

Пластическая деформация и ее влияние на накопление средней скалярной плотности дислокаций и ее компонент ρ_S и ρ_G в сплавах Cu-Mn*

Л.И. Тришкина¹, А.А. Клопотов¹, А.И. Потекаев², Т.В. Черкасова¹,
В.И. Бородин³

¹Томский государственный архитектурно-строительный университет
(Томск, Россия)

²Национальный исследовательский Томский государственный университет
(Томск, Россия)

³ООО «Газпром трансгаз Томск» (Томск, Россия)

Influence of Plastic Deformation on the Accumulation of the Average Scalar Dislocation Density and Its Components ρ_S and ρ_G in Cu-Mn Alloys

L.I. Trishkina¹, A.A. Klopotov¹, A.I. Potekaev², T.V. Cherkasova¹, V.I. Borodin³

¹Tomsk State University of Architecture and Building (Tomsk, Russia)

²National Research Tomsk State University (Tomsk, Russia)

³LLC "Gazprom Transgaz Tomsk" (Tomsk, Russia)

Развитие и успехи физической науки о прочности позволяют сформулировать основные аспекты, которые основаны на дислокационной физике. Настоящая статья описывает современное состояние этого вопроса в рамках многоуровневого подхода. В ней рассмотрены закономерности накопления дислокаций в материале после различных степеней деформации. Основным механизмом упрочнения металлического поликристалла является накопление в его зернах дислокаций, а основным параметром упрочнения является средняя скалярная плотность дислокаций. Скалярная плотность дислокаций разделена на компоненты: плотность статистически запасенных (ρ_S) и плотность геометрически необходимых (ρ_G) дислокаций. Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) проведены этапы развития типов дислокационной субструктуры (ДСС) в сплавах Cu-Mn от концентрации легирующего элемента при активной пластической деформации. Исследовались поликристаллические сплавы в широком концентрационном интервале от 0.4 до 25 ат.% Mn. По полученным в электронном микроскопе микроснимкам был измерен ряд параметров дислокационной субструктуры: средняя скалярная плотность дислокаций $\langle\rho\rangle$, плотность статистически запасенных (ρ_S) и геометрически необходимых (ρ_G) дислокаций, кривизна-кручение кристаллической решетки (χ), плотность микрополос ($\rho_{\text{полос}}$), плотность оборванных субграниц ($M_{\text{обр}}$).

The development and progress of the physical science of strength makes it possible to formulate the main aspects based on dislocation physics. This article describes the current state of this issue in the framework of a multilevel approach. It considers the patterns of accumulation of dislocations in a material after various degrees of deformation. The main mechanism of hardening of a metal polycrystal is the accumulation of dislocations in its grains, and the main hardening parameter is the average scalar dislocation density. The scalar dislocation density is divided into components: the density of statistically stored (ρ_S) and the density of geometrically necessary (ρ_G) dislocations. Transmission diffraction electron microscopy (TEM) is used to study the stages of the development of types of dislocation substructure (DSS) in Cu-Mn alloys depending on the concentration of the alloying element during active plastic deformation. Polycrystalline alloys were investigated over a wide concentration range from 0.4 to 25 atomic percent Mn. A number of parameters of the dislocation substructure are measured from micrographs obtained in an electron microscope: the average scalar density of dislocations $\langle\rho\rangle$, the density of statistically stored (ρ_S) and geometrically necessary (ρ_G) dislocations, the curvature-torsion of the crystal lattice (χ), the density of microbands (b), density of dangling subboundaries (M_{sub}). A sequence of transformations of DSS types with an increase in the degree of deformation and the value of the second element to form the type of substructure and its parameters is established.

* Работа выполнена при финансовой поддержке Государственного задания Министерства образования и науки Российской Федерации (проект № FE MN-2020-0004).

Установлена последовательность превращений типов ДСС при увеличении степени деформации и величины второго элемента на формирование типа субструктуры и ее параметров. Экспериментально определено влияние концентрации второго элемента и размера зерна на среднюю скалярную плотность дислокаций и ее составляющих. Наличие разориентировок в субструктуре в процессе деформации базируется на основе измерения этих параметров методом ПЭМ.

Ключевые слова: сплавы Cu-Mn, деформация, дислокационные субструктуры, геометрически необходимые дислокации, атомный объем, закон Зена.

DOI: 10.14258/izvasu(2023)1-09

Введение

Варьирование состава сплавов систем Cu-Mn может менять степень ближнего порядка и сопротивление движению дислокаций [1, 2]. В то же время в сплавах системы Cu-Mn значение энергии дефекта упаковки (ЭДУ) незначительно зависит от концентрации легирующего компонента Mn [3]. Величина концентрации второго элемента в твердом растворе может приводить к изменению напряжения старта дислокаций и сил трения и, следовательно, к изменению сопротивления началу пластической деформации. Увеличение степени деформации приводит к формированию определенного типа дислокационной субструктуры, которая, в свою очередь, определяет деформационное упрочнение поликристаллов. Характер и тип образующихся дислокационных структур тесно связаны с величиной ЭДУ, параметрами локального порядка, силами трения между дислокациями. Эти параметры могут сильно изменяться в зависимости от концентрации легирующего элемента, от степени упорядочения в твердых растворах, а также от степени деформации [4–7].

Много лет дислокационную структуру характеризовали в основном таким параметром, как средняя скалярная плотность дислокаций $\langle \rho \rangle$. Дальнейшее развитие исследований дислокаций привело к разделению величины $\langle \rho \rangle$ на разные по физическому смыслу компоненты: геометрически необходимые дислокации ρ_G и статистически запасенные ρ_S . В литературе показано, что геометрически необходимые дислокации образуются при деформации в поликристаллических металлах и сплавах с деформационными двойниками, в дисперсно-упрочненных материалах и в других случаях функционирования прочных барьеров дислокационному скольжению [8–12].

Плотность ρ_G связана непосредственно с кривизной-кручением кристаллической решетки χ [13, 14]:

The influence of the concentration of the second element and the grain size on the average scalar density of dislocations and its components is experimentally determined. The presence of misorientations in the substructure during deformation is based on the measurement of these parameters using the TEM method.

Key words: Cu-Mn alloys, deformation, dislocation substructures, geometrically necessary dislocations, atomic volume, Zen's law.

$$\rho_G = \frac{1}{b} \frac{\partial \varphi}{\partial \ell} = \frac{\chi}{b} = (rb)^{-1},$$

где b — вектор Бюргера, φ — угол наклона кристаллографической плоскости, ℓ — расстояние на плоскости,

$\frac{\partial \varphi}{\partial \ell} = \chi$ — кривизна-кручение кристаллической

решетки, r — радиус кривизны кристалла.

Образование дислокаций и дислокационные реакции в сплавах после пластической деформации можно считать случайными процессами. Подвергнутые торможению одни дислокации другими, которые образовались в процессе пластической деформации, называются статистически запасенными (СЗД) [14]. Статистически запасенные дислокации образуются в самом начале пластической деформации и тормозятся в основном слабыми барьерами, состоящими из других дислокаций. В случае присутствия в сплавах более прочных барьеров (таких как частицы вторых фаз, деформационные двойники или границы зерен) в материале происходит накопление геометрически необходимых дислокаций (ГНД), при этом имеют место градиенты пластической деформации (1) [14]. В результате средняя скалярная плотность дислокаций определяется выражением:

$$\langle \rho \rangle = \rho_S + \rho_G.$$

Целью данной работы является поиск закономерностей эволюции типов дислокационной субструктуры и изменений параметров дислокационных субструктур в зависимости от деформации и концентрации второго элемента Mn.

Материал и методика эксперимента

Материалами исследования являлись поликристаллические сплавы системы Cu-Mn в интервале концентраций Mn от 0.4 до 25 ат.%. Исследовались сплавы со средним размером зерен: 10, 20, 40, 60, 100, 120 и 240 мкм. Деформация образцов исследованных сплавов осуществлялась растяжением при комнатной

температуре со скоростью $2 \cdot 10^{-2} \text{сек}^{-1}$. Дислокационная структура изучалась методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) на электронных микроскопах с ускоряющим напряжением 125 кВ, снабженных гониометром. Просмотр фольг в колонне микроскопа происходил при увеличении в $\times 30000$. Методика измерения параметров дислокационной структуры приведена в [15, 16].

Результаты исследования и их обсуждение

Рассмотрим формирование дислокационной субструктуры (ДСС) в зависимости от концентрации легирующего элемента при небольших степенях деформации ($\epsilon_{\text{ист}}=0.05$) в медно-марганцевых сплавах. Для удобства сравнения субструктур приводятся результаты исследования для одного размера зерна $d=100 \text{ мкм}$.

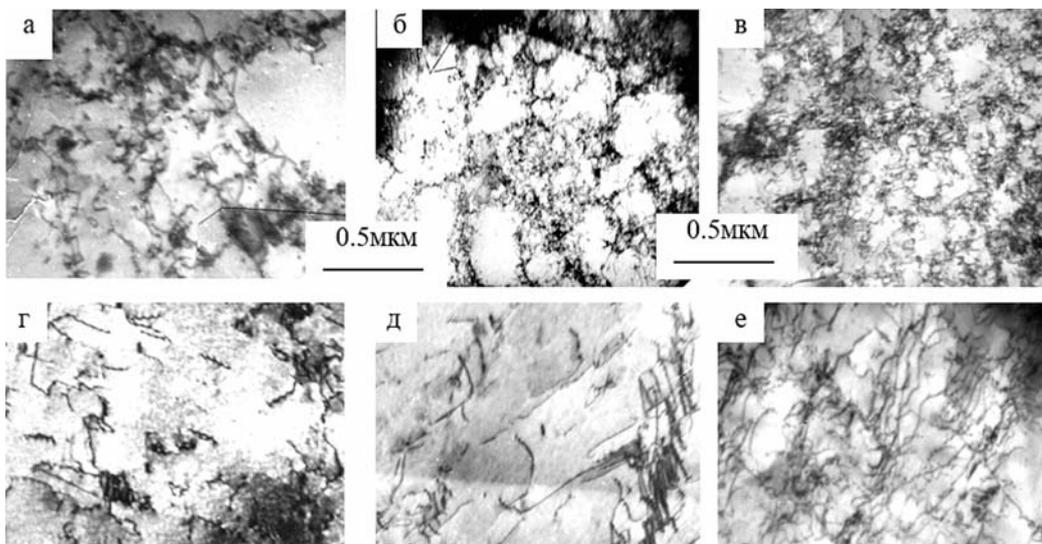


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения типов ДСС, формирующихся при небольших степенях деформации $\epsilon_{\text{ист}}=0.05-0.10$ в сплавах Cu-Mn: а — клубковая; б — ячеистая ДСС; в — ячеисто-сетчатая ДСС; г — хаотическое распределение дислокаций; д — дислокационные скопления; е — сетчатая ДСС. Фото а, б, в соответствуют концентрациям легирующего элемента от 0.4 до 8 ат.%, а фото г, д, е — от 8 до 25ат.%

На рисунке 1 представлены типы дислокационных субструктур, формирующихся при росте концентрации второго элемента. Анализ электронно-микроскопических изображений позволил выявить следующие закономерности в формировании ДСС. В исследуемых сплавах при умеренных степенях деформации ($\epsilon_{\text{ист}}=0.05 \dots 0.10$) в интервале концентраций легирующего элемента от 0.4 до 6 ат.% Mn происходит образование клубков из дислокаций (рис. 1а) и ячеистой субструктуры без разориентировок (рис. 1б). Увеличение

концентрации второго компонента до 8 ат.% Mn приводит к переходу от ячеистой ДСС к ячеисто-сетчатой ДСС (рис. 1в). Дальнейший рост концентрации второго элемента сопровождается формированием нового типа ДСС. В сплавах Cu+13, 19 и 25 ат.% Mn наблюдается следующая последовательность формирования типов ДСС: дислокационного хаоса (рис. 1г), дислокационных скоплений и петель из дислокаций (рис. 1д) и сетчатой ДСС (рис. 1е).

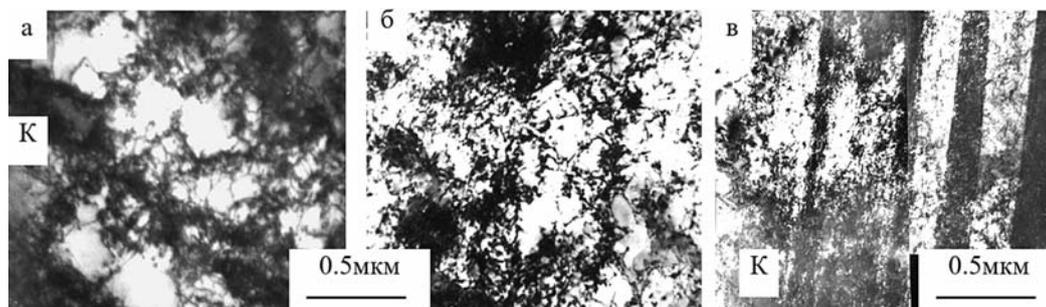


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения типов ДСС, формирующихся при степенях деформации $\epsilon_{\text{ист}} 0.20$: а — разориентированная ячеистая; б — ячеисто-сетчатая ДСС; в — микрополосовая ДСС. Фото (а) соответствует концентрации Mn 0.4 ат.%; б — 8 ат.%, а фото в — от 6 до 25ат.%, экстинкционный деформационный контур К

Рассмотрим влияние роста степени деформации в исследованных сплавах, что приводит к появлению разориентировок в дислокационной субструктуре. На электронно-микроскопических изображениях это проявляется в возникновении экстинкционных деформационных контуров (рис. 2). В сплавах Cu-Mn с низким значением концентрации легирующего элемента (до 6 ат.%) при степени деформации $\epsilon_{ист} = 0.20$ формируется разориентированная ячеистая субструктура (рис. 2а). В сплавах с концентрацией легирующего элемента выше 8 ат.% при дальнейшем увеличении деформации развивается разориентированная ячеисто-сетчатая (рис. 2б). Повышение степени деформации приводит также к появлению сгущений из дислокаций (рис. 2б), которые зарождаются на длинных прямолинейных дислокациях, образовавшихся еще при малых степенях деформации. Происходит увеличение плотности сгущений, а структура стремится к однородности. В сплавах Cu-Mn при повышенных степенях деформации наблюдается образование микрополосовой субструктуры (рис. 2в). Чаще всего формирование микрополосовой ДСС наблюдается в сплавах Cu+0.4ат.%Mn и Cu+6ат.%Mn, которая образуется либо внутри зерна, формируясь по границам разориентированных ячеек, или от границ зерен. Кинетика образования микрополосовой субструктуры и роста ее объемной доли часто связана с прорастанием через материал оборванных границ.

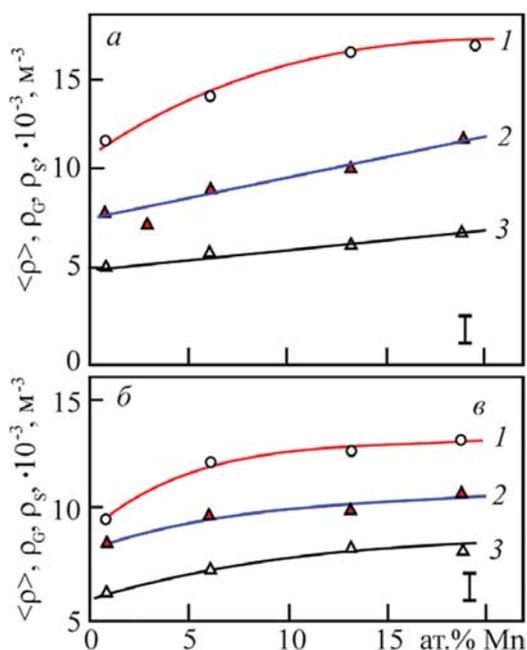


Рис. 3. Зависимости средней скалярной плотности дислокаций $\langle \rho \rangle$ (кривая 1), плотности геометрически необходимых ρ_G (кривая 2) и статистически запасенных ρ_S (кривая 3) дислокаций от концентрации легирующего элемента в сплавах системы Cu-Mn при степени деформации $\epsilon_{ист} = 0.30$ и размерах зерен: а — $\langle d \rangle = 10$ мкм; б — $\langle d \rangle = 240$ мкм

По микрофотографиям была измерена средняя скалярная плотность дислокаций $\langle \rho \rangle$, плотность статистически запасенных (ρ_S) и геометрически необходимых (ρ_G) дислокаций, кривизна-кручение кристаллической решетки (χ), плотность микрополос ($P_{полос}$), плотность оборванных границ ($M_{обгр}$) при разных размерах зерен ($\langle d \rangle$). Зависимости средней скалярной плотности дислокаций $\langle \rho \rangle$, плотности геометрически необходимых и статистически запасенных дислокаций от концентрации легирующего элемента C_{Mn} при степени деформации $\epsilon_{ист} = 0.30$ и размерах зерен 10 мкм и 240 мкм приведены на рисунке 3. Из рисунка видно, что рост концентрации марганца приводит к увеличению как средней скалярной плотности дислокаций $\langle \rho \rangle$, так и ее компонент ρ_G и ρ_S . Рост степени деформации приводит к формированию разориентировок в субструктуре. На рисунке 4 приведены зависимости параметров, которые характеризуют разориентировки в сплавах Cu-Mn: кривизна-кручение кристаллической решетки χ , плотность микрополос $P_{полос}$ и плотность оборванных субграниц $M_{обгр}$. Величины χ , $P_{полос}$ и $M_{обгр}$ возрастают с концентрацией легирующего элемента C_{Mn} существеннее в сплавах с размером зерна 10 мкм по сравнению со сплавами, в которых размер зерна равен 240 мкм.

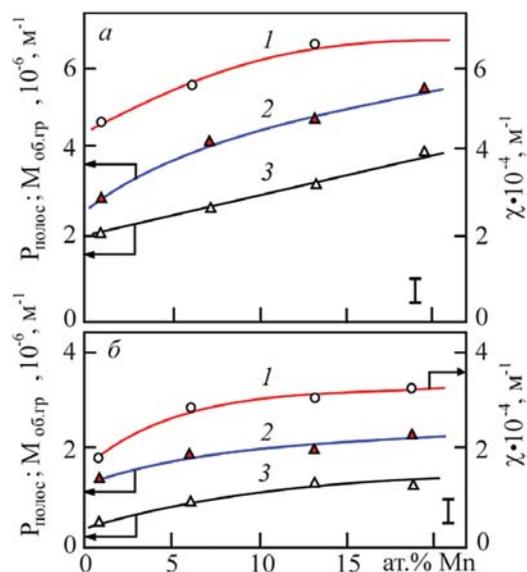


Рис. 4. Зависимости кривизны-кручения кристаллической решетки χ (кривая 1), плотности оборванных субграниц $M_{обгр}$ (кривая 2) и плотности микрополос $P_{полос}$ (кривая 3) ДСС от концентрации легирующего элемента в сплавах системы Cu-Mn при степени деформации: $\epsilon_{ист} = 0.30$ и размерах зерен: а — $d = 10$ мкм; б — $d = 240$ мкм

Рассмотрим особенности изменения атомного объема в твердых растворах в сплавах системы Cu-Mn. Считается, что в области существования твердых растворов двух элементов изменение периода

решетки в зависимости от состава должно быть линейным. Это предположение было сформулировано в виде закона Вегарда [17–19]. Согласно этому закону: период решетки твердого раствора из двух компонентов с одинаковой или близкой структурой и периодами a_1 и a_2 должен линейно изменяться в зависимости от концентрации этих компонентов x_1 и x_2 , выраженных в атомных долях:

$$a = x_1 a_1 + x_2 a_2. \quad (1)$$

С другой стороны, Зен сформулировал правило аддитивности атомных объемов для идеальных твердых растворов [18–19]:

$$\Omega = C_A \Omega_A + C_B \Omega_B, \quad (2)$$

где C_A и C_B , Ω_A и Ω_B — концентрации и атомные объемы чистых компонентов соответственно. Под атомным объемом понимается доля объема элементарной ячейки, приходящаяся на один атом, т.е.

$$\Omega = \frac{V}{n}, \quad (3)$$

здесь n — число атомов в элементарной ячейке.

Атомные объемы чистых металлов Ω , вычисленные таким образом, менее всего зависят от типа кристаллической решетки. Атомный объем чистых металлов Ω является более универсальной характеристикой относительно параметров элементарных ячеек чистых металлов и может быть использован для анализа свойств соединений, образованных элементами, обладающими разными кристаллическими структурами. Этот подход был успешно применен при анализе бинарных соединений на основе Ti-Ni [17].

Закон Зена выполняется так же редко, как и правило Вегарда, но пользуется большой популярностью. Существует много моделей для предсказания отклонений от закона Зена, но уровень надежности этих предсказаний невелик. Ни одна из моделей, даже знак отклонения, не предсказывает с точностью более 60 %. Это заставляет думать, что главные факторы, ответственные за отклонение от закона Зена, еще не выявлены.

Для большинства известных сплавов, в которых имеет место образование твердых растворов, наблюдается отрицательное отклонение атомного объема от правила Зена [18–20].

$$\Delta\Omega = \Omega_i^{\text{экс}} - \Omega_i^{\text{теор}} < 0. \quad (4)$$

На рисунке 5а приведена фазовая диаграмма системы Cu-Mn, имеющей две концентрационные области, в которых происходит образование упорядоченных фаз в результате фазовых переходов «беспорядок — порядок» составов Cu_3Mn и Cu_2Mn , а также построены

концентрационные зависимости атомных объемов сплавов системы Cu-Mn (рис. 5б). В сплавах системы Cu-Mn наблюдается положительное отклонение атомного объема от закона Зена. Такое отклонение от закона Зена на концентрационной зависимости атомного объема встречается значительно реже, чем отрицательное отклонение [23].

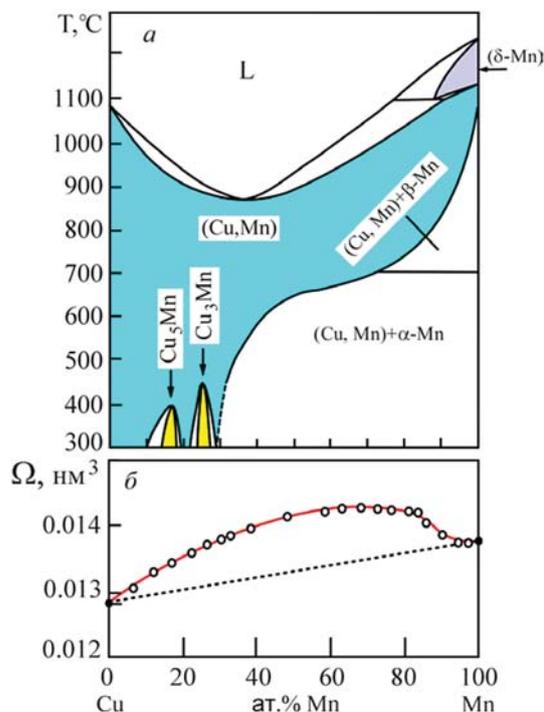


Рис. 5. Фазовая диаграмма (а) и зависимость атомного объема (б) в системе Cu-Mn [21, 22]

Приведенные данные свидетельствуют об изменении сил межатомного взаимодействия при образовании твердых растворов в системе Cu-Mn (согласно выражению, связывающей энергию кристалла с атомным объемом Ω при металлическом характере взаимодействия атомов [24]):

$$U = \frac{Ae^2}{\Omega^{\frac{1}{3}}} + \frac{B}{\Omega^{\frac{2}{3}}} + \frac{Ce^2}{\Omega}, \quad (5)$$

здесь $\frac{Ae^2}{\Omega^{\frac{1}{3}}}$ представляет собой потенциальную энергию свободных электронов, $\frac{B}{\Omega^{\frac{2}{3}}}$ — их кинетическую,

а $\frac{Ce^2}{\Omega}$ характеризует кинетическую энергию электронов, занимающих более низкие энергетические состояния.

Известно, что напряжение Пайерлса E_p , которое является минимальным необходимым для перемещения дислокации в кристаллических телах напряжением, зависит от межплоскостных расстояний d . При этом максимальное значение E_p , которое и есть величина барьера Пайерлса, определяется как [25]:

$$\tau_p = \frac{G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi\omega_d}{b}\right), \quad (6)$$

здесь $\omega_d = \frac{d}{1-\nu}$ — ширина дислокации; d — межплоскостное расстояние; G — модуль сдвига; ν — коэффициент Пуассона; b — вектор Бюргерса.

Таким образом, обнаруженная зависимость атомного объема от концентрации для сплавов системы Cu-Mn согласно приведенному анализу на основе уравнений (3) и (4) позволяет констатировать, что увеличение атомного объема способствует уменьшению энергии кристалла и уменьшению барьера Пайерлса. Такие изменения атомного объема оказы-

вают заметное влияние на подвижность статистически запасенных и геометрически необходимых дислокаций.

Выводы

В результате тонких электронно-микроскопических исследований установлено влияние степени деформации на величину средней скалярной плотности дислокаций и ее компонент твердорастворных поликристаллических сплавов в системе Cu-Mn. Экспериментально установлено влияние концентрации второго элемента на формирование типов дислокационной структуры. Рост степени деформации оказывает значительное влияние на формирование разориентированных субструктур, изменение таких параметров ДСС, как кривизна-кручение кристаллической решетки χ , плотность оборванных субграниц $M_{обр}$ и плотность микрополос $P_{полос}$. Выявлено также влияние размера зерен на количественные характеристики ДСС, например, плотность дислокаций выше в сплавах с размером зерна 10 мкм по сравнению со сплавами, где размер зерна равен 240 мкм.

Библиографический список

1. Дударев Е.Ф., Корниенко А.Л., Бакач Г.П. Влияние энергии дефекта упаковки на развитие дислокационной структуры, деформационное упрочнение и пластичность ГЦК твердых растворов // Известия вузов. Физика. 1991. № 3.
2. Панин В.Е., Дударев Е.Ф., Бушнев Л.С. Структура и механические свойства твердых растворов замещения. М., 1971.
3. Koneva N.A., Trishkina L.I., Cherkasova T.V. Effect of stacking-fault energy on the accumulation of dislocations during plastic deformation of copper-based polycrystalline alloys. // Letters on materials. 2017. Vol. 7. № 3. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2017-3-282-286>.
4. Конева Н.А. Козлов Э.В. Тришкина Л.И. Эволюция дислокационной структуры при деформации поликристаллических сплавов на основе меди и их пластичность // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2016. Т. 13.
5. Конева Н.А., Козлов Э.В. Физическая природа стадийности пластической деформации // Структурные уровни пластической деформации и разрушения / под ред. В.Е. Панина. Новосибирск, 1990.
6. Courtney T.H. Mechanical behavior of materials. Boston; Toronto, 2000.
7. Foley D. L., Latypov M. I., Zhao X. and et al. Geometrically necessary dislocation density evolution as a function of microstructure and strain rate // Materials Science & Engineering A. 2022. Vol. 831. 142224.
8. Hansen L.T., Fullwood D.T., Homer E. R. et al. An investigation of geometrically necessary dislocations and back stress in large grained tantalum via EBSD and CPFEM // Materials Science & Engineering A. 2020. Vol. A 772. 138704.
9. Dahlberg C.E.O., Saito Y., Oztop M.S., Kysar J.W. Geometrically necessary dislocation density measurements at a grain boundary due to wedge indentation into an aluminum bicrystal // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2017. Vol. 105.
10. Lin P., Nie J., Liu Z., Zhuang Z. Study of two hardening mechanism caused by geometrically necessary dislocations in thin films with passivation layer // International Journal of Solids and Structures. 2019. Vol. 160.
11. He D., Zhu J.-c., Lai Z.-h., Liu Y., Yang X.-w., Nong Z.-s. Residual elastic stress-strain field and geometrically necessary dislocation density distribution around nano-indentation in TA15 titanium alloy // Trans. Nonferrous Met Soc. China, 2013. Vol. 23.
12. Munoz J. A. Geometrically Necessary Dislocations (GNDs) in iron processed by Equal Channel Angular Pressing (ECAP) // Materials Letters. 2019.
13. Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous materials // Phil. Mag. 1970. Vol. 21.
14. Ashby M.F. Strengthening methods in crystals / Eds. A. Kelly, R.B. Nicholson. London, 1971.

15. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М., 1970.
16. Тришкина Л. И., Черкасова Т. В., Попова Н. А. и др. Дислокационный ансамбль: скалярная плотность дислокаций и ее компоненты. Томск, 2019.
17. Потекаев А.И., Клопотов А.А. Козлов Э.В. и др. Слабоустойчивые предпереходные структуры в никелиде титана. Томск, 2004.
18. Пирсон У. Кристаллохимия и физика металлов и сплавов. М., 1977. Ч. 1.
19. Козлов Э.В., Дементьев В.М., Кормин Н.М., Штерн Д.М. Структуры и стабильность упорядоченных фаз. Томск, 1994.
20. Zen E. Validaty of «Vegard Law». //J. Mineralogist Soc. America. Vol. 41. № 5–6.
21. Massalski T.B. Binary Alloy Phase Diagrams. American Society for Metals. Metals Park. Ohio, 1986. 1987. Vol. 1, 2.
22. Барабаш О.М., Коваль Ю.Н. Кристаллическая структура металлов и сплавов. Киев, 1986.
23. Landa, J. E. Klepeis, R. E. Rudd, K. J. Caspersen, D. A. Young. Analytic Binary Alloy Volume – Concentration Relations and the Deviation from Zen’s Law // Appl. Sci. 2021. № 11.
24. Маделунг О. Физика твердого тела. Локализованные состояния М., 1985.
25. Фистуль В.И. Физика и химия твердого тела. М., 1995. Т. 1.