

## **Plastische Verformung verschiedenartig orientierter Molybdänkristalle, die verschiedene Mengen Kohlenstoff enthalten**

Von

**Tsch. V. Kopezky, A. I. Paschkovsky und W. A. Gontscharow**

Aus dem Institut für Festkörperphysik der Akademie der Wissenschaften  
der UdSSR, Moskau

Mit 4 Abbildungen

*(Eingegangen am 9. April 1971)*

Der Mechanismus der plastischen Verformung der kubisch-raumzentrierten Metalle ist noch weitgehend unbekannt<sup>1</sup>.

Es gibt auch keine einheitliche Auffassung bezüglich der Wirkung von Kohlenstoff auf die mechanischen Charakteristiken von Molybdän, in erster Linie auch auf die Plastizität<sup>2</sup>. In unserer früheren Arbeit<sup>2</sup> über den Einfluß von Kohlenstoff in Konzentrationen von 0,02 bis 0,003 Gew% auf die Struktur der Molybdänkristalle und ihre mechanischen Eigenschaften bei der Dehnung in den Richtungen  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 110 \rangle$  im Temperaturbereich 77—293° K wurde eine Reihe von interessanten Tatsachen festgestellt. Insbesondere wurde betont, daß die Herabsetzung des Kohlenstoffgehalts in den untersuchten Grenzen zu einer scharfen Erhöhung der Plastizität der Kristalle führt, namentlich bei tiefen Temperaturen, unterhalb 223° K, zu einer Herabsetzung der Streckgrenze und einer gewissen Verminderung der Abhängigkeit der Streckgrenze von der Verformungstemperatur. Das führt auch zur Bildung von vollkommeneren Kristallen mit höherem Ausmaß an Subkernen. Der letzte Umstand kann wahrscheinlich die Ursache der Herabsetzung der Streckgrenze von Molybdänkristallen sein, die kleinere Mengen Kohlenstoff enthalten. Die Zunahme der Kristallplastizität bei Abnahme des Kohlenstoffgehaltes in obigen Grenzen kann wahrscheinlich mit der verringerten Menge und der Veränderung der Form und der Größe der Carbidausscheidungen verknüpft sein, die als Ort der Keimbildung von Rissen bei Brüchen auftritt; solche Ausscheidungen wurden auf der Kristalloberfläche nach einem Bruch aufgefunden. Aus der Literatur folgt, daß diese Ausscheidungen das Carbid  $\text{Mo}_2\text{C}$  sind<sup>3</sup>. Gleichzeitig beobachteten wir eine starke Abhängigkeit der Streckgrenze des Verfestigungskoeffizienten der relativen Dehnung, der relativen Querschnitts-

verminderung und des Charakters der Kristallbrüche von der Anordnung der Dehnungsachse. Solch eine explizite Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von den untersuchten Kristallen fand noch keine Erklärung. Man hat schon in der Literatur, bei der Untersuchung der plastischen Verformung der kubisch-raumzentrierten Metalle, auf diese Tatsachen hingewiesen (vgl. die Übersicht von *Christian*<sup>1</sup>).

Es war sehr interessant, die Entwicklung der Versetzungsstruktur während des Dehnungsvorgangs an den verschiedenartig orientierten Kristallen, die 0,02 Gew% bzw. 0,003 Gew% Kohlenstoff enthalten, zu verfolgen.

Die Untersuchungen führte man mit den Proben durch, deren Herstellung schon früher beschrieben wurde<sup>2</sup>, mit dem Unterschied, daß die Kristalle nach ihrer Züchtung keinem Glühprozeß unterworfen wurden. Es wurden zwei Gruppen von Proben mit dem Gehalt 0,003 (A) bzw. 0,02 Gew% (B) Kohlenstoff untersucht.

Die Dehnungsversuche wurden mit der Universalprüfmaschine „Instron TTCM“ bei der Verformungsgeschwindigkeit  $1,1 \cdot 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  durchgeführt.

Die Versetzungsstruktur wurde an Proben der beiden Gruppen studiert, die durch Dehnung bis 1:4 bzw. 12% bei Raumtemperatur verformt wurden; für die Proben B außerdem bei 223° K. Die Orientierung der Dehnungsachse der Proben entsprach den Richtungen  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 110 \rangle$ .

Die Versetzungsstruktur beobachtete man an dünnen Proben mit Hilfe des Elektronenmikroskops JEM 150. Als Objekte für die elektronenmikroskopische Untersuchung schnitt man für die mechanischen Versuche 0,75 mm dicke Scheiben, Durchmesser 3 mm, durch Funkenerosion aus. Die Scheiben wurden durch elektrolytisches Polieren konsequent von beiden Seiten immer dünner gemacht bis zur Bildung der ersten Öffnung bzw. zur Bildung von Stellen, die für die Beobachtung günstig waren.

Der Ort der ersten Öffnung wurde mit einem speziellen photoelektrischen System fixiert.

Auf Abb. 1 ist der Verlauf Spannung/Dehnung für die untersuchten Kristalle dargestellt. Mit Punkten sind die Zustände der Proben, für die eine Untersuchung der Versetzungsstruktur durchgeführt wurde, gezeigt. Die Zunahme des Kohlenstoffgehaltes von 0,003 auf 0,02 Gew% führt dazu, daß in den Proben der Gruppe B oft Ausscheidungen erscheinen, die aus dem Carbid  $\text{Mo}_2\text{C}$  bestehen könnten. Die Verformung der Kristalle B mit der Orientierung  $\langle 110 \rangle$  führt bereits bei 1% bei Raumtemperatur zur Bildung der Versetzungsknäuel und Versetzungsverflechtungen auf diesen Ausscheidungen. Die weitere Verformung (bis 4%) führt zur Vergrößerung der Knäuel und Verflechtungen, und bei der

Verformung bis 12% wächst in diesen Knäueln und Verflechtungen die Versetzungsdichte bedeutend an (Abb. 2). Bei dieser Verformung können auch dichte, scharf begrenzte isolierte Versetzungsformationen erscheinen, die mit den Carbidausscheidungen nicht verknüpft sind. Die Verformung bei 223° K bis 1% ruft ebenfalls Bildung der Anhäufungen um die Ausscheidungen hervor. Bei einer Verformung bis 4% (bei 223° K) beobachtet man Versetzungseindringen durch Einschlüsse.

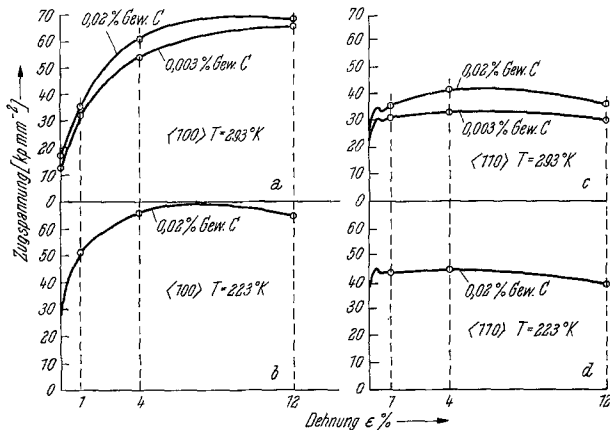


Abb. 1. Verlauf Spannung—Dehnung

Gleichzeitig beobachtet man das Anwachsen der Versetzungsdichte fern von den Einschlüssen. Die Verformung bis 12% führt zur Entstehung der erwähnten isolierten Versetzungsformationen, aber sie erscheinen seltener und sind weniger dicht als im Falle ähnlicher Verformung bei Raumtemperatur.

Die Versetzungsverflechtungen auf den Carbidausscheidungen beobachtet man auch bei der Verformung von Kristallen B mit der Orientierung  $\langle 100 \rangle$  (Abb. 3e). In diesem Falle beobachtet man später eine geringe Zahl von geschlossenen Versetzungsschleifen.

In den Kristallen A gelang es bei beiden Orientierungen nicht, Carbidausscheidungen zu beobachten.

Die Analyse der festgestellten Versetzungsstruktur von Kristallen der beiden Gruppen zeigte, daß im Falle der Dehnungsverformung in der Richtung  $\langle 110 \rangle$  die Gleitung sowohl bei 293° K als auch bei 223° K in zwei Ebenen,  $(112)$  und  $(\bar{1}\bar{1}2)$ , die symmetrisch bezüglich der Dehnungsachse sind, gewährleistet wird. Zu gleichem Ergebnis führt die Analyse des Asterismus der Röntgendiffraktionsreflexe, die von den verformten Kristallen  $\langle 110 \rangle$  aufgenommen wurden.

Im Falle der Kristalldehnung in der Richtung  $\langle 100 \rangle$  verlief der Schub in vier Ebenen:  $(110)$ ;  $(101)$ ;  $(\bar{1}\bar{1}0)$  und  $(10\bar{1})$ , die ebenfalls symmetrisch bezüglich der Dehnungsachse sind. Dieser Umstand führt zum verschie-

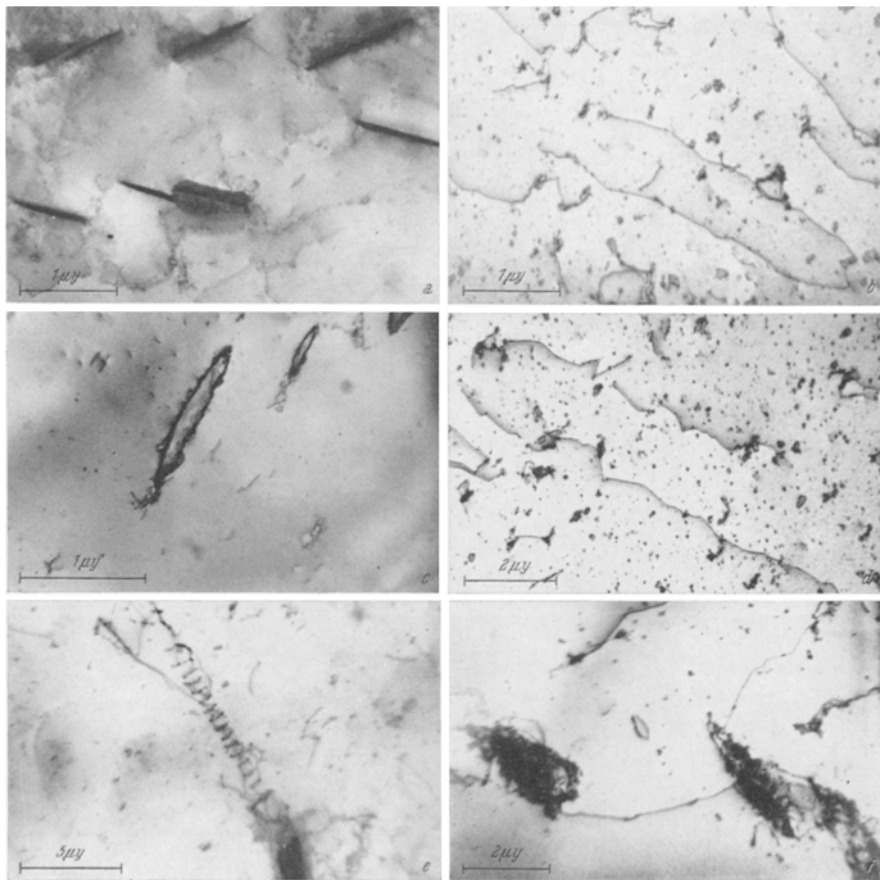


Abb. 2. Versetzungsstruktur der Kristalle  $\langle 110 \rangle$  der Gruppe B, die bei  $293^\circ \text{ K}$  und  $223^\circ \text{ K}$  verformt wurden. a)  $\epsilon = 1\%$ ,  $T = 293^\circ \text{ K}$ ; b)  $\epsilon = 4\%$ ,  $T = 293^\circ \text{ K}$ ; c)  $\epsilon = 12\%$ ,  $T = 293^\circ \text{ K}$ ; d)  $\epsilon = 1\%$ ,  $T = 223^\circ \text{ K}$ ; e)  $\epsilon = 4\%$ ,  $T = 223^\circ \text{ K}$ ; f)  $\epsilon = 12\%$ ,  $T = 223^\circ \text{ K}$

denen Charakter der Bildung der Versetzungsstruktur bei der verschiedenen Orientierung der Kristalldehnungsachse.

Für die Kristalle der Gruppen A und B ist die Entwicklung der Zellenstruktur mit der Zunahme der Verformung nach charakteristisch (Abb. 3). Dabei kann der Beginn der Bildung der Zellenstruktur für Raumtemperatur zu 4% eingeordnet werden, und für die Temperatur

223° K (Gruppe **B**) zu 1%. Mit der Entwicklung der Verformung nimmt die durchschnittliche Größe der Zellen ab und beträgt bei 4% 1,5  $\mu$ , bei 12% 0,7  $\mu$ . Die Senkung der Dehnungstemperatur auf 223° K führt

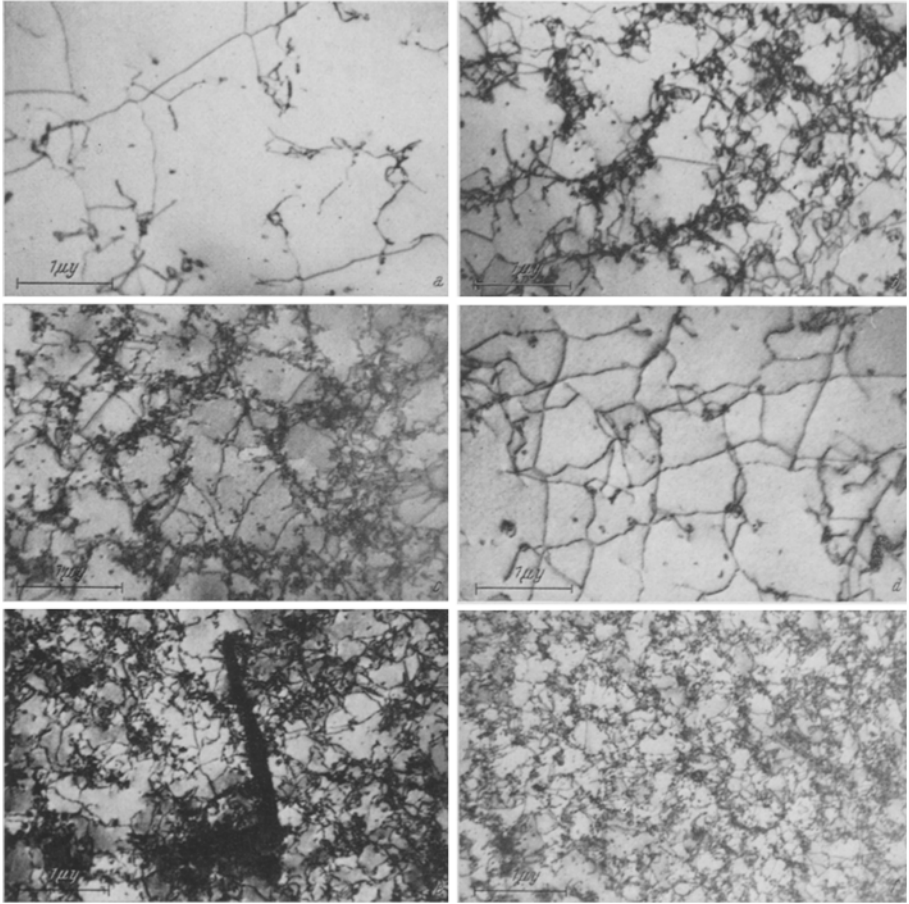


Abb. 3. Versetzungsstruktur der Kristalle  $\langle 100 \rangle$  der Gruppe **B**, die bei 293° K und 223° K verformt wurden. a)  $\epsilon = 1\%$ ,  $T = 293^\circ\text{K}$ , b)  $\epsilon = 4\%$ ,  $T = 293^\circ\text{K}$ ; c)  $\epsilon = 12\%$ ,  $T = 293^\circ\text{K}$ ; d)  $\epsilon = 1\%$ ,  $T = 223^\circ\text{K}$ ; e)  $\epsilon = 4\%$ ,  $T = 223^\circ\text{K}$ ; f)  $\epsilon = 12\%$ ,  $T = 223^\circ\text{K}$

zu kleineren Zellen als sie bei der Dehnung bei Raumtemperatur entstanden sind; außerdem führt die Verformung bei 223° K zu einer höheren Konzentration der geschlossenen Versetzungsschleifen.

Die Versuche mit dem Versetzungskontrast (Abb. 4), die auf der Ebene (110) für die Kristalle  $\langle 100 \rangle$  durchgeführt wurden, zeigen, daß

die Zellen aus den Versetzungskonfigurationen entstehen, welche durch den Schnitt von Schraubenversetzungen gebildet werden, die sich in zwei Richtungen in den Ebenen  $\{110\}$  bewegen oder durch die Wechselwirkung der Schraubenversetzungen verschiedener Gleitsysteme.

Die Verformung von Kristallen nach  $\langle 110 \rangle$  bis 12% wird nicht von der Entstehung einer Zellenstruktur begleitet. Die Verformung bis 1%

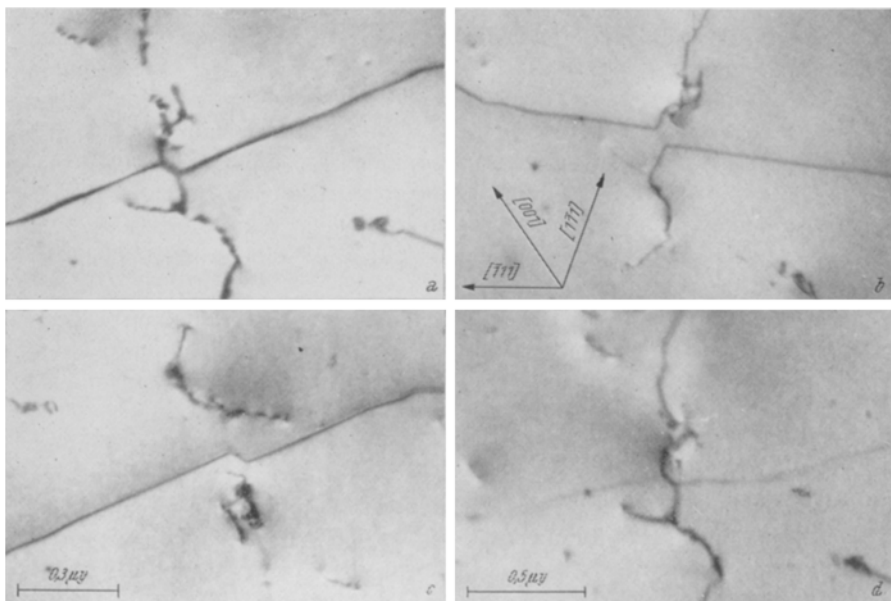


Abb. 4.  $\epsilon = 1\%$  bei 293° K Querschnitt  $(110)$ . Teil der Versetzungsstruktur, der in verschiedenen Reflexionen aufgenommen wurde. a)  $q = (002)$ , b)  $q = (1\bar{1}0)$ ; c)  $q = (\bar{1}12)$ ; d)  $q = (1\bar{1}2)$

führt zur geringen Vergrößerung der Versetzungsdichte. Bei der Verformung bis 4% wächst diese Dichte auf  $1 \cdot 5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$  an. Charakteristisch sind lange Versetzungslinien und auch geschlossene Schleifen von 200 bis 2000 Å. Mit der Vergrößerung der Verformung auf 12% beobachtet man die Bildung der oben erwähnten Formationen. Ein solches Bild ist für die Verformung bei Raumtemperatur kennzeichnend. Die Senkung der Temperatur der Verformung auf 223° K führt zur Vergrößerung des Ausmaßes und der Konzentration der geschlossenen Versetzungsschleifen bei der Verformung bis 4% und zur Herabsetzung der Konzentration der früher erwähnten Formationen bei der Verformung bis 12%.

Die Versuche mit dem Versetzungscontrast auf der Ebene  $(112)$  für die Kristalle  $\langle 110 \rangle$  zeigen, daß die verlängerten Versetzungslinien die

Schraubendipole mit dem Burgersvektor sind; die kurzen Querlinien stellen die Stufenversetzungen mit dem Burgersvektor  $\pm \frac{a}{2} [11\bar{1}]$  dar.

Die Hauptergebnisse der Untersuchung können wie folgt zusammengefaßt werden:

Die Erhöhung des Kohlenstoffgehalts in den Molybdänkristallen von 0,003 auf 0,02 Gew% führt zur Bildung bedeutender Mengen von Carbidausscheidungen (offenbar  $\text{Mo}_2\text{C}$ ), die man leicht mit Hilfe des Elektronenmikroskops beobachten kann. Während der Verformung werden um diese Ausscheidungen dichte Versetzungsknäuel und Verflechtungen gebildet. Diese Versetzungsformationen können bei der weiteren Entwicklung der Verformung, indem sie effektive Hemmungen sind, als Quelle der Entstehung von spröden Rissen wirken und damit den spröden Bruch erleichtern. Darin kann einer der Hauptgründe der niedrigen Plastizität von Molybdänkristallen, die eine große Menge von Kohlenstoff enthalten, bestehen.

Die explizite Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften der untersuchten Kristalle ist offenbar mit den Besonderheiten des Gleitmechanismus bei verschiedenen Orientierungen der Dehnungsachse verbunden.

Die Verformung von Kristallen  $\langle 100 \rangle$  wird von der intensiven Bildung einer Zellenstruktur begleitet, mit der Verformung bis 4% beginnend und schnellem Wachstum der Versetzungsdichte mit der Verformung. Im Laufe der Verformung entstehen in der Versetzungsstruktur die effektiven Hemmungen von der Form der nicht gleitfähigen Versetzungen  $\alpha \langle 001 \rangle$ :

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}1]_{(110)} + \frac{a}{2} [\bar{1}11]_{(110)} = a [001]_{(110)}$$

oder

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}1]_{(101)} + \frac{a}{2} [\bar{1}11]_{(101)} = a [001]_{(110)}$$

Auf das Vorhandensein der Reaktion von solchem Typ weisen die Versuche mit dem Kontrast hin (Abb. 4). Aber im Falle der Verformung von den Kristallen  $\langle 110 \rangle$  wird die Bildung der Zellenstruktur nicht beobachtet, und das Wachstum der Versetzungsdichte mit der Verformung ist nicht so intensiv, wie im Falle der Kristalle  $\langle 100 \rangle$ . Die Entstehung der Zellenstruktur und der effektiven Versetzungshemmungen bei der Kristallverformung kann den hohen Verfestigungskoeffizienten und auch die etwas kleinere Bedeutung von Charakteristiken der Plastizität der Kristalle  $\langle 100 \rangle$  im Vergleich zu den Kristallen  $\langle 110 \rangle$  erklären.

### Literatur

<sup>1</sup> *J. W. Christian*, *Plastics Deformation of BCC Metals*. Asilomar, California. 2nd Internat. Conference on the Strength of Metals and Alloys, 30. August bis 4. September 1970.

<sup>2</sup> *Tsch. W. Kopezky, W. L. Orshechowsky, A. I. Paschkowsky, W. M. Amossow, N. N. Bobkova und E. J. Pawlowa*, *Physik und Chemie der Werkstoffverarbeitung*, Moskau 1971, N3. Der Einfluß von Kohlenstoff auf mechanische Eigenschaften und Struktur der Molybdänkristalle.

<sup>3</sup> *N. W. Ageew, D. W. Ignatow, M. M. Kantor und A. M. Naletow*, *Ber. Akad. Wiss., UdSSR* **191**, NI, S. 89—91 (1970). Über die Entstehung der Carbideinschlüsse in Mo und seinen Kohlenstofflegierungen.