимодействуя с вакансиями, «завиваются» в спирали около вектора Бюргерса кольца. Движение этих участков затрудняется, тогда как краевые составляющие кольца продолжают двигаться. По-видимому, при достаточном напряжении кольцо может (и это действительно наблюдается) оторваться от витков спирали, оставив за собой серию петель примерно того же диаметра, что и витки геликоида. Эти петли имеют тот же вектор Бюргерса, что и исходное кольцо, и лежат в одной из двух плоскостей типа $\{111\}$, которые не содержат этот вектор. Авторы подтвердили также вывод ³⁴ об образовании геликоидальных дислокаций и при цилиндрическом скольжении призматических дислокаций.

Фури и Уилсдорф ¹⁰³ наблюдали в деформированном алюминии узкие дислокационные петли, вытянутые в направлениях типа $\{112\}$, т. е. в направлениях сдвига. Аналогичную картину наблюдали Прайс в цинке ¹⁰⁴, Уошберн с сотрудниками в окиси магния ¹⁰⁵, Кюльман-Уилсдорф с сотрудниками ¹⁰⁶. Авторы настоящего обзора наблюдали подобные петли в никелевых и железных сплавах. Таким образом, речь идет о весьма общем явлении.

В работе ¹⁰³ предложены четыре механизма образования таких петель. Все они предполагают, что скользящая винтовая дислокация наталкивается на скопление вакансий (микропору), которое не преодолевается скольжением. При дальнейшем движении дислокации две ее ветви, оттянутые назад препятствием и ставшие краевыми, «впитывают» вакансии из скопления и выходят (переползают) в противоположных направлениях из своей плоскости скольжения. На некотором расстоянии от поры, когда «питание» вакансиями из удалившегося источника затруд-

*) Температура, при которой процесс протекает с приемлемой для визуального наблюдения скоростью.

няется, эти ветви смыкаются, и образуется узкая петля, не лежащая в плоскости скольжения и вытянутая вслед упреждающей дислокации.

Поскольку отдельные участки такой петли могут стать активными источниками дислокаций, подобный механизм может привести к очень быстрому размножению дислокаций при деформации и образованию полос скольжения.

Возникновение множества малых областей сильных искажений и петель дислокаций наблюдалось в алюминии⁸³ и меди²⁵ после их облучения нейтронами или α -частицами. Оценочные подсчеты дают плотность дислокаций (в петлях) после сильного облучения более 10^{10} см^{-2} , что, по-видимому, и вызывает упрочнение и изменение физических свойств материалов. Отжиг при 800°C меди, облученной α -частицами, привел к образованию пор диаметром около 1000 \AA — вероятно, пузырьков гелия⁸³, как и предполагалось на основании рентгенографических данных.

10. Общезначимое и специфическое в структуре тонких фольг

Как указывалось выше, дислокационная структура фольги, приготовленной из отожженного или слабдеформированного образца, претерпевает некоторые изменения при воздействии электронного пучка вследствие движения дислокаций. Это движение начинается лишь спустя некоторое время после начала наблюдения, и за ним нетрудно проследить. Труднее экспериментально установить, происходят ли (и какие именно) изменения в плотности и расположении дислокаций в процессе изготовления фольги, т. е. во время электролитического утоньшения исходного образца. Очевидно, что по мере утоньшения образца остаточные напряжения в нем должны снижаться, должны устраняться некоторые препятствия скольжению. Поэтому можно ожидать изменений первоначальной дислокационной структуры. Для закаленного или облученного материала опасность таких изменений, по-видимому, отпадает, так как большая часть дислокационных петель и другие дефекты здесь малы по сравнению с толщиной фольги.

В других случаях — ситуация менее определенная, и потому Зеегер и его школа считают, что рельеф, возникающий на полированной поверхности образца при его деформировании, точнее характеризует его внутреннюю дислокационную структуру, чем дислокационная структура фольги, полученной путем утоньшения образца.

Для установления связи дислокационной структуры с рельефными линиями скольжения (ступеньками сдвигов) на поверхности плоского деформированного образца из нержавеющей стали Хирш с сотрудниками⁵⁵ полировали образец с одной стороны, защитив другую его сторону лаком. Полученный препарат позволил авторам изучать одновременно как внутреннюю структуру образца, так и рельеф его поверхности, возникший при деформации. Оказалось, что каждой линии скольжения соответствуют свои дислокации или сетки дислокаций, расположенные в той же плоскости скольжения (см. рис. 23). Это означает, что такое распределение дислокаций возникло при деформации одновременно с возникновением рельефа линий скольжения. Авторы установили также, что распределение дислокаций непосредственно под поверхностью деформированного образца не отличается от распределения их в глубине металла.

С другой стороны, Томасом и Хейлем⁸⁸ тем же методом установлено, что рельефные линии сдвига на поверхности деформированного алюминия не связаны с подповерхностными дислокациями или дислокационными сетками, как в нержавеющей стали.

Этот факт объясняется, по Хиршу, отсутствием плоских скоплений дислокаций в алюминии из-за высокого значения γ , хотя остается еще неясным происхождение линий-ступенек сдвига на поверхности, так как каждая ступенька — след значительного числа дислокаций, двигавшихся в одной плоскости или в очень близких параллельных плоскостях. Тот же факт, по Зеегеру, объясняется перераспределением дислокаций в скоплениях (благодаря легкости поперечного сдвига) во время утоньшения образца, что приводит к образованию «чистых» от дислокаций ячеек, окруженных плотными дислокационными стенками.

В работе Мадера и Зеегера ⁸⁹ дана схема образования ячеистой внутризеренной структуры в результате поперечного скольжения на III стадии упрочнения. Схема эта не вызывает сомнения, однако она не решает вопроса о том, когда происходит образование наблюдаемой структуры — в процессе деформации или во время утоньшающей электрополировки. Имеется немало убедительных фактов и соображений, подкрепляющих точку зрения Хирша ²⁵.

Плотность дислокаций в деформированных поликристаллических образцах Al, Cu, Au, Ag, Ni, подсчитанная с помощью электронного микроскопа ²⁵, не отличается от плотности, найденной при исследовании массивных образцов с помощью рентгеновского микропучка ⁷⁶. Дислокационная структура металлов после деформации уже на несколько процентов образована, в основном, устойчивыми конфигурациями из многих дислокаций, и просто невозможно себе представить, чтобы такая структура претерпела сколько-нибудь заметные изменения во время утоньшающей полировки.

В работе ⁸⁷ показано на примере сплава Fe—55% Cr, насколько устойчивы дислокационные сетки даже против рекристаллизационного отжига (720°). Когда наблюдаются типичные плоские скопления дислокаций ⁴⁰, можно утверждать, что по крайней мере в этих случаях напряжения, поджимающие ряд дислокаций к препятствию, при утоньшении образца снимаются не полностью.

Следует учитывать, что по мере утоньшения фольги уменьшаются и области искажений вокруг дислокаций и их взаимодействие. Дислокации в сетках при этом должны оставаться неподвижными и конфигурация сеток не должна существенно изменяться. Дислокации в плоских скоплениях также можно считать стабильными, если расстояние между ними того же порядка, что и толщина фольги.

Наконец, важным фактором, способствующим стабилизации исходной дислокационной структуры, являются поверхностные пленки и вообще поверхностные эффекты у выходов дислокаций ⁴⁴.

Строгое экспериментальное решение спора между Хиршем и Зеегером требует дальнейших исследований и, по-видимому, новых методических усилий. Однако сказанное выше позволяет уже теперь составить довольно ясную картину реального положения вещей.

В процессе приготовления фольги из массивного образца неминуемо протекает релаксация внутренних (распространенных на области $\sim 10^{-5}$ см) напряжений, и поэтому возможно некоторое перераспределение дислокаций. Отдельные изолированные дислокации должны стремиться, и, по-видимому, могут так повернуться в своей плоскости скольжения, что их длина при этом сократится; дислокации плоских скоплений могут рассредоточиться (в первую очередь — в вершине скопления), если тому нет препятствий. Вместе с тем кажется совершенно невероятным, чтобы во время утоньшения образца происходило массовое поперечное скольжение дислокаций, до того входивших в состав плоских скоплений: в процессе утоньшения напряжения падают, а не растут.

По мере усложнения дислокационной структуры и общего роста плотности дислокаций всякого рода перераспределения дислокаций в процессе изготовления фольги все более и более затрудняются. Смещения дислокаций в густых объемных скоплениях не могут превышать расстояние между соседними дислокациями и, следовательно, не могут существенно изменить структуру в целом, если не говорить о некоторых тонких деталях ее, пока еще вообще не изученных.

Таким образом, с помощью фольг, изготовленных путем утоньшения массивных образцов, можно уверенно изучать дислокационную структуру этих образцов, постоянно имея в виду возможность некоторого перераспределения дислокаций, в особенности изолированных.

С другой стороны, движение дислокаций в тонкой фольге происходит в специфических условиях воздействия поверхностей фольги и поверхностных пленок — окисных, осадочных и прочих, поэтому необходима особая осторожность при переносе выводов из наблюдений за этим движением на движение дислокаций в массивных образцах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящем обзоре мы не имели возможности остановиться на ряде интересных результатов, полученных при изучении структуры границ ²⁵, процесса рекристаллизации (доказательства беззародышевого роста при рекристаллизации обработки) ^{10, 107, 108}, процесса разрушения фольги различной толщины ^{8, 9}, связи процессов выделения новой фазы ⁴⁶⁻⁴⁹ или формирования доменной структуры упорядочения ¹¹ с имеющимися дислокациями и т. д.

В результате использования современного просвечивающего электронного микроскопа для прямого исследования дислокационной структуры металлов за последние пять лет получены фундаментальные опытные подтверждения как теории дислокаций в целом, так и многих ее предсказаний относительно частных свойств дефектов. Уточняются модели, положенные в основу теоретических расчетов сопротивления металла пластической деформации. Вновь обнаружен ряд важных деталей дислокационной структуры металлов. Вообще сведения о сложных трехмерных дислокационных реакциях и конфигурациях обогащаются особенно сильно, хотя еще не использованы в полной мере стереоскопические возможности электронного микроскопа. Однако понимание многих деталей, наблюдаемых на электронных изображениях тонких фольг, затрудняется неполнотой теории рассеяния электронов на дефектах кристалла. Достаточно уверенно могут быть интерпретированы лишь некоторые детали изображения, наиболее очевидные как с точки зрения дифракционного контраста, так и с точки зрения уже установившихся представлений о структурных дефектах. Поэтому дальнейшее развитие теории дислокаций тесно связано не только с накоплением новых электронномикроскопических наблюдений, но и с развитием теории контраста.

Очевидны и основные направления дальнейшего совершенствования самого электронного микроскопа, диктуемые возникшими задачами. Прежде всего микроскопы должны быть оборудованы гониометрическим столиком объекта для определения направления векторов Бюргерса дислокаций. Должны быть решительно усовершенствованы методы нагрева, охлаждения и деформации образца во время наблюдения без существенного ухудшения качества изображения. Для наблюдения поведения дислокаций в возможно более толстых образцах необходимо использовать электроны с гораздо более высокой энергией, чем 100 кэв, — насколько позволит ухудшение контраста на отдельной дислокации. Крайне важным

является оборудование микроскопа встроенной в камеру объекта ионной пушкой для периодической или непрерывной очистки образца во время его просмотра.

Эти и другие усовершенствования позволят полнее использовать замечательные возможности электронного микроскопа, уже сейчас проявившиеся достаточно ярко, для все более глубокого проникновения в природу важнейших технических свойств металлов.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. A. R. Lang, J. Appl. Phys. 29, 597 (1958); J. B. Newkirk, там же, стр. 995.
2. С. А. Векшинский, Новый метод металлографического исследования сплавов, М., ОГИЗ, 1944.
3. N. Takahashi and K. Kazato, Compt. rend. 243, 1408 (1956).
4. L. Reimer, Z. Metallkunde 50, 37 (1959).
5. G. A. Bassett, J. W. Menter and D. W. Pashley, Structure and properties of thin films, New York—London, J. Wiley, 1959, стр. 11—42.
6. J. W. Menter, D. W. Pashley, там же, стр. 46.
7. D. W. Pashley and A. E. B. Presland, J. Inst. Metals 87, 419 (1959). (См. перев. в сб. «Новые электронномикроскопические исследования», М., Металлургиздат, 1961).
8. D. W. Pashley, Philos. Mag. 4, 394 (1959).
9. G. A. Bassett, D. W. Pashley, J. Inst. Metals 87, 449 (1959).
10. W. Bollmann, там же, стр. 439 (см. перев. в сб. 7).
11. D. W. Pashley, Proc. Roy. Soc. A255, 218 (1960).
12. W. Pitsch, Philos. Mag. 4, 577 (1959); J. Inst. Metals 87, 444 (1959) (см. перев. в сб. 7).
13. J. J. Trillat and N. Takahashi, Compt. rend. 235, 1306 (1952).
14. N. Takahashi and J. J. Trillat, Compt. rend. 237, 1246 (1953).
15. N. Takahashi and K. Mihamma, Acta Metallurgica 5, 159 (1957).
16. N. Takahashi and K. Ashinuma, J. Inst. Metals 87, 19 (1958/59).
17. H. M. Tomlinson, Philos. Mag. 3, 867 (1958).
18. A. Saulnier, Bull. Microsc. Appl. 10, 1 (1960).
19. P. M. Kelly and J. Nutting, J. Inst. Metals 87, 385 (1959).
20. J. W. Menter, Proc. Roy. Soc. A236, 119 (1956).
21. H. Hashimoto and R. Ueda, Acta Crystallogr. 10, 143 (1957).
22. G. A. Bassett, J. W. Menter and D. W. Pashley, Proc. Roy. Soc. A246, 345 (1958).
23. D. Heidenroich, J. Appl. Phys. 20, 993 (1949).
24. M. J. Whelan, J. Inst. Metals 87, 392 (1959) (см. перев. в сб. 7).
25. P. B. Hirsch, там же, стр. 406 (см. перев. в сб. 7).
26. N. Kato, J. Soc. Japan. 7, 397 (1952); 8, 350 (1953).
27. M. J. Whelan and P. B. Hirsch, Philos. Mag. 2, 1121, 1303 (1957).
28. P. B. Hirsch, A. Howie and M. J. Whelan, Philos. Trans. Roy. Soc. (Lond.) 252, 499 (1960).
29. M. S. Paterson, J. Appl. Phys. 20, 20 (1952).
30. J. C. Wilson, Research 3, 387 (1950).
31. H. Hashimoto and M. Mannami, Acta Crystallogr. 13, 363 (1960).
32. H. Hashimoto, A. Howie, M. J. Whelan, Philos. Mag. 5, 57, 967 (1960).
33. G. Borrmann, Z. Phys. 42, 157 (1941); 127, 297 (1950).
34. G. Thomas and M. J. Whelan, Philos. Mag. 4, 511 (1959).
35. P. B. Hirsch, R. W. Horn and M. J. Whelan, Philos. Mag. 1, 677 (1956).
36. J. Silcox and M. J. Whelan, Philos. Mag. 1, 5, 49 (1960).
37. K. F. Hale, J. Inst. Metals, № 3 (1960); Bull. Inst. Metals. 5, 7 (1960).
38. W. Webb, там же, стр. 50.
39. V. A. Phillips, Philos. Mag. 5, 571 (1960).
40. M. J. Whelan, P. B. Hirsch, R. W. Horne and W. Bollmann, Proc. Roy. Soc. A240, 524 (1957).
41. A. Seeger, Report of the International Conference on Dislocations and Mechanical Properties of Crystals (Lake Placid, 1956), New York, J. Wiley—London, Chapman and Hall, 1957, стр. 243.
42. M. J. Whelan, Proc. Roy. Soc. A249, 114 (1958).
43. A. Berghezan and A. Fourdeux, J. Appl. Phys. 30, 12 (1959).

44. H. G. F. Wilsdorf, Structure and properties of thin films, New York—London, J. Wiley, 1959.
45. P. E. Doherty and R. S. Davis, Acta Metallurgica 7, 118 (1959).
46. G. Thomas, Philos. Mag. 4, 41, 606 (1959).
47. R. B. Nicholson and J. Nutting, Philos. Mag. 3, 29, 531 (1958).
48. L. Reimer, Z. Metallkunde 23, 606 (1959).
49. R. B. Nicholson, B. A. Thomas and J. Nutting, J. Inst. Metals 87, 429 (1959) (см. перев. в сб. 7).
50. M. F. Ashby and G. C. Smith, Philos. Mag. 5, 51, 298 (1960).
51. P. B. Hirsch, J. Inst. Metals 86, 7 (1957).
52. P. B. Hirsch, J. Silcox, R. E. Smallman, K. H. Westmacott, Philos. Mag. 3, 897 (1958).
53. R. Vandervoot and J. Washburn, Philos. Mag. 5, 24 (1960).
54. N. Thompson, Proc. Rhys. Soc. B66, 4023, 381 (1953).
55. P. B. Hirsch, P. G. Partridge, B. L. Segall, Philos. Mag. 4, 721 (1959).
56. J. Friedel, Philos. Mag. 46, 1169 (1955).
57. F. C. Frank, Report of Conference on Defects in Crystalline Solids, Physical Soc., London, 1955, стр. 159.
58. B. L. Segall and P. G. Partridge, Philos. Mag. 4, 44, 912 (1959).
59. J. B. Bailey and P. B. Hirsch, Philos. Mag. 5, 53, 485 (1960).
60. A. Seeger, Report of Conference on Defects in Crystalline Solids, Phys. Soc., London, 1955, стр. 328.
61. N. Thompson, там же, стр. 153.
62. H. G. F. Wilsdorf, Rev. Sci. Instrum. 29, 323 (1958).
63. H. G. F. Wilsdorf, Z. Cinqulina and C. J. Varker, Fourth International Conference on Electron Microscopy (Berlin, 1958), Springer—Verlag, Berlin, 1960.
64. H. G. F. Wilsdorf, J. Appl. Phys. 28, 1374 (1957).
65. H. G. F. Wilsdorf, Adv. in Electron Metallogr., ASTM Spec. Techn. Publ. № 245, 43 (1958).
66. F. C. Frank and W. T. Read, Phys. Rev. 79, 722 (1950).
67. N. F. Mott, Philos. Mag. 43, 1151 (1952).
68. Э. И. Харт, в сб. «Структура металлов и свойства», М., Metallurgizdat, 1957, стр. 98.
69. D. Kühlmann-Wilsdorf, Philos. Mag. 3, 125 (1958).
70. D. Kühlmann-Wilsdorf, R. Maddin, H. Kimura, Z. Metallkunde 49, 584 (1958).
71. P. A. Jacquet, Acta Metallurgica 2, 752, 770 (1954).
72. H. M. Tomlinson, Philos. Mag. 3, 867 (1958).
73. А. Коттрелл, Дислокации и пластическое течение в кристаллах, М., Metallurgizdat, 1958.
74. P. B. Hirsch, Report of Symposium on Internal Stresses and Fatigue in Metals (Detroit, General Motors Labs.), 1958.
75. Z. S. Basinski, Philos. Mag. 4, 393 (1959).
76. P. Gay, P. B. Hirsch and A. Kelly, Acta Crystallogr. 7, 41 (1954).
77. F. J. Bradshaw and S. Pearson, Philos. Mag. 2, 570 (1957).
78. J. Silcox and P. B. Hirsch, там же 4, 72 (1959).
79. R. E. Smallman and K. H. Westmacott, J. Appl. Phys. 30, 603 (1959).
80. H. Kimura, R. Maddin, D. Kühlmann-Wilsdorf, Acta Metallurgica 7, 145, 154 (1959).
81. K. H. Westmacott, D. Hull, R. S. Barnes, R. E. Smallman, Philos. Mag. 4, № 45 (1959).
82. R. B. Nicholson, G. Thomas and J. Nutting, Acta Metallurgica 8, 172 (1960).
83. R. E. Smallman, K. H. Westmacott, J. Appl. Phys. 30, 603 (1959).
84. E. Orowan, Internal Stresses in Metals and Alloys, London, Inst. of Metals, 1948, стр. 447.
85. J. C. Fisher, E. W. Hart, A. R. H. Pry, Acta Metallurgica 1, 336 (1953).
86. P. B. Hirsch, P. G. Partridge, H. Tomlinson, Fourth International Conference on Electron Microscopy (Berlin, 1958), Springer-Verlag, Berlin, 1960, стр. 536.
87. S. Nenno, T. Saburi, M. Tagaya, Z. Nishijama, J. Phys. Soc. Japan. 15, 1409 (1960).
88. G. Thomas and K. F. Hale, Philos. Mag. 4, 531 (1959).
89. S. Mader and A. Seeger, Acta Metallurgica 8, 513 (1960).

90. F. W. C. Boswell and E. Smith, Adv. in Electron Metallogr., ASTM Special Techn. Publ. № 245, 31 (1958).
 91. M. J. Whelan, Mem. sci. rev. metallurg. 61, 153 (1959).
 92. W. Carrington, K. F. Hale, D. McLean, Proc. Roy. Soc. A259, 203 (1960).
 93. D. G. Brandon, J. Nutting, Acta Metallurgica 7, 101 (1959).
 94. S. Amelinckx, P. Delavignette, J. Appl. Phys. 31, 2126 (1960).
 95. В. Г. Курдюмов, Л. Г. Орлов, М. П. Усиков, Заводск. лаб. 12, 1490 (1961).
 96. W. Bollman, Phys. Rev. 103, 1588 (1956).
 97. Л. Г. Орлов, Л. М. Утевский, Физ. тв. тела, 3 (10) (1961).
 98. Ch. Grussard, Compt. rend. 252, 273 (1961).
 99. A. Fourdeux, A. Berghезан, J. Inst. Metals 89, 31 (1960).
 100. В. Т. Рид, Дислокации в кристаллах, М., Металлургияиздат, 1957, стр. 118, 121.
 101. Л. Г. Орлов, Физ. мет. и металловед., вып. 2 (1962).
 102. N. F. Mott, Trans. Met. Soc. AIME 218, 962 (1960).
 103. J. T. Fourie, H. G. F. Wilsdorf, J. Appl. Phys. 31, 2219 (1960).
 104. P. B. Price, Philos. Mag. 6, 449 (1961).
 105. J. Washburn, G. W. Croves, A. Kelly and G. K. Williamson, Philos. Mag., 1 (1961).
 106. D. Kühlmann-Wilsdorf, R. Maddin and H. G. F. Wilsdorf, Inst. Metals, Philadelphia Symposium 1960.
 107. H. Fujita, J. Phys. Soc. Japan 16, 397 (1961).
 108. J. E. Bailey, Philos. Mag. 5, 56 (1960).
 109. М. П. Усиков, Л. М. Утевский, Металловедение и термообработка 3 (1962).
 110. М. П. Усиков, Л. М. Утевский, в сб. «Дислокации в металлах», изд. ИМЕТ АН СССР, 1961, стр. 56.
 111. М. П. Усиков, Л. М. Утевский, Физ. мет. и металловед. 11 (6) 952 (1961).
-