

### **Влияние состава на эволюцию дислокационной субструктуры в поликристаллических находящихся в слабоустойчивом состоянии сплавах Cu–Al при пластической деформации\***

*Л.И. Тришкина<sup>1</sup>, Т.В. Черкасова<sup>1</sup>, А.А. Клопотов<sup>1</sup>, А.И. Потехаев<sup>2</sup>,  
В.В. Кулагина<sup>2,3</sup>*

<sup>1</sup>Томский государственный архитектурно-строительный университет (Томск, Россия)

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет (Томск, Россия)

<sup>3</sup>Сибирский государственный медицинский университет (Томск, Россия)

### **Influence of Composition on the Evolution of Dislocation Substructure in the Low-Stability State Polycrystalline Cu–Al Alloys under Plastic Deformation**

*L.I. Trischkina<sup>1</sup>, T.V. Cherkasova<sup>1</sup>, A.A. Klopotov<sup>1</sup>, A.I. Potekhaev<sup>2</sup>,  
V.V. Kulagina<sup>2,3</sup>*

<sup>1</sup>Tomsk State University of Architecture and Building (Tomsk, Russia)

<sup>2</sup>National Research Tomsk State University (Tomsk, Russia)

<sup>3</sup>Siberian State Medical University (Tomsk, Russia)

Рассматриваются новые представления дислокационной физики пластичности и прочности с применением количественных методов просвечивающей дифракционной электронной микроскопии. На примере сплавов Cu-0.5 и 14 ат. % Al проводится анализ изменения параметров дислокационной субструктуры (ДСС) и рассматривается влияние этих параметров на изменение субструктуры материала при температуре  $T=293$  К. Показано, что на каждой стадии деформации присутствует, как правило, две субструктуры («старая» и «новая»). Размытие перехода от стадии к стадии связано с наличием слабоустойчивых предпереходных структурно-фазовых состояний при некоторых степенях деформации одновременно нескольких типов субструктур, т.е. слабоустойчивого структурно-фазового состояния системы. На фоне «старой» субструктуры зарождается «новая», которая в процессе деформации становится основной, а затем «старой», в недрах которой формируется другая субструктура. Получены экспериментальные доказательства этой закономерности для ГЦК сплавов. Наличие границ зерен усложняет диаграммы: вблизи границ зерен формируется третья субструктура, которая соответствует в последовательности превращений ДСС следующим субструктурам (более поздним).

**Ключевые слова:** сплавы Cu-0.5 и 14 ат. % Al, деформационные кривые, дислокационные субструктуры, стадии деформации.

New concepts of dislocation physics of plasticity and strength are considered using quantitative methods of transmission diffraction electron microscopy. New concepts of dislocation physics of plasticity and strength are considered using quantitative methods of transmission diffraction electron microscopy. The analysis of changes in the parameters of the dislocation substructure (DSS) is given on the example of alloys Cu-0.5 and 14 at. % Al and the influence of these parameters on the change in the substructure of the material at a temperature  $T=293$  K is considered. It is shown that at each stage of deformation, there are usually two substructures ("old" and "new"). The blurring of the transition from stage to stage is associated with the presence of weakly stable pre-transition structural-phase States at certain degrees of deformation of several types of substructures simultaneously, i.e., a weakly stable structural-phase state of the system. Against the background of the "old" substructure, a "new" one is born, which in the process of deformation becomes the main one, and then the "old" one, in the depths of which another substructure is formed. Experimental evidence of this regularity is obtained for FCC alloys. The presence of grain boundaries complicates the diagrams: a third substructure is formed near the grain boundaries, which corresponds to the following substructures (later) in the sequence of DSS transformations.

**Key words:** alloys Cu-0.5 and 14 at.% Al %, deformational curves, dislocation substructures, deformational stages.

**DOI: 10.14258/izvasu(2021)1-09**

\*Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (номер проекта FEMN-2020-0004).

**Введение**

В настоящее время необходимы новые представления в решении проблем прочности и пластичности [например, 1–3]. Плотность дислокаций и их структурные конгломераты могут определяться рядом факторов. В рамках многоуровневого подхода установлено, что с увеличением размера зерна на мезоуровне плотность дислокаций убывает, а на микроуровне — возрастает. Эти данные показывают принципиальную разницу в закономерностях накопления дислокаций на мезо- и микроуровнях размеров зерен. Изменение концентрации легирующего элемента в твердом растворе приводит к изменению, в частности, сил трения и напряжения старта дислокаций, что особенно заметно в начале пластического течения. Дальнейшее развитие пластической деформации приводит к вступлению важного фактора упрочнения: формированию определенной дислокационной субструктуры, т.е. определенной организации дислокаций, которая в конечном итоге и управляет деформационным упрочнением моно- и поликристаллов. Субструктурное упрочнение является важным механизмом упрочнения металлов и сплавов [4, 5]. Кроме того, необходимо учитывать, что упрочнение в твердорастворных сплавах очень сильно зависит от концентрации легирующих элементов.

Выбор сплавов на основе Cu–Al с твердорастворным упрочнением для исследования был обусловлен рядом соображений. Во-первых, сплавы Cu–Al являются перспективными как материалы с оптимальным сочетанием прочности и пластичности [6–8]. Во-вторых, в сплавах Cu–Al обнаружена положительная температурная зависимость скалярной плотности дислокаций, что является необычным [9].

Недавно предложены новые представления о структурно-фазовых превращениях в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термодинамическом воздействии [10]. В [11] показана роль критических размеров зерен поликристаллов мезоуровня в ходе деформации в слабоустойчивом состоянии металлов и сплавов.

Целью данной работы является исследование влияния состава на эволюцию дислокационной субструктуры в поликристаллических сплавах Cu–Al при пластической деформации.

**1. Материал и методика исследования**

Материалами исследования были выбраны сплавы с составами 0.5 ат.% Al и 14 ат.% Al. Выплавку сплавов проводили в индукционной печи в атмосфере аргона. Исследовались поликристаллы со средним размером зерна 100 мкм. Образцы сплавов деформировались растяжением при комнатной температуре со скоростью  $2 \cdot 10^{-2}$  сек<sup>-1</sup>. Дислокационная структура изучалась методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии в интервале деформаций  $\epsilon_{ист} = 0.02 \dots 0.90$ . Использовались электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 125 кВ, снабжен-

ные гониометром. Увеличение в колонне микроскопа было  $\times 30000$ . По микрофотографиям были измерены различные параметры дефектной субструктуры.

**2. Результаты и их обсуждение**

На рисунке 1 представлены зависимости напряжения течения  $\sigma$  и коэффициента деформационного упрочнения  $\theta = ds/d\epsilon$  от степени деформации  $\epsilon_{ист}$  в сплаве Cu–0.5 ат.% Al и 14 ат.% Al. Для выделения стадий деформации были построены зависимости коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  от степени деформации  $\epsilon_{ист}$  (рис. 1а). Анализ зависимостей коэффициента деформационного упрочнения от степени деформации позволил выявить наличие короткой переходной стадии  $\pi$ , стадию II с почти постоянным коэффициентом деформационного упрочнения  $\theta$ , стадию III с уменьшающимся  $\theta$  и стадию IV с постоянным  $\theta$ .

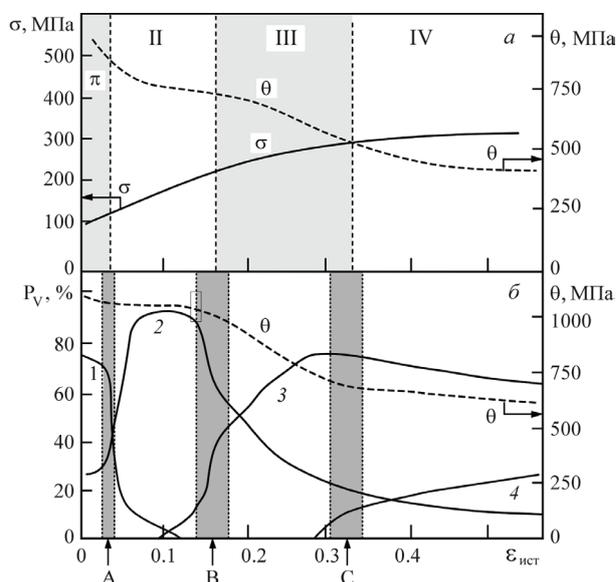


Рис. 1. Зависимости напряжения течения  $\sigma$  (а) и коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  (а) от степени деформации  $\epsilon$  в сплаве Cu–0.5 ат.%. Светло-серым цветом выделены стадии пластической деформации, римскими цифрами указаны стадии пластической деформации. Буквами А, В, С указаны переходные области между стадиями и выделены темно-серым цветом.

Объемные доли различных типов ДСС  $P_v$  (б):  
 1 — дислокационный хаос и дислокационные клубки,  
 2 — неразориентированная ячеистая субструктура,  
 3 — разориентированная ячеистая ДСС,  
 4 — фрагментированная субструктура.

Размер зерна  $\langle d \rangle = 100$  мкм

На рисунке 2 в качестве примера представлены типы субструктур, формирующиеся при степени деформации  $\epsilon_{ист} = 0.70$  в сплаве Cu–14 ат.% Al. В результате анализа полученных на основе электронно-микроскопических исследований микрофотографий

были измерены объемные доли материала, занятого определенным типом формирующейся при фиксированной степени деформации дислокационной субструктуры (ДСС). Результаты этого анализа представлены на диаграмме на рисунке 16. Видно, что переход от одной стадии к другой проявляется на диаграмме распределений ДСС в виде областей А и В, в которых объемные доли соответствующих ДСС приблизительно одинаковы. В области перехода от стадии III к IV

(переходная область С) к двум ДСС добавляется еще третья ДСС (рис. 16). Одновременное существование двух и более ДСС в областях А, В и С на диаграмме распределений ДСС от одной стадии к другой отражает концепцию, что одна из ДСС становится менее устойчивой относительно следующей «нарастающей» ДСС в новых условиях с ростом приложенных механических напряжений.

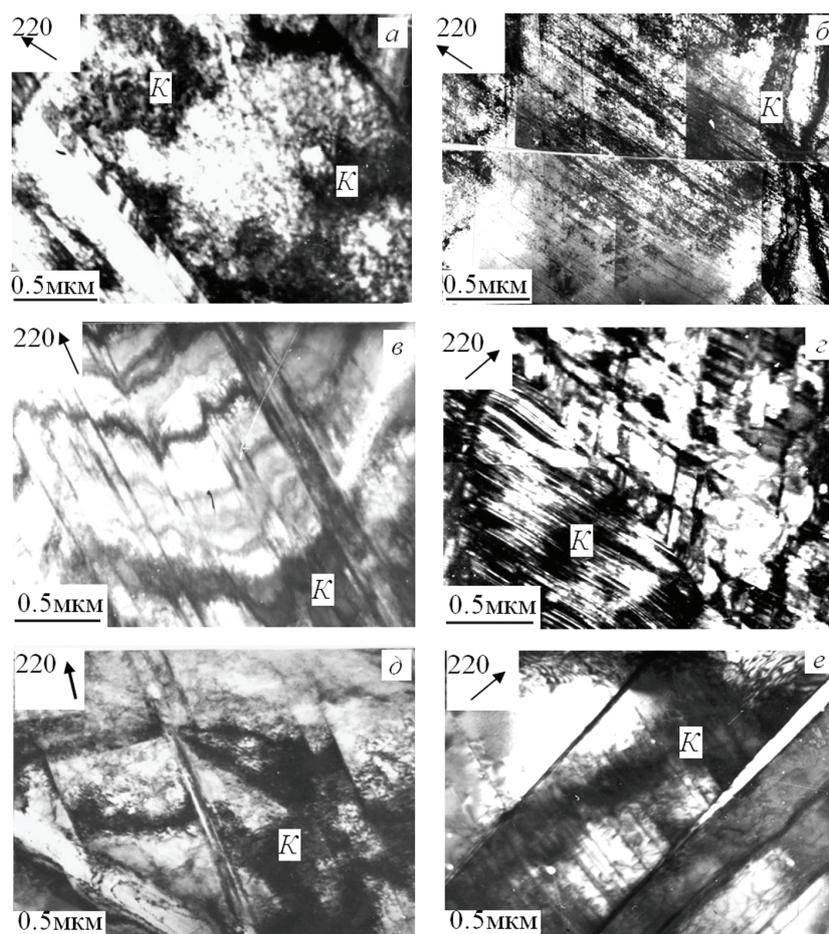


Рис. 2. Микрофотографии различных типов ДСС, формирующиеся в сплаве Cu-14 ат.% Al при деформации  $\epsilon_{ист} = 0.70$  при комнатной температуре: а — разориентированная ячейисто-сетчатая; б — разориентированная ячейисто-сетчатая с дислокационными сгущениями; в — одна система микродвойников; г — две системы микродвойников; д — микротрещины в ячейисто-сетчатой ДСС; е — микротрещины, идущие по границе микродвойника. К — экстинкционные деформационные контуры

Например, на стадии I большую часть субструктуры занимает неразориентированная ячейистая ДСС. Переход на стадию II сопровождается значительным ростом разориентированной ячейистой ДСС. Появление новой стадии связано с ее ростом на фоне старой ДСС. Фактически это можно понимать так, что в области перехода от одной стадии к другой в системе образуется некоторое переход-

ное структурно слабоустойчивое состояние, вырождение которого переводит систему в новое состояние [10]. В области перехода энергетическая разница между ДСС, присущими материнской и дочерней стадиям деформации, сосуществуют в реализуемом переходном структурно-фазовом состоянии незначительно.

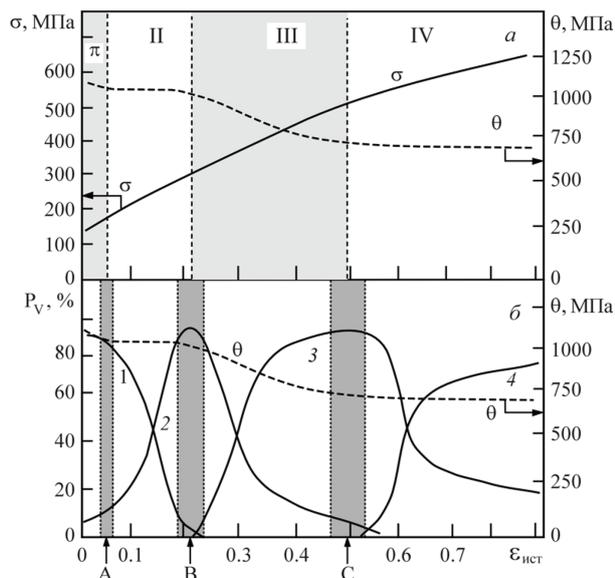


Рис. 3. Зависимости напряжения течения  $\sigma$  и коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  (а) от степени деформации сплава Cu+14ат.% Al. Светло-серым цветом выделены стадии пластической деформации, римскими цифрами указаны стадии пластической деформации. Буквами А, В, С указаны переходные области между стадиями и выделены темно-серым цветом. Зависимости объемных долей различных типов ДСС от степени деформации (б):

- 1 — дислокационный хаос и дислокационные скопления,
- 2 — однородная сетчатая субструктура,
- 3 — неоднородная сетчатая субструктура,
- 4 — ячеисто-сетчатая с разориентировками и микродвойники. Размер зерна  $\langle d \rangle = 100$  мкм

На рисунке 3 представлены зависимости напряжения течения  $\sigma$ , коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  от степени деформации  $\epsilon_{ист}$  и диаграмма распределений ДСС в сплаве Cu-14ат.% Al. На основе анализа зависимости  $\theta=f(\epsilon)$  выделены также четыре стадии деформации для сплава Cu-0,5ат.% Al (рис. 1а). На рисунке 3б видно, что для сплава Cu-14 ат.% Al диаграмма распределений ДСС имеет совершенно другой характер, чем в сплаве Cu-0,5ат.% Al (рис. 1б). Из приведенной диаграммы видно, что на каждой стадии деформации присутствуют, как правило, одновременно два типа субструктуры, причем доля одного типа субструктуры растет в процессе деформации, а другого — уменьшается. В этом сплаве на диаграмме распределений ДСС переходные области от стадии к стадии А, В и С приходятся на область максимального содержания какой-то одной стадии.

Выявленное в сплавах на основе Cu-Al разного состава значительное изменение характера распределений ДСС от деформации обусловлено развитием разных последовательностей ДСС (рис. 4). На основе анализа полученных данных по эволюции дислокационных субструктур в зависимости от степени деформации сплава Cu-Al разного состава построена схема перестройки ДСС при переходе от стадии к стадии (рис. 4).

Здесь необходимо отметить, что каждой стадии деформации отвечают свои характерные для данной стадии ДСС носители деформации (см. рис. 1б и 3б). При переходе к новой стадии происходит переход к новым структурным носителям деформации. При переходе от стадии к стадии эти носители сосуществуют, что является характерной чертой слабоустойчивых состояний системы [11]. При этом управляющим параметром процесса является степень деформации сплава.

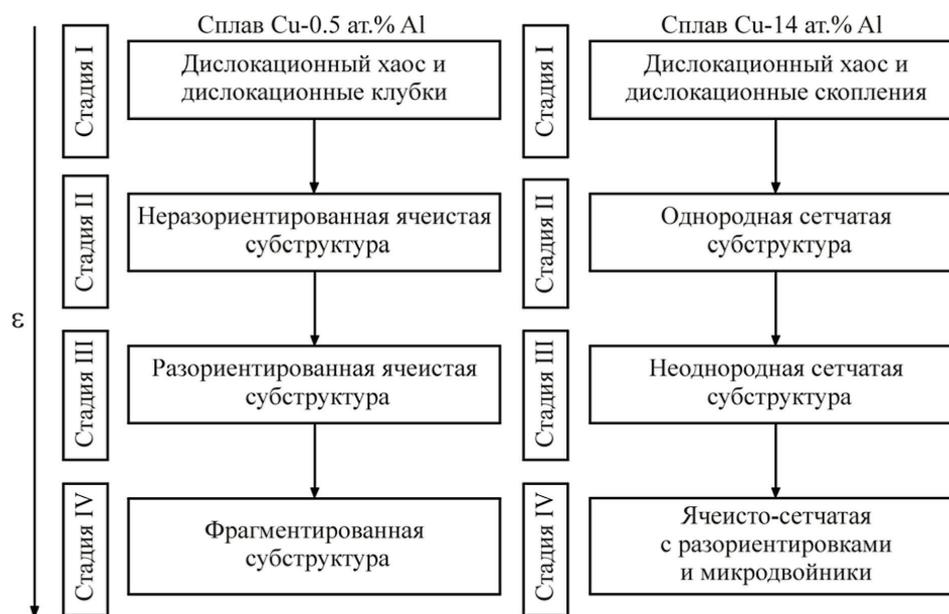


Рис. 4. Последовательность превращений ДСС в сплавах Cu-Al разного состава с ростом степени деформации

В системе Cu и Al образуется непрерывный ряд твердых растворов в концентрационном интервале от 0 до 20 ат.% Al. Растворение атомов Al в твердом растворе на основе Cu приводит к значительным изменениям межатомных сил в кристаллической решетке. Это явление хорошо подтверждается на зависимости атомного объема от концентрации в системе Al–Cu в области твердого раствора (рис. 5). Видно, что растворение атомов Al в твердом растворе на основе Cu приводит к значительному отрицательному отклонению от аддитивного атомного объема [14]. Это отклонение является неконфигурационным эффектом, играющим значительную роль в изменении межатомных сил [15]. Кроме того, это находит также отражение в образовании большого количества интерметаллических соединений в Cu–Al системе при более высоких значениях концентрации атомов второго компонента. А именно в системе Cu–Al установлено существование тринадцати соединений:  $\beta$ -Cu<sub>3</sub>Al,  $\chi$ ,  $\gamma$ ,  $\epsilon_1$ ,  $\eta_1$ ,  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>,  $\gamma_2$ -Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub>,  $\alpha_2$ ,  $\epsilon_1$ ,  $\delta_1$ ,  $\zeta_1$ ,  $\zeta_2$ ,  $\eta_2$  [12, 13]. Все это свидетельствует о том, что при деформации в локальных местах в области высоких напряжений в дислокационных клубках, в дислокационных стенках и в ядрах дислокаций в твердых растворах Cu с высоким содержанием растворенных атомов Al возможно образование кластеров со структурами, отличными от координации атомов ГЦК решетки. Кроме того, образование в сплавах на основе Cu твердого раствора в системе Cu–Al удовлетворяет не всем правилам Юм-Розери, определяющих способность замещения атомов Al по узлам кристаллической решетки Cu.

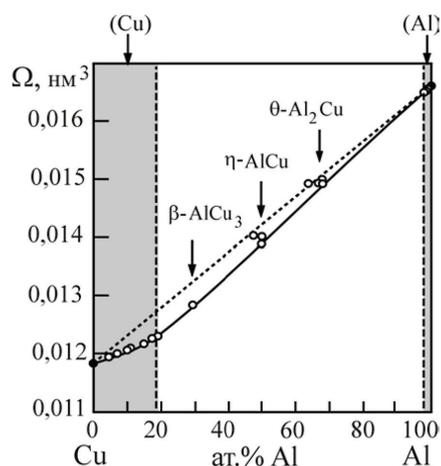


Рис. 5. Зависимость атомного объема на один ион от концентрации в системе Al–Cu. Данные для расчета получены из [12, 13]. Серым цветом выделены области твердых растворов в сплавах на основе Cu и Al

Естественно, что реализуемое структурно-фазовое состояние соответствует определенному значению некоторого внутреннего управляющего параметра [10]. Так, в [11] показано, что таким управляющим параметром может быть размер зерна в поликристаллических материалах. Поэтому были проведены измерения среднего размера зерна при фиксированных степенях деформации. Результаты измерений представлены в виде эмпирических распределений для сплавов Cu-0,5ат.% Al и Cu-14ат.% Al при фиксированных степенях деформации (рис. 6).

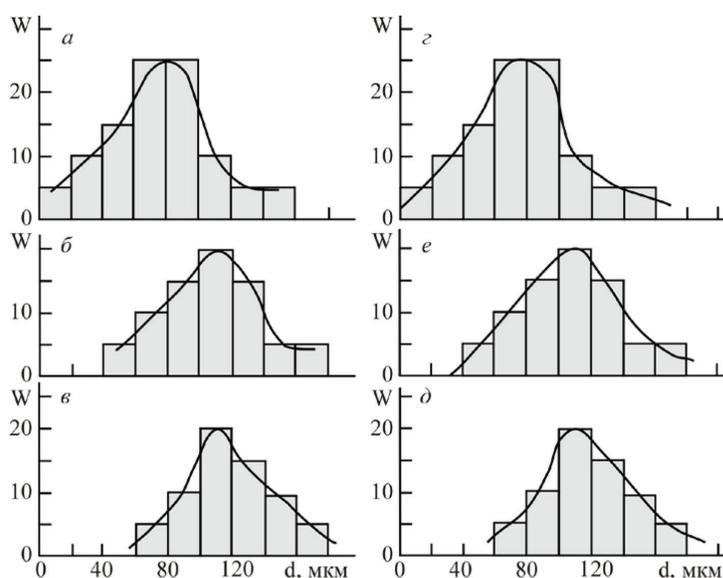


Рис. 6. Гистограммы распределений размеров зерен для сплавов Cu-0,5ат.% Al (а, б, в) и Cu-14ат.% Al (г, д, е)

Было установлено, что данные распределения подчиняются нормальному закону с надежностью 0.90. При небольшой степени деформации  $\epsilon_{ист} = 0.10$  ин-

тервал размера зерен от 1 до 160 мкм. При увеличении степени деформации до  $\epsilon_{ист} = 0.30$  происходит смещение распределения размера зерен в сторону

больших значений, а интервал сужается (от 40 до 180 мкм). Дальнейшее увеличение степени деформации до  $\varepsilon_{ист} = 0.60$  приводит к дальнейшему смещению размеров зерен, а интервал составляет от 60 до 180 мкм.

В обоих сплавах была измерена средняя скалярная плотность дислокаций, результаты измерений представлены на рис. 7. Из рисунка видно, что плотность дислокаций выше в сплавах с высокой концентрацией легирующего элемента, которая выходит на насыщение увеличением степени деформации  $\varepsilon$ .

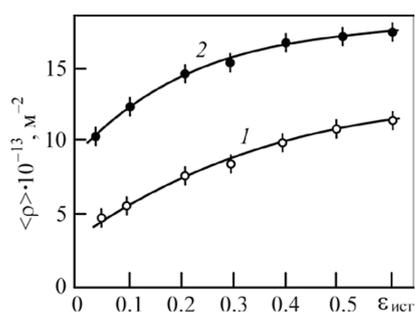


Рис. 7. Зависимости средней скалярной плотности дислокаций  $\langle \rho \rangle$  от степени деформации  $\varepsilon$  в Cu-Al сплавах:  
1 — Cu-0,5ат.% Al, 2 — Cu-14ат.% Al

### Заключение

На каждой стадии деформации присутствует, как правило, две субструктуры («старая» и «новая»). Размытие перехода от стадии к стадии связано с наличием слабоустойчивых предпереходных структурно-фазовых состояний при некоторых степенях деформации одновременно нескольких типов субструктур, т.е. слабоустойчивого структурно-фазового состояния системы. На фоне «старой» субструктуры зарождается «новая», которая в процессе деформации становится основной, а затем «старой», в недрах которой формируется другая субструктура. Получены экспериментальные доказательства этой закономерности для ГЦК сплавов. Наличие границ зерен усложняет диаграммы: вблизи границ зерен формируется третья субструктура, которая соответствует в последовательности превращений ДСС следующим субструктурам (более поздним).

Установлено, что выявленное в сплавах на основе Cu-Al разного состава значительное изменение характера распределений ДСС от деформации обусловлено развитием разных последовательностей ДСС.

### Библиографический список

- Панин В.Е., Лихачев В.А., Гриняев Ю.В. Структурные уровни деформации твердых тел. Новосибирск, 1985.
- Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов / под ред. акад. В.Е. Панина. Новосибирск, 1995. Т. 1.
- Панин В.Е., Гриняев Ю.В. Физическая мезомеханика — новая парадигма на стыке физики и механики деформируемого твердого тела // Физ. мезомех. 2003. Т. 6. № 4.
- Конева Н.А., Козлов Э.В. Природа субструктурного упрочнения // Изв. вузов. Физика. 1982. № 8.
- Конева Н.А., Козлов Э.В. Закономерности субструктурного упрочнения // Изв. вузов. Физика. 1991. № 3.
- Ren C.X., Wang Q., Hou J.P. and et al. Exploring the strength and ductility improvement of Cu-Al alloys // Materials Science & Engineering. 2020. A786. 139441.
- Chakravarty S., Sikdar K., Singh S.S., Roy D., Koch C.C. Grain size stabilization and strengthening of cryomilled nanostructured Cu 12 at% Al alloy // J. Alloys and Compounds. 2017. Vol. 716.
- Зайнуллина Л.И., Александров И.В. Влияние ЭДУ на прочностные свойства сплавов системы Cu-Al, подвергнутых РКУП при криогенной температуре // Молодежный вестник УГАТУ. 2019. № 2 (21).
- Конева Н.А., Тришкина Л.И., Черкасова Т.В., Козлов Э.В. Влияние температуры деформации и размера зерен на формирование субструктуры и величину вкладов гео-метрически необходимых и статистически запасенных дислокаций в среднюю плотность дислокаций в сплавах системы Cu-Al // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2009. Т. 6. № 4.
- Конева Н.А., Тришкина Л.И., Потехаев А.И., Козлов Э.В. Структурно-фазовые превращения в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термосиловом воздействии. Томск, 2015.
- Конева Н.А., Потехаев А.И., Тришкина Л.И., Черкасова Т.В., Клопотов А.А. Роль критических размеров зерен поликристаллов мезоуровня в ходе деформации в слабоустойчивом состоянии металлов и сплавов // Известия вузов. Физика. 2020. Т. 63. № 5.
- Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. М., 1996. Т. 1.
- Барабаш О.М., Коваль Ю.Н. Структура и свойства металлов и сплавов. Киев, 1986.
- Юм-Розери В., Рейнор Г. Структура металлов и их сплавов. М., 1959.
- Марадудин А., Монтрелл Э., Вейс Дж. Динамическая теория кристаллической решетки в гармоническом приближении. М., 1965.