

УДК 539.375.5

КРИВИЗНА-КРУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ В ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ

© 2019 г. Н. А. Конева^{1, *}, Л. И. Тришкина¹, Т. В. Черкасова^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Томский государственный архитектурно-строительный университет”, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Национальный исследовательский Томский политехнический университет”, Томск, Россия

*E-mail: koneva@tsuab.ru

Поступила в редакцию 10.01.2019 г.

После доработки 13.05.2019 г.

Принята к публикации 27.06.2019 г.

Методом дифракционной просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изучена локальная кривизна-кручение (χ) кристаллической решетки, образующейся при деформации поликристаллических твердых ГЦК-растворов. Исследовались поликристаллические сплавы Cu и Al (с содержанием Al 0.5 и 14 ат. %) со средними размерами зерен от 10 до 240 мкм. Установлено, что источниками возникновения кривизны–кручения являются стыки зерен, границы зерен и разориентированные дислокационно-дисклинационные субструктуры, формирующиеся при деформации сплавов. Наибольшая кривизна-кручение кристаллической решетки связана с границами зерен и стыками зерен. Выявлено влияние размера зерен на величину χ .

DOI: 10.1134/S036767651910017X

ВВЕДЕНИЕ

Пластическая деформация металлов и сплавов вызывает образование различных дефектов. По мере развития деформации они накапливаются в объеме материала и эволюционируют. Исследования показали, что деформация сопровождается образованием точечных дефектов и их групп, дислокаций, микродвойников, дисклинаций, зернограничных ступеней, тройных стыков зерен, свободного объема, внутренних напряжений. Достаточно давно отмечался еще один дефект – кривизна кристаллической решетки [1]. Постепенно интерес к возникновению этого дефекта и его развитию при деформации увеличился [2–5]. В работе [5] представлена модель межзельных бифуркационных вакансий. Эти вакансии возникают в зонах локальной кривизны кристаллической решетки. Из [5] следует, что межзельные бифуркационные вакансии лежат в основе генерации основных известных деформационных дефектов: дислокаций, дисклинаций, полос сдвига и трещин. Представления о локальной кривизне кристаллической решетки используется для объяснения фрагментации и измельчения зерен при интенсивной пластической деформации [6, 7].

Анализ литературы свидетельствует о том, что экспериментально локальная кривизна, возникающая в металлических материалах при деформации,

изучена мало. Представляет значительный интерес выявить источники кривизны, понять относительную роль этих источников, определить структурные образования, возникающие при деформации, которые сопровождаются появлением локальной кривизны.

Отметим еще один момент, важный при изучении локальной кривизны χ кристаллической решетки. В общем случае величина χ является тензором 2-го ранга [1, 2, 8]. Тензор содержит компоненты кривизны и кручения кристаллической решетки. В связи с этим целесообразно определять χ как кривизну-кручение.

Цель настоящего исследования заключалась в изучении локальной кривизны-кручения кристаллической решетки в деформированных до разных степеней деформации поликристаллических твердых растворах Cu–Al с разным размером зерен и ее связь с другими дефектами, формируемыми в исследованных сплавах.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовались поликристаллические твердые ГЦК-растворы Cu + 0.5 ат. % Al (Cu–Al–05) и Cu + 14 ат. % Al (Cu–Al–14) со средними размерами зерен ($\langle d \rangle$) от 10 до 240 мкм. Образцы сплавов

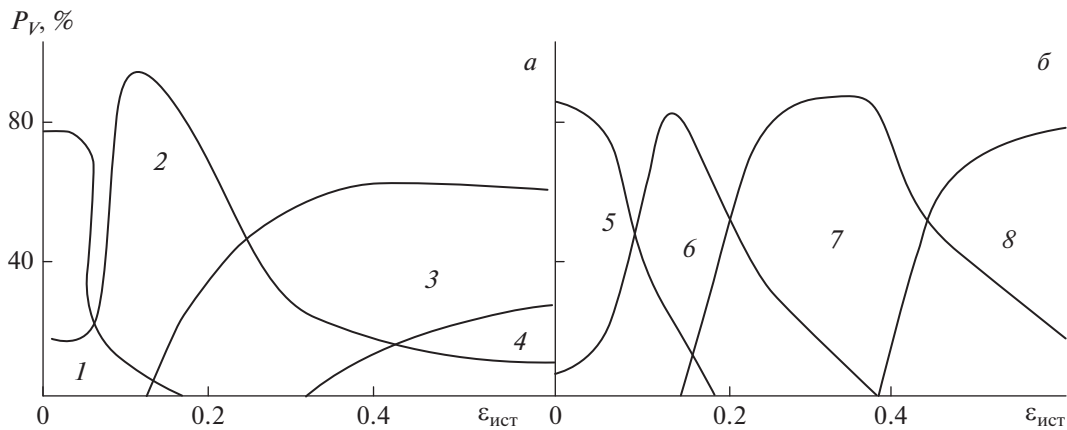


Рис. 1. Объемные доли P_V различных типов дислокационных субструктур (ДСС) в зависимости от степени деформации $\epsilon_{ист}$ в сплавах Cu–Al–05 (а) (1 – дислокационный хаос и дислокационные клубки, 2 – неразориентированная ячеистая ДСС, 3 – разориентированная ячеистая ДСС, 4 – фрагментированная ДСС) и Cu–Al–14 (б) (5 – дислокационный хаос и дислокационные скопления, 6 – однородная сетчатая ДСС, 7 – неоднородная сетчатая ДСС, 8 – ячеисто-сетчатая с разориентировками, микрополосовая и микродвойниковая).

деформировались растяжением на машине “Instron” со скоростью $2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температуре 293 К. Из образцов, деформированных до разных степеней деформации, методом электроискровой резки вырезались тонкие пластинки. Из них электролитически готовились фольги для просмотра в просвечивающем электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 125 кВ, снабженном гониометром. По электронно-микроскопическим изображениям методом секущей измерялись скалярная плотность дислокаций, плотность деформационных границ, плотность микродвойников.

Величина χ определялась с использованием параметров изгибных экстинкционных деформационных контуров [2]. Наличие их в структуре деформированного материала свидетельствует о локальной кривизне-кручении кристаллической решетки. Величина χ определяется из градиента непрерывной разориентировки:

$$\chi = \frac{\partial \varphi}{\partial \ell},$$

где φ – угол наклона кристаллографической плоскости к электронному пучку, ℓ расстояние в кристалле. Изгибный экстинкционный контур локализован на участке с одинаковой ориентировкой отражающих плоскостей. Интенсивность в контуре спадает от центра к краям по мере удаления от точного брэгговского отражения. Ширина контура $\Delta \ell$ в величинах разориентировок $\Delta \varphi$ для ГЦК-металлов Ni, Cu и Fe и сплавов на их основе составляет 1° [9]. Таким образом, величину χ можно определить из измерений ширины экстинкционного контура $\Delta \ell$ в локальных участках. Такой метод использовался в настоящей работе. Отметим, что в настоящее время для изме-

рения χ и связанной с ней плотностью геометрически необходимых дислокаций используется также метод EBSD (дифракция обратно рассеянных электронов) [10, 11].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В исследованных сплавах в процессе пластической деформации происходит накопление дислокаций и их организация в различные дислокационные субструктуры (ДСС). В сплаве Cu–Al–05 начальное хаотическое распределение дислокаций с увеличением степени деформации $\epsilon_{ист}$ сменяется дислокационными сгущениями. Они постепенно замыкаются, образуя ячеистую дислокационную субструктуру, сначала неразориентированную, а при $\epsilon_{ист} > 0.20$ – разориентированную. Последняя ДСС превращается во фрагментированную. Она является заключительной при разрушении этого сплава.

В сплаве Cu–Al–14, имеющем более низкое значение энергии дефекта упаковки ($\gamma_{ДУ}$) [12], чем сплав Cu–Al–05, наблюдаются другие ДСС и другая последовательность их превращений при пластической деформации: хаотическое распределение дислокаций + скопления → сетчатая ДСС → неразориентированная ячеисто-сетчатая ДСС → разориентированная ячеисто-сетчатая ДСС + микродвойники → микрополосовая ДСС + микродвойники. При $\epsilon_{ист} \geq 0.20$ в обоих сплавах наблюдаются оборванные субграницы, являющиеся частичными дисклинациями [13]. На рис. 1 представлены диаграммы объемных долей субструктур $P_V - \epsilon_{ист}$ для исследуемых сплавов. Можно видеть доли ДСС при различных $\epsilon_{ист}$.

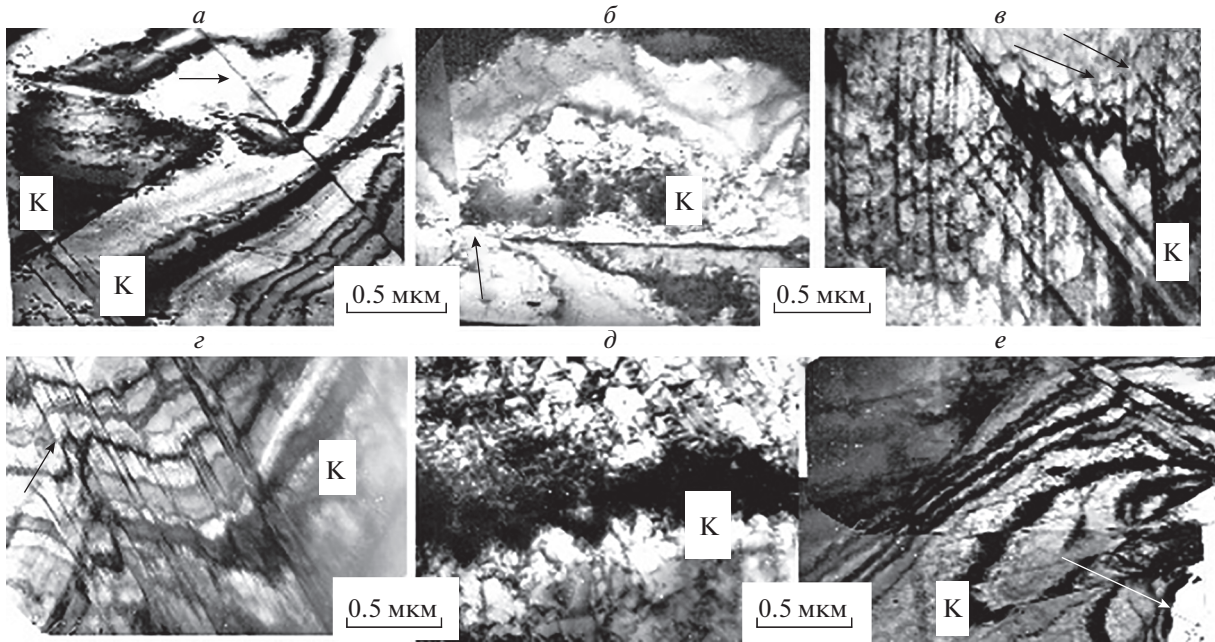


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения деформационных экстинкционных контуров К, формирующихся от различных источников (указаны стрелками): *a* – от границы зерна, *b* – стыка зерен, *в* – оборванных субграниц, *г* – микродвойников, *д* – в разориентированной ячеисто-сетчатой ДСС, *e* – от микротрещины. Сплав Cu–Al–14 $\epsilon_{\text{ист}} = 0.50$.

Пластическая деформация исследуемых сплавов вызывает появление локальной кривизны-кручения кристаллической решетки. Это проявляется в возникновении на электронно-микроскопических изображениях структуры экстинкционных контуров. Прежде всего, уже при небольших степенях пластической деформации они наблюдаются вблизи стыков зерен и границ зерен. Разориентированные ДСС, формирующиеся при $\epsilon_{\text{ист}} > 0.20$, также вызывают локальную кривизну-кручение. На электронно-микроскопических изображениях этих субструктур также наблюдаются экстинкционные контуры. На рис. 2 представлены примеры контуров, формирующихся от различных источников кривизны-кручения в сплаве Cu–Al–14, деформированном до $\epsilon_{\text{ист}} = 0.50$. Перед разрушением сплава вдоль микрополос, микродвойников и границ зерен образуются микротрещины. В этой области кристалла на электронно-микроскопических изображениях (рис. 2e) наблюдается значительная плотность экстинкционных контуров, свидетельствуя о сложной картине кривизны-кручения перед разрушением сплава.

По электронно-микроскопическим изображениям были проведены измерения χ на расстоянии 1–2 мкм от различных источников для разных степеней деформации сплавов. На рис. 3 представлены зависимости χ от $\epsilon_{\text{ист}}$ для стыков зерен, границ зерен, оборванных субграниц, в разориентированной ячеисто-сетчатой ДСС и вблизи

микродвойников для сплава Cu–Al–14 с размерами зерен $\langle d \rangle = 10$ и 240 мкм. Величина χ при фиксированной степени деформации уменьшается для различных источников в следующей последовательности: стыки зерен, микродвойники, границы зерен, разориентированная ячеисто-сетчатая ДСС. Для всех типов источников χ наблюдается общая закономерность в поведении $\chi = f(\epsilon_{\text{ист}})$: величина χ монотонно возрастает с деформацией. Такое поведение наблюдается как для $\langle d \rangle = 10$ мкм, так и для $\langle d \rangle = 240$ мкм. В разориентированной ячеисто-сетчатой субструктуре при $\langle d \rangle = 240$ мкм увеличение χ с деформацией незначительное. Измерения χ для сплава Cu–Al–05 показали, что наиболее высокие значения кривизны-кручения для всех степеней деформации также характерны для границ зерен и стыков зерен. Отметим, что микродвойникование в этом сплаве не наблюдается из-за достаточно высокой энергии дефекта упаковки ($\gamma_{\text{ДУ}} = 60$ мДж · м⁻²) [12].

На рис. 4 представлены зависимости средней величины кривизны-кручения $\langle \chi \rangle$ от степени деформации $\epsilon_{\text{ист}}$ для исследуемых сплавов с учетом следующих источников ее происхождения: границ зерен, стыков зерен, микрополосовой ДСС, оборванных субграниц, микротрещин, в разориентированных ячеистой и ячеисто-сетчатой субструктурах в сплавах Cu–Al–05 и Cu–Al–14 при размере зерен $\langle d \rangle = 10$ мкм и $\langle d \rangle = 240$ мкм. Из рисунка видно, что величина

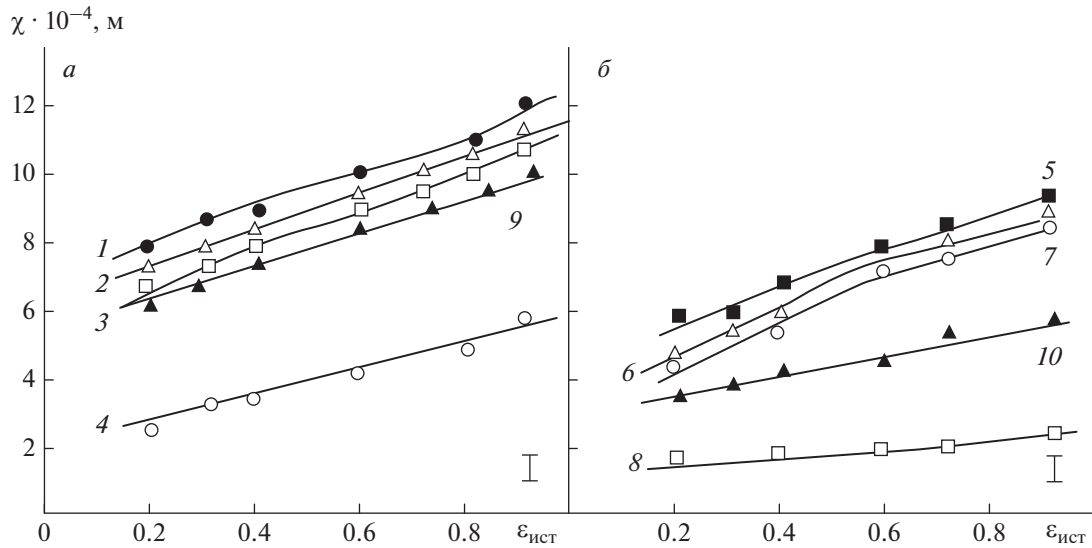


Рис. 3. Зависимости локальной кривизны-кручения кристаллической решетки (χ) от различных источников в сплаве Cu–Al–14: (1, 5 – от стыков границ зерен; 2, 6 – от микродвойников; 3, 7 – от границ зерен; 4, 8 – в разориентированной ячеисто-сетчатой субструктуре; 9, 10 – от оборванных субграниц) от степени деформации ($\epsilon_{ист}$): а – для размера зерен 10 мкм; б – для размера зерен 240 мкм.

$\langle \chi \rangle$ выше в обоих сплавах при размере зерна 10 мкм. Отметим, что в сплаве Cu–Al–14 после деформации $\epsilon_{ист} > 0.60$ наблюдается резкое увеличение χ .

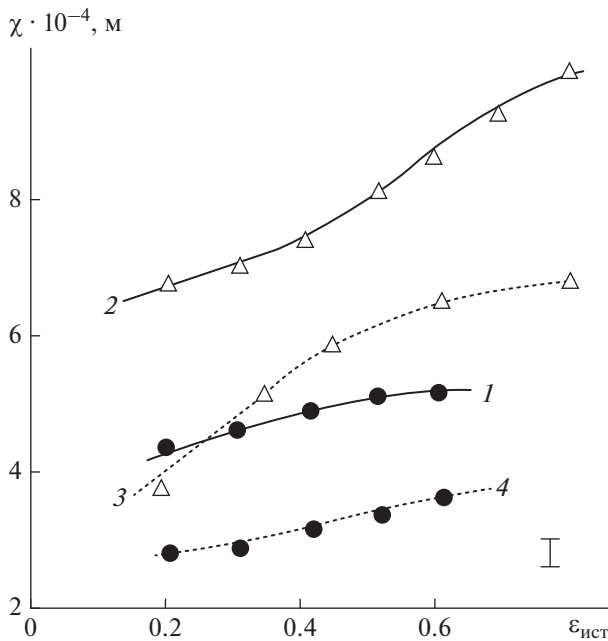


Рис. 4. Зависимости средней величины $\langle \chi \rangle$ от степени деформации $\epsilon_{ист}$ с учетом следующих источников: границы зерен, стыков зерен, микрополосовой ДСС, оборванных субграниц, микротрещин, разориентированных ячеистой, ячеисто-сетчатой ДСС и микродвойников). Размер зерна: 1, 2 – $\langle d \rangle = 10$ мкм, 3, 4 – $\langle d \rangle = 240$ мкм. Исследуемые сплавы: 1, 4 – Cu–Al–05; 2, 3 – Cu–Al–14.

В сплаве с повышенной концентрацией Al пластическая деформация вызывает микродвойникование. В высоколегированном сплаве микродвойникование происходит после деформации $\epsilon_{ист} = 0.10$. При этом наблюдаются только одиночные микродвойники. С ростом степени деформации формируются пачки из двух и более систем микродвойников. На рис. 5 представлены зависимости плотности микродвойников от степени деформации для сплава Cu–Al–14. Из рисунка

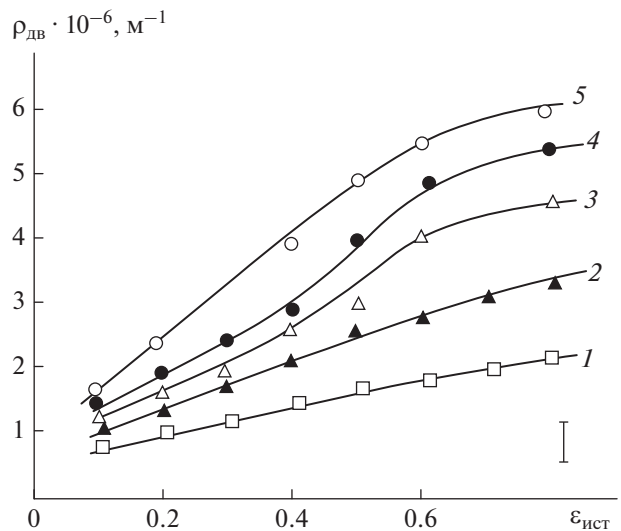


Рис. 5. Зависимости плотности микродвойников $\rho_{дв}$ от степени деформации $\epsilon_{ист}$ при разных размерах зерен $\langle d \rangle$, мкм: 1 – 20, 2 – 40, 3 – 60, 4 – 120, 5 – 240. Сплав Cu–Al–14.

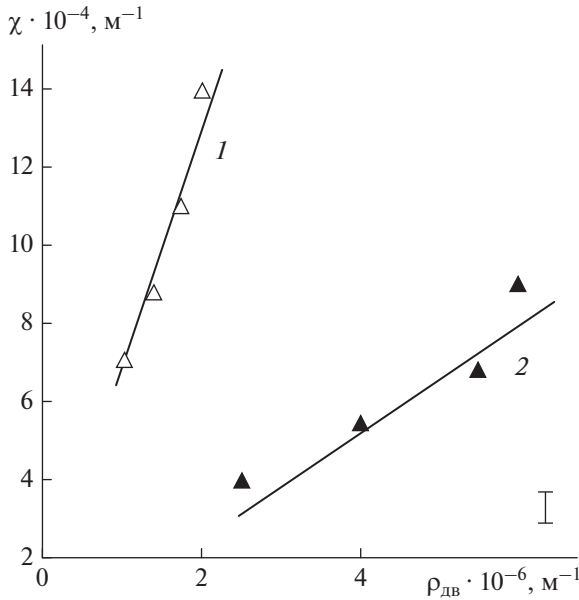


Рис. 6. Зависимости кривизны-кручения кристаллической решетки χ , измеренной вблизи микродвойников от их плотности $\rho_{\text{дв}}$ в сплаве Cu–Al–14 с разным размером зерен: 1 – $\langle d \rangle = 10$ мкм, 2 – $\langle d \rangle = 240$ мкм.

можно проследить общую тенденцию зависимостей $\rho_{\text{дв}} = f(\epsilon_{\text{ист}})$: наблюдается рост $\rho_{\text{дв}}$ от степени деформации. При размере зерна более 60 мкм и деформации $\epsilon_{\text{ист}} > 0.60$ происходит интенсивный рост их плотности. Увеличение размера зерна сопровождается возрастанием плотности микродвойников. Микродвойникование вносит допол-

нительный вклад в деформационное упрочнение сплава [8], а также оказывает влияние на величину $\langle \chi \rangle$. Последнее иллюстрирует рис. 6, на котором представлена связь величины χ с плотностью микродвойников в сплаве Cu–Al–14 с размером зерен 10 и 240 мкм. Анализ зависимостей показывает, что при изменении плотности микродвойников от 1 до $2 \cdot 10^{-6} \text{ м}^{-1}$ при $\langle d \rangle = 10$ мкм и от 2 до $6 \cdot 10^{-6} \text{ м}^{-1}$ при $\langle d \rangle = 240$ мкм величина χ увеличивается практически в 2 раза.

Представляется важным для поликристаллических сплавов проследить влияние размера зерна на величину χ от разных источников: границ зерен, их стыков и формирующихся при деформации ДСС. На рис. 7 представлены соответствующие зависимости кривизны-кручения χ от размера зерен $\langle d \rangle$ для сплавов Cu–Al–05 и Cu–Al–14 при $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$. Измерения проводились в интервале 1–2 мкм от источников происхождения χ . Из анализа представленных результатов следует, что уменьшение размера зерен $\langle d \rangle$ менее 100 мкм приводит к резкому увеличению χ . Особенно это характерно для сплава Cu–Al–14, что может быть связано с увеличением плотности микродвойников (см. рис. 5). Сравнение значений χ для разных источников ее происхождения показывает, что стыки зерен и границы зерен приводят к более высоким значениям χ , чем образующиеся при деформации ДСС. Исключение составляет микродвойникование, наблюдающееся в сплаве Cu–Al–14. Значения χ , вызванное образованием микродвойников, оказываются сопоставимыми с величинами χ от границ зерен.

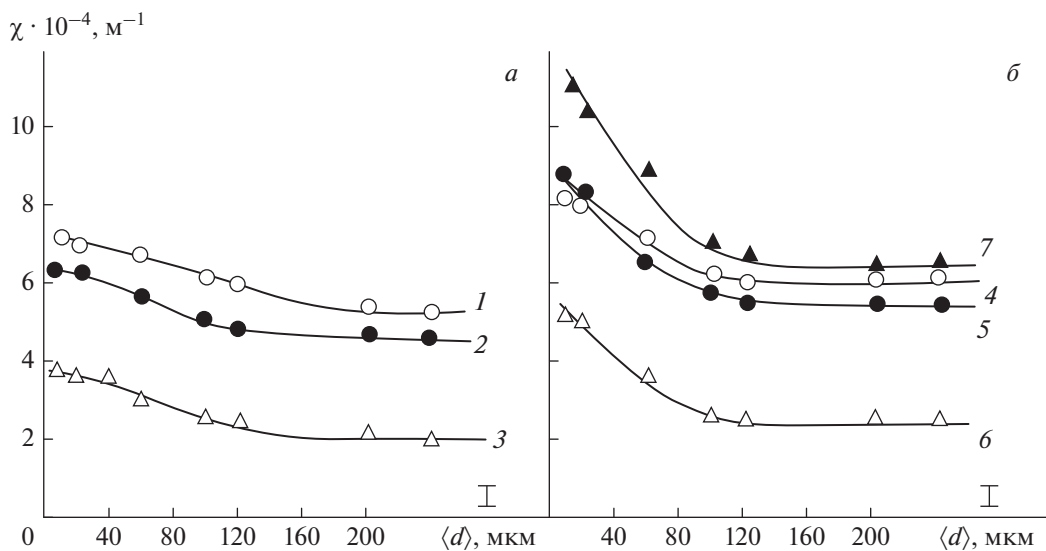


Рис. 7. Влияние размера зерна $\langle d \rangle$ на величину χ для разных источников: 1, 4 – стыки зерен, 2, 5 – границы зерен, 3 – разориентированная ячеистая ДСС, 6 – разориентированная ячеисто-сетчатая ДСС, 7 – микродвойники; а – сплав Cu–Al–05, б – сплав Cu–Al–14. $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом ПЭМ проведено экспериментальное изучение локальной кривизны-кручения χ кристаллической решетки, формирующейся при деформации поликристаллических ГЦК-сплавов Cu–Al–05 и Cu–Al–14 с размером зерен 10–240 мкм.

Установлено, что источниками локальной кривизны-кручения являются границы зерен, стыки зерен и разориентированные субструктуры, образующиеся при деформации сплавов. При всех размерах зерен и вплоть до разрушения сплавов наиболее высокие значения χ связаны с границами зерен и их стыками.

Образование дислокационно-дисклинационных субструктур также создает локальную кривизну-кручение, но значения χ меньше, чем от стыков зерен и их границ. Исключение составляет микродвойникование. Микродвойники вызывают локальную кривизну-кручение, сопоставимую со значениями χ от границ зерен.

Уменьшение размера зерен сопровождается увеличением χ . Это уменьшение особенно значительно при $\langle d \rangle$ меньше 100 мкм, что связано с ростом плотности границ зерен и их стыков в объеме сплавов.

Исследования выполнены при поддержке государственного задания на проведение научных исследований по проекту № 3.8320.2017/БЧ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Штремель М.А. Прочность сплавов. Дефекты решетки. М.: Металлургия, 1982. 280 с.
2. Конева Н.А., Тришкина Л.И., Лычагин Д.В., Козлов Э.В. Дальнедействующие поля напряжений, кривизна-кручение кристаллической решетки и стадии пластической деформации. Методы измерений и результаты. Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. Ч. 1. Томск: ТГУ, 1990. С. 83.
3. Courtney T.H. Mechanical behavior of materials. Michigan: McGraw-Hill, 2000. 733 p.
4. Тюменцев А.Н., Дутенберг И.А., Коротаев А.Д., Денисов К.И. // Физ. мезомеханика. Т. 16. № 3. С. 63.
5. Панин В.Е., Панин А.В., Елсукова Т.Ф., Попкова Ю.Ф. // Физ. мезомеханика. 2014. Т. 17. № 6. С. 7.
6. Тюменцев А.Н., Коротаев А.Д., Пинжун Ю.П. // Физ. мезомеханика. 2004. Т. 7. № 4. С. 35.
7. Vinogradov A., Estrin Y. // Progr. Mat. Sci. 2018. V. 95. P. 172.
8. Конева Н., Киселева С., Попова Н. Эволюция структуры и внутренние поля напряжений. Аустенитная сталь. Saarbrücken: LAPLAMBERT Academ. Publ., 2017. 148 p.
9. Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2009. Т. 73. № 9. С. 1295; Kozlov E.V., Konева N.A., Popova N.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2009. V. 73. № 9. P. 1227.
10. Calcaynotto M., Ponge D., Demir E., Raabe D. // Mat. Sci. Eng. A. 2010. V. A527. P. 2738.
11. Kundu A., Field D.P. // Mat. Sci. Eng. 2016. V. A667. P. 435.
12. Grampus S., Vedensky D.D., Monnier R. // Phil. Mag. A. 1993. V. 67. № 6. P. 1447.
13. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.