

УДК 539.375.5

## ЭВОЛЮЦИЯ С ДЕФОРМАЦИЕЙ КРИВИЗНЫ-КРУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ В РАЗЛИЧНЫХ СУБСТРУКТУРАХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ

© 2019 г. Н. А. Конева<sup>1, \*</sup>, Л. И. Тришкина<sup>1</sup>, Т. В. Черкасова<sup>1, 2</sup>

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

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

\*E-mail: koneva@tsuab.ru

Поступила в редакцию 20.11.2018 г.

После доработки 16.12.2018 г.

Принята к публикации 25.02.2019 г.

В работе представлены результаты электронно-микроскопического исследования кривизны-кручения ( $\chi$ ) кристаллической решетки, возникающей при деформации поликристаллических твердых ГЦК-растворов. Исследовались сплавы Cu + 0.4 ат. % Mn и Cu + 19 ат. % Mn со средними размерами зерен  $\langle d \rangle = 10\text{--}240$  мкм. Образцы деформировались растяжением при комнатной температуре. Установлены источники кривизны-кручения. Выявлено, что наиболее высокие значения  $\chi$  характерны для стыков зерен и границ зерен.

DOI: 10.1134/S036767651906019X

### ВВЕДЕНИЕ

Важным дефектом металлических материалов, возникающим при пластической деформации, является локальная кривизна кристаллической решетки ( $\chi$ ) [1–4]. Как следует из работ [4, 5], этот дефект развивается с деформацией материала на всей иерархии масштабных уровней, определяет зарождение дислокаций и дает основной вклад в деформационное упрочнение, способствует образованию микротрещин, а затем и разрушению. Представления о кривизне кристаллической решетки используются для объяснения фрагментации и измельчения зерен при интенсивной пластической деформации [6]. В общем случае  $\chi$  представляет собой тензор [1, 7–10], который содержит компоненты кривизны и кручения кристаллической решетки. Поэтому будем определять  $\chi$  как кривизну-кручение кристаллической решетки.

Изучение вопроса о кривизне–кручении кристаллической решетки показывает, что экспериментальных работ пока недостаточно для создания полной картины эволюции  $\chi$  с деформацией и определения источников ее происхождения. Для поликристаллических материалов в этом плане важно понять роль размера зерен.

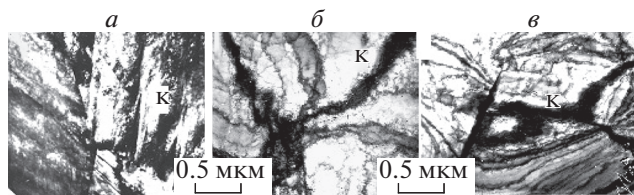
Цель настоящего исследования заключалась в экспериментальном изучении кривизны-кручения кристаллической решетки методом просве-

чивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) в деформированных поликристаллических твердых ГЦК-растворах с разным размером зерен, установлении источников ее происхождения, эволюции  $\chi$  с деформацией.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования были выбраны поликристаллические ГЦК сплавы Cu + 0.4 ат. % Mn и Cu + 19 ат. % Mn со средними размерами зерен: 10–240 мкм. Плоские образцы с размером рабочей части  $100 \times 12 \times 2$  мм подвергались растяжению на машине Instron со скоростью  $2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  при температуре 293 К до разрушения. Дефектная структура образцов изучалась методом ПЭМ на фольгах, приготовленных из образцов, деформированных до различных степеней деформации  $\epsilon_{\text{ист}}$ . Величина  $\chi$  измерялась электронно-микроскопически с использованием изгибных экстинкционных деформационных контуров, изображение которых на микрофотографиях свидетельствует о наличии кривизны-кручения кристаллической решетки [1]. Величина  $\chi$  определяется из градиента непрерывной разориентировки:

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



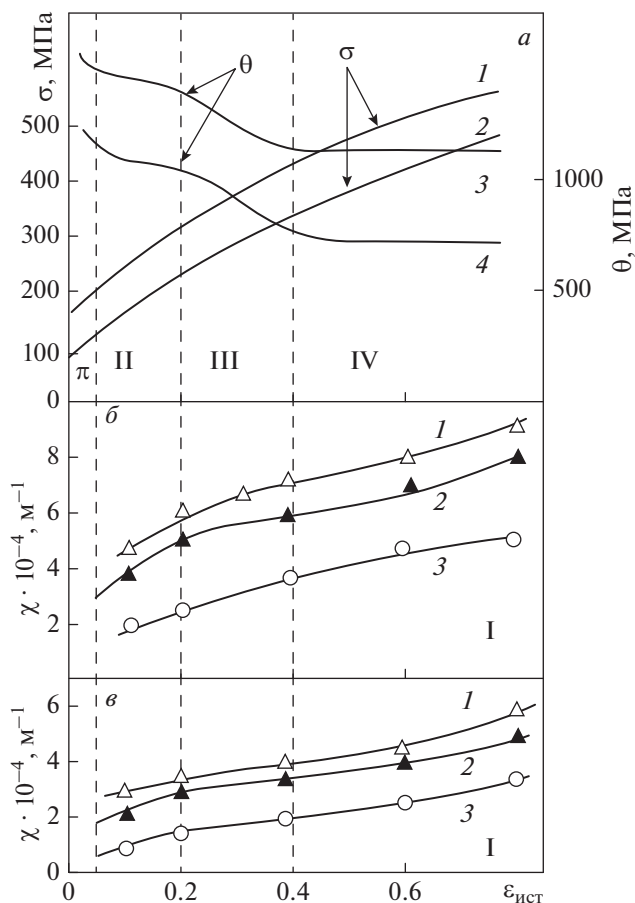
**Рис. 1.** Электронно-микроскопические изображения экстинкционных деформационных контуров (К) от границы зерна (а), в разориентированной ячейко-сетчатой ДСС (б), от оборванной субграницы (в) в сплаве Cu + 19 ат. % Mn,  $\epsilon_{ист} = 0.80$ .

где  $\varphi$  – угол наклона кристаллографических плоскостей с одинаковой ориентировкой по отношению к электронному пучку,  $\ell$  – 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  $1^\circ$  [11, 12]. Таким образом, величину  $\chi$  можно определить из измерений ширины экстинкционного контура  $\Delta\ell$  в локальных участках. Такой метод использовался в настоящей работе. Отметим, что в настоящее время для измерения  $\chi$  и связанной с ней плотностью геометрически необходимых дислокаций используется также метод дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) [10, 13].

**РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ**

Пластическая деформация в сплавах вызывает образование и развитие различного типа дислокационных субструктур (ДСС) [14]. При развитой пластической деформации ( $\epsilon_{ист} > 0.20$ ) в исследуемых сплавах наблюдаются разориентированные ДСС, например, такие как разориентированная ячейчатая, разориентированная ячейко-сетчатая, микрополосовая и оборванные субграницы. Оборванные субграницы представляют собой частичные дисклинации [15]. Уже при небольших степенях пластической деформации возникают экстинкционные деформационные контуры. Их источником являются границы зерен и их стыки. Образование разориентированных субструктур также сопровождается возникновением экстинкционных деформационных контуров. На рис. 1 представлены электронно-микроскопические изображения формирования экстинкционных деформационных контуров от разных источников.

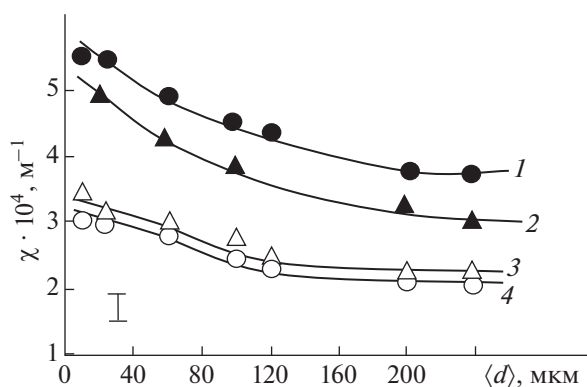
На рис. 2а представлены зависимости напряжения течения ( $\sigma$ ) и коэффициента деформационного упрочнения ( $\theta$ ) от степени деформации в



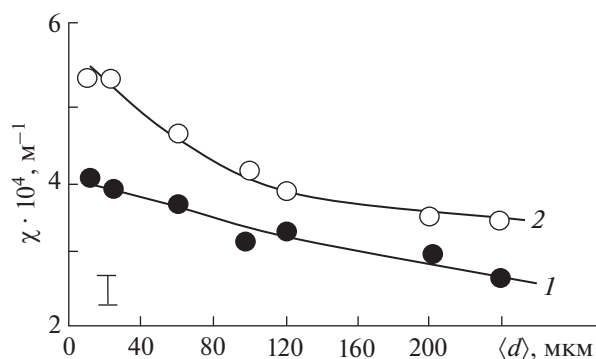
**Рис. 2.** а – Зависимости напряжения течения ( $\sigma$ ) и коэффициента деформационного упрочнения ( $\theta$ ) для сплава Cu + 19 ат. % Mn с размерами зерен ( $\langle d \rangle$ ): 1, 3 – 10 мкм, 2, 4 – 240 мкм; б, в – зависимости кривизны-кручения кристаллической решетки ( $\chi$ ) для разных источников (1 – от стыков зерен, 2 – от границ зерен, 3 – в разориентированной ячейко-сетчатой субструктуре) от степени деформации ( $\epsilon_{ист}$ ) сплава с разными размерами зерен (б – 10 мкм, в – 240 мкм). Пунктирными линиями и римскими цифрами указаны стадии пластической деформации.

сплаве Cu + 19 ат. % Mn с размерами зерен  $\langle d \rangle = 10$  мкм и  $\langle d \rangle = 240$  мкм. Наблюдаются четыре стадии деформационного упрочнения, связанные с различным поведением  $\theta$  [14]. Максимальное значение  $\theta$  наблюдается на стадии II, на стадии III происходит его уменьшение, а на стадии IV он практически остается неизменным. Коэффициент деформационного упрочнения выше в сплаве с размером зерна 10 мкм.

С использованием параметров изгибных экстинкционных контуров были измерены значения  $\chi$ , связанные с различными источниками ее происхождения на разных стадиях деформации. На рис. 2б, 2в представлены результаты этих измерений для сплава Cu + 19 ат. % Mn. Из рисунка следует, что величина  $\chi$ , обусловленная границами



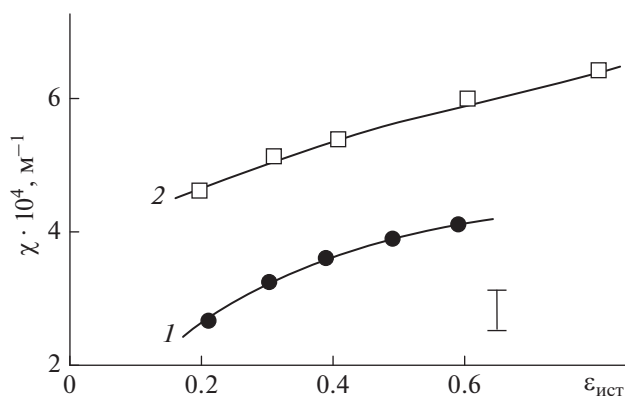
**Рис. 3.** Взаимосвязь кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  с размером зерна  $\langle d \rangle$  от разных источников: 1 – от стыков границ зерен, 2 – от границ зерен, 3 – от микрополос, 4 – в разориентированной ячеистой ДСС в сплаве Cu–0.4 ат. % Mn;  $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$ . Измерения проводились в интервале 1–2 мкм от источников.



**Рис. 4.** Взаимосвязь средней величины кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  с размером зерна  $\langle d \rangle$  с учетом разных источников в сплавах: Cu + 0.4 ат. % Mn (1) и Cu + 19 ат. % Mn (2),  $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$ . Измерения  $\chi$  проводились в интервале 1–2 мкм от источников (от стыков, ГЗ, оборванных границ, микрополос, микротрещин, в субструктурах) и затем суммировались.

зерен и их стыками, в разориентированной ячеисто-сетчатой субструктуре, характерной для этого сплава в значительном интервале деформации, растет с увеличением степени деформации. Значения  $\chi$  при всех степенях пластической деформации оказываются наиболее высокими вблизи стыков зерен и границ зерен. Сравнение рис. 2а и 2б, 2в позволяет проследить изменения  $\chi$  на различных стадиях пластической деформации.

Уменьшение размера зерна увеличивает значения  $\chi$ . Это следует из сравнения рис. 2б и 2в и особенно четко из результатов, представленных на рис. 3. На этом рисунке даны зависимости  $\chi = f(\langle d \rangle)$  для широкого интервала размеров зерен



**Рис. 5.** Зависимости средней величины кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  от степени деформации  $\epsilon_{\text{ист}}$ . Размер зерна  $\langle d \rangle = 10$  мкм. Сплавы: 1 – Cu + 0.4 ат. % Mn; 2 – Cu + 19 ат. % Mn.

для сплава Cu + 0.4 ат. % Mn для степени деформации  $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$ . Измерения  $\chi$  проводились на расстоянии 1–2 мкм от различных источников. Видно, что уменьшение размера зерен сопровождается увеличением  $\chi$ . Этот эффект наиболее заметен при  $\langle d \rangle$  менее 100–120 мкм. Наибольшие значения  $\chi$  наблюдаются для стыков зерен и границ зерен. В субструктурах – микрополосовой и разориентированной ячеистой ДСС – значения  $\chi$  меньше.

На рис. 4 представлена зависимость средней величины кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  от размера зерна  $\langle d \rangle$  с учетом разных источников (границ зерен, их стыков, оборванных субграниц, микрополос, других разориентированных субструктур, микротрещин) в сплавах Cu + 0.4 ат. % Mn и Cu + 19 ат. % Mn, при  $\epsilon_{\text{ист}} = 0.60$ . Видно, что и средние значения  $\chi$  с уменьшением размера зерен увеличиваются.

Для сравнения поведения кривизны-кручения кристаллической решетки в зависимости от деформации сплавов с разным содержанием Mn на рис. 5 представлены зависимости средней величины  $\chi$  от  $\epsilon_{\text{ист}}$  для этих сплавов с размером зерен  $\langle d \rangle = 10$  мкм. Средняя величина  $\chi$ , как и на рис. 4, определялась с учетом всех источников ее происхождения. Из рисунка видно, что средняя величина  $\chi$  оказывается больше в сплаве Cu + 19 ат. % Mn. Увеличение содержания Mn и, следовательно, увеличение твердорастворного упрочнения сопровождается ростом  $\chi$ . Этот эффект проявляется во всем исследованном интервале деформаций.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом ПЭМ выполнено исследование кривизны-кручения кристаллической решетки, возникающей при деформации поликристаллических ГЦК-сплавов Cu–Mn с разным размером зерен.

Установлено, что источниками возникновения кривизны-кручения являются границы зерен, стыки зерен и деформационные границы разориентации дислокационного и дисклинационного происхождения. Границы зерен и их стыки являются главными источниками возникновения кривизны-кручения вплоть до разрушения сплавов. Размер зерен оказывает существенное влияние на величину  $\chi$ . Уменьшение размера зерен увеличивает кривизну-кручение. Это влияние оказывается наиболее существенным при  $\langle d \rangle$  менее 100–120 мкм. Влияние размера зерен на величину  $\chi$  связано с возрастающей ролью границ зерен и их стыков в формировании кривизны-кручения при уменьшении  $\langle d \rangle$ , и, следовательно, увеличении доли границ зерен и стыков зерен в объеме материала.

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

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Конева Н.А., Тришкина Л.И., Лычагин Д.В., Козлов Э.В.* // в кн.: Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. Ч. 1. Под ред. В.Е. Панина. Томск: ТГУ, 1990. С. 83.
2. *Тюменцев А.Н., Коротаев А.Д., Пинжсин Ю.П.* // Физ. мезомех. 2004. Т. 7. № 4. С. 35.
3. *Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Коротаев А.Д., Денисов К.И.* // Физ. мезомех. 2013. Т. 16. № 3. С. 63.
4. *Панин В.Е., Панин А.В., Елсукова Т.Ф., Попкова Ю.Ф.* // Физ. мезомех. 2014. Т. 17. № 6. С. 7.
5. *Панин В.Е., Егорушкин В.Е.* // Физ. мезомех. 2015. Т. 18. № 3. С. 100.
6. *Vinogradov A., Estrin Y.* // Progr. Mat. Sci. 2018. V. 95. P. 172.
7. *Вайнштейн Б.К., Фридкин В.М., Инденбом В.Л.* Совр. кристаллография, Т. 2. Структура кристаллов. М.: Наука, 1979. 359 с.
8. *Штремель М.А.* Прочность сплавов. Дефекты решетки. М.: Metallurgia, 1982. 280 с.
9. *Конева Н.А., Киселева С.Ф., Попова Н.А., Козлов Э.В.* // Фунд. проб. совр. материаловед. 2011. Т. 8. № 3. С. 35.
10. *Kundu A., Field D.P.* // Mat. Sci. Eng. A. 2016. V. A667. P. 435.
11. *Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2009. Т. 73. № 9. С. 1295; *Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A.* // Bull. Russi. Acad. Sci. Phys. 2009. V. 73. № 9. P. 1227.
12. *Козлов Э.В., Лычагин Д.В., Конева Н.А., Тришкина Л.И.* // в кн.: Физика прочности гетерогенных материалов. Под ред. А.Е. Романова, Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 1988. С. 3.
13. *Calcagnotto M., Ponge E., Raabe D.* // Mat. Sci. Eng. A. 2010. V. A 527. P. 2738.
14. *Конева Н.А., Тришкина Л.И., Потеев А.И., Козлов Э.В.* Структурно-фазовые превращения в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термосиловом воздействии, Томск: Изд-во НТЛ, 2015. 344 с.
15. *Рыбин В.В.* Большие пластические деформации и разрушение металлов, М.: Metallurgia, 1986. 224 с.