

05;12

Цикличность дислокационных перестроек при формировании шейки в ГПУ-сплаве Zr–Nb

© Т.М. Полетика, С.Л. Гирсова, А.П. Пшеничников

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
634021 Томск, Россия
e-mail: poletm@ispms.tsc.ru

(Поступило в Редакцию 22 апреля 2010 г. В окончательной редакции 27 сентября 2010 г.)

Обнаружена цикличность дислокационных превращений в очаге макролокализации деформации в процессе растяжения сплава Zr–1% Nb, которая сопровождается периодической релаксацией внутренних напряжений в результате распада субграниц и перераспределения дислокаций. Установлена взаимосвязь колебательной неустойчивости локализации деформации в режиме „упрочнение–разупрочнение“ на параболической стадии кривой пластического течения сплавов циркония, с цикличностью дислокационных превращений в очаге макролокализации в процессе его трансформации в шейку.

Проблема неустойчивости пластического течения, в частности немонотонное деформационное поведение материалов при пластической деформации, вызывает большой интерес, однако физические причины этого явления остаются не вполне ясными. В настоящей работе представлены результаты изучения колебательной неустойчивости макролокализации деформации, обнаруженной при растяжении конструктивных ГПУ-сплавов циркония [1]. Это явление проявляется на макроуровне на параболической стадии кривой пластического течения циркониевых сплавов начиная с подстадии с показателем параболичности $n < 0.5$ и сопровождается периодическим накоплением деформации в ряде очагов устойчивости макролокализации, один из которых затем становится шейкой. В [2] установлено, что возникновение колебательной неустойчивости на параболической стадии пластического течения при $0.5 > n > 0.2$ связано с началом локального неоднородного изменения геометрии образца, приводящего к образованию одной или нескольких шеек. Кинетика данного процесса имеет нелинейный характер и определяется колебательным изменением скорости деформации в очаге макролокализации в режиме „упрочнение–разупрочнение“. С целью выяснения физических причин немонотонного деформационного поведения ГПУ-сплавов циркония исследована эволюция дефектной структуры в очаге макролокализации деформации в процессе его трансформации в шейку. Данные о взаимосвязи процессов локализации пластической деформации на различных структурных уровнях необходимы для понимания роли факторов, определяющих эффективность метода деформационного воздействия, устойчивость пластического течения в процессе холодной деформации обработки, стабильность формирующейся структуры и механических свойств получаемых материалов.

Материалы и методы исследований

Для исследований выбран сплав Zr–1% Nb, структура которого представляла собой полностью рекри-

сталлизованные зерна α -Zr размером в среднем $5 \mu\text{m}$ с равномерно распределенными дисперсными включениями частиц β -Nb размером в среднем $0.05 \mu\text{m}$ и средней плотностью распределения $3 \cdot 10^{20} \text{m}^{-3}$. Образцы для исследований размером $46 \times 6 \times 2 \text{mm}$, вырезанные параллельно направлению прокатки, подвергали одноосному растяжению на испытательной машине „INSTRON 1185“ со скоростью деформации $4 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$. Методом просвечивающей электронной микроскопии исследовали эволюцию дислокационной структуры сплава в очаге макролокализации деформации в процессе его трансформации в шейку разрушения. Положение очага макролокализации при малых деформациях определяли методом спеклинтерферометрии [1], а после начала образования шейки — методом профилирования поверхности деформируемого образца [2]. В последнем случае образцы для приготовления тонких фольг вырезали из области минимального поперечного сечения растягиваемого образца при различных степенях деформации как поперек, так и вдоль оси растяжения. Определяли количественные параметры дислокационной структуры. Остаточные поля дальнедействующих напряжений оценивали по методу, предложенному в [3], при этом для расчета использовали соотношение количества дислокаций с различными векторами Бюргерса, определенное для рекристаллизованного сплава циркония в работе [4]: 60% $\langle a \rangle$ -дислокаций, 25% $\langle c + a \rangle$ -дислокаций, 15% $\langle c \rangle$ -дислокаций. Методом рентгеноструктурного анализа определяли величину упругих микроискажений кристаллической решетки, связанных с дефектностью структуры. Профиль рентгеновских линий аппроксимировали функцией Фойгта, анализ эволюции дефектной структуры проводили с помощью модифицированного метода Вильямсона–Холла [5].

Результаты и их обсуждение

Ранее было установлено, что центральная последовательность дислокационных превращений в сплавах

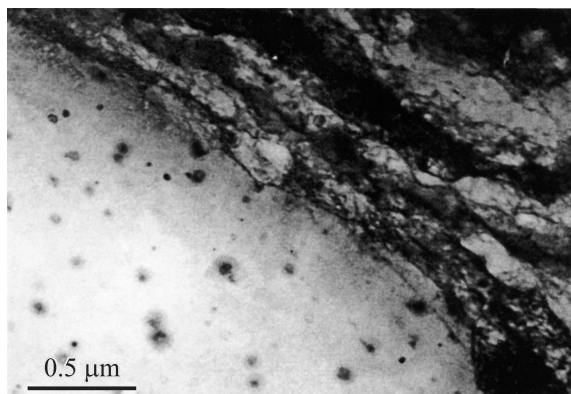


Рис. 1. Неоднородность пластической деформации сплава циркония ($e = 0.025$).

Zr–Nb определяется сменой дислокационных субструктур с непрерывными разориентировками (хаотическое распределение дислокаций, неразориентированные и разориентированные сетчатые) на субструктуры с дискретными разориентировками (полосовая, фрагментированная) [6]. При этом для начального этапа пластической деформации, совпадающего с началом параболической стадии ($e \approx 0.02$) [1], характерен высокий уровень локальных внутренних напряжений (300–400 МПа) основным источником которых является несовместность деформаций соседних зерен с различными упругими свойствами и факторами Тейлора [7,8]. Возникает значительная неоднородность эволюции дефектной структуры, связанная с деформационным наклепом благоприятно ориентированных к призматическому скольжению „мягких“ зерен, в которых происходят быстрый рост скалярной плотности дислокаций и массовое формирование малоугловых границ с разориентировками не более 3° , а затем фрагментированной структуры [6] (рис. 1).

Значительные градиенты напряжений и деформаций, возникающие в исследуемом материале с самого начала пластического течения, обуславливают раннее формирование очага макролокализации ($e \sim 0.03–0.05$) в ГПУ-сплавах циркония и определяет закономерности дислокационных превращений в нем в ходе трансформации в шейку разрушения.

Сравнительный анализ микроструктуры в областях очага макролокализации и окружающего материала проводили со степени общей деформации $e \sim 0.05$, когда различия в количественных параметрах их дислокационной структуры оказались статистически достоверными. Эта область деформаций соответствует переходу к параболическим подстадиям с $n < 0.5$, связанному с началом локального неоднородного изменения геометрии образца [2]. Локальное сужение поперечного сечения сопровождается формированием градиента упругих напряжений и увеличением локальной скорости деформации [2], что способствует активизации новых систем скольжения, обеспечивающих размножение дислокаций с различными векторами Бюргерса [7,8].

В результате дополнительного накопления дислокаций внутри полосовой и фрагментированной субструктур наблюдается формирование мелкой трехмерной сетки со средней плотностью дислокаций $\sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$ и узлами, закрепленными мелкодисперсными выделениями $\beta\text{-Nb}$, что приводит к увеличению непрерывных разориентировок и росту дальнедействующих полей напряжений. После достижения критического уровня напряжений (при $e \sim 0.05$) фрагментированная структура оказывается неустойчивой и разрушается путем распада малоугловых субграниц с последующей коалесценцией субзерен. Этот процесс начинается преимущественно около большеугловых границ, имеющих градиент плотности дислокаций по обе стороны, а также стыки с малоугловыми субграницами (рис. 2, а); возникают перестройка („возврат“) зернограницной структуры [9], микроизгиб участков границы, а затем и их отрыв от примыкающих малоугловых границ с дальнейшим распадом последних [10]. Одновременно наблюдаются разрушение мелкосетчатой субструктуры и перераспределение дислокаций путем их аннигиляции и ухода в границы области, окаймляющей группу коалесцирующих субзерен, которые хорошо видны в поперечном сечении образца на рис. 2, б, в ($e \sim 0.07$). Можно наблюдать остатки субграниц, закрепленные частицами, и „выступы“, образованные в результате миграции локальных участков преимущественно специальных границ, причем направление миграции определяет градиент наклепа. В целом, для микроструктуры материала в очаге макролокализации при общей деформации $e \sim 0.07–0.2$ характерно уменьшение средней плотности дислокаций и субграниц, при этом наблюдается соседство областей с плотностью дислокаций до 10^{15} m^{-2} и субзерен, практически полностью свободных от дислокаций.

С ростом деформации начинается процесс удлинения и укрупнения структурных элементов, что в дальнейшем приводит к формированию значительных объемов материала с ориентационной однородностью, содержащих двойников. В интервале деформации от $e \sim 0.2$ до разрушения материала наблюдается дальнейшая эволюция микроструктуры, в ходе которой свободные от дефектов элементы структуры, в том числе области внутри двойников, деформируются вновь, и реализуется повторный цикл дислокационных превращений. При этом формируются сетчатая и ячеисто-сетчатая субструктуры, затем полосовая и фрагментированная структуры (рис. 2). Следует отметить, что одним из механизмов образования фрагментов при существенном утоньшении и удлинении структурных элементов может быть геометрическая динамическая рекристаллизация, которая характерна для больших деформаций $\alpha\text{-Zr}$ [10]. Этот процесс развивается при наличии „выступов“ на границах (на рис. 2 указаны стрелкой), а измельчение структуры происходит при взаимодействии („pinching-off“) таких „выступов“ в случае, когда их величина соизмерима с поперечным размером субзерен (зерен) [10]. Важную роль при фрагментации структуры и формировании новых границ в ГПУ-сплавах циркония играет двойникование.

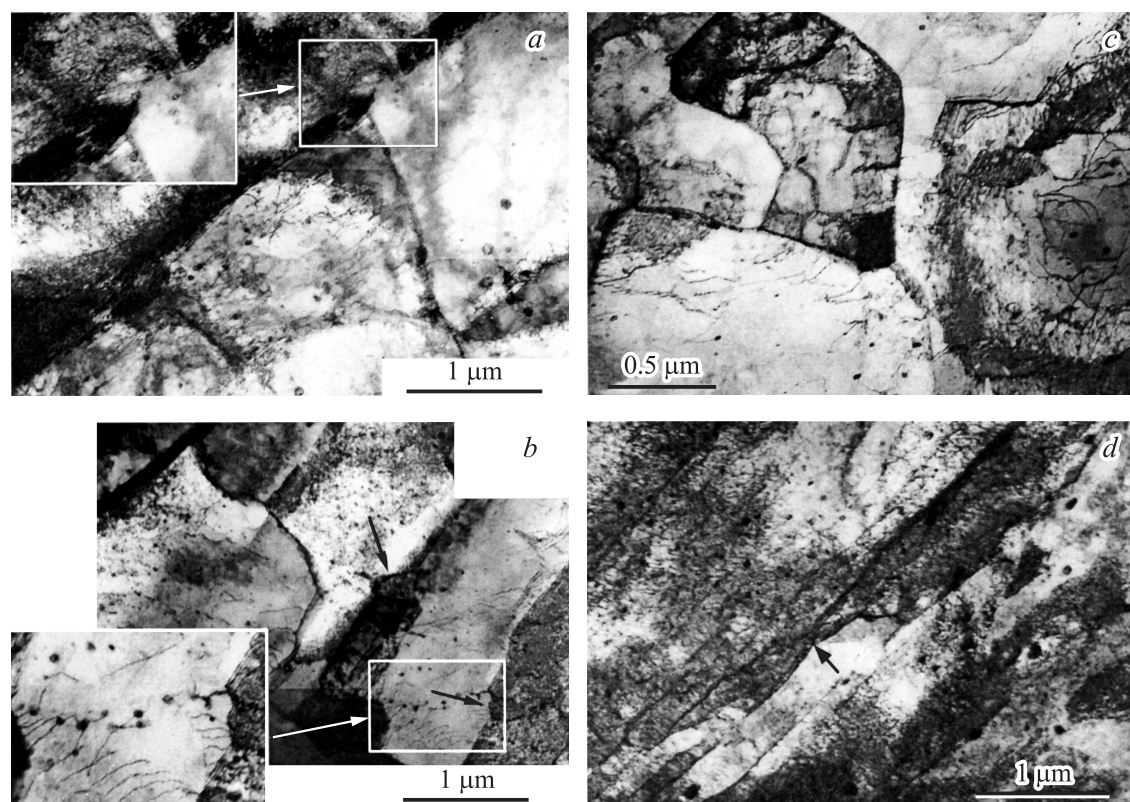


Рис. 2. Микроструктура сплава при различных степенях деформации: *a* — $e = 0.05$, поперечное сечение; *b, c* — 0.07 , поперечное сечение (стрелками указаны „выступы“ на границах); *d* — 0.25 , продольное сечение.

Определение количественных характеристик дефектной структуры позволило детально проследить за дислокационными превращениями, протекающими при деформации исследуемого сплава. На рис. 3 представлены зависимости средних значений объемов, занимаемых различными субструктурами P_v , скалярной плотности дислокаций ρ , амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки χ . Видно, что начало локального изменения геометрии образца (при переходе к $n < 0.5$), характеризуется резким ростом ρ , χ (рис. 3, *b*), что является результатом дополнительной генерации дислокаций при увеличении локальной скорости деформации.

После достижения критической средней плотности дислокаций ($\sim 4 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$) устанавливается циклический режим дислокационных превращений, который сопровождается колебательным изменением P_v , ρ , а также периодической релаксацией внутренних напряжений, значения которых связаны с величиной амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки χ (рис. 3, *a*). Так, уменьшение объемной доли сетчатой и ячеисто-сетчатой субструктур сопровождается ростом доли полосовой субструктуры и количества анизотропных фрагментов. Это связано с развитием процесса аннигиляции дислокаций и образованием малоугловых границ внутри разориентированных сетчатой и ячеисто-сетчатой субструктур. Кроме того, на рис. 3, *a* можно

видеть, что объемные доли полосовой субструктуры и анизотропных фрагментов изменяются в противофазе: полосы разбиваются на фрагменты путем формирования малоугловых границ, а затем происходит их распад, освобождение субзерен от дефектов и повторение цикла дислокационных перестроек.

Рис. 4 показывает, что цикличность процесса определяется взаимными превращениями внутри субструктур с непрерывными (сетчатая, разориентированная сетчатая) и дискретными разориентировками (полосовая, фрагментированная). Так, одновременный быстрый рост плотности дислокаций ρ и плотности субграниц M (рис. 4, *a*) в объеме полосовой и фрагментированной субструктур сопровождается увеличением локального градиента кривизны кристаллической решетки χ . В результате формируется критическая неравновесная дефектная структура с высоким уровнем запасенной внутренней энергии. Уменьшение энергии в дальнейшем происходит в результате рассыпания ряда несформированных субграниц (снижение M), развития процессов возврата с уменьшением общей плотности ρ дислокаций и градиента кривизны кристаллической решетки χ , что сопровождается групповой коалесценцией субзерен. Деформация освободившихся от дефектов элементов структуры продолжается путем следующего цикла эволюции дислокационных субструктур от сетчатой до

фрагментированной, что приводит к повторному росту средних значений ρ , M и χ (рис. 4, *a*).

Анализ полученных зависимостей позволил установить корреляции между значениями ρ , χ и плотности границ M во всем интервале деформаций (рис. 4, *b*), что согласуется с выводом о том, что периодическая релаксация внутренних напряжений происходит в результате разрушения малоугловых субграниц и перераспределения дислокаций.

Обнаруженные закономерности дислокационных превращений согласуются со статистически более достоверной информацией об эволюции дефектной структуры, полученной методом рентгеноструктурного анализа. Установлена хорошая корреляция между значениями параметров дислокационной структуры ρ , M и χ (рис. 4, *a*) и усредненной по объему величины упругих микроискажений кристаллической решетки (рис. 5).

Обнаружена взаимосвязь циклического характера дислокационных превращений в очаге макролокализации в процессе его трансформации в шейку с наблюдаемым колебательным характером изменения локальной скорости деформации в режиме „упрочнение-разупрочнение“ [2].

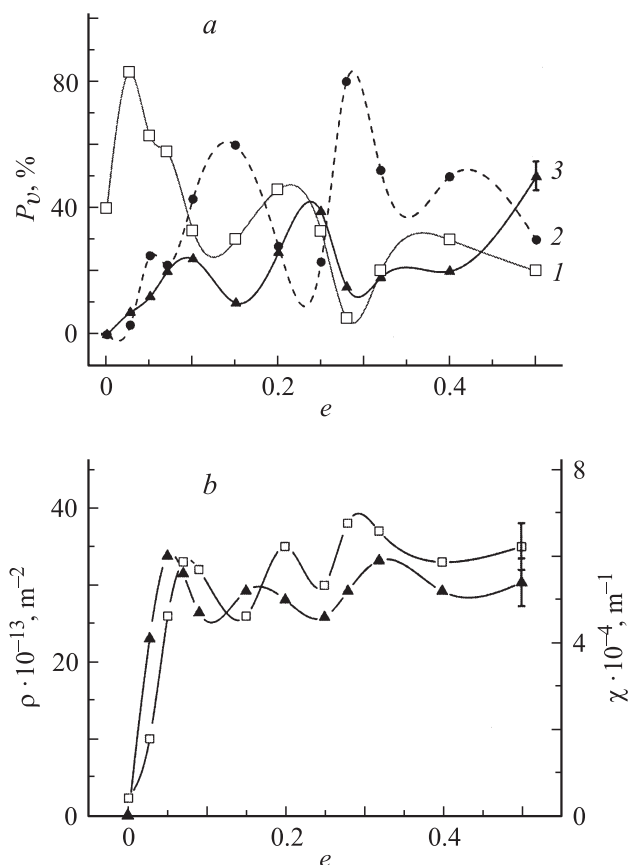


Рис. 3. Характер изменения количественных характеристик дислокационных субструктур с деформацией: Q — объемная доля P_v сетчатых (1), полосовых (2) и фрагментированных (3) структур, D — средние по материалу скалярная плотность дислокаций ρ (\square) и амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки χ (\blacktriangle).

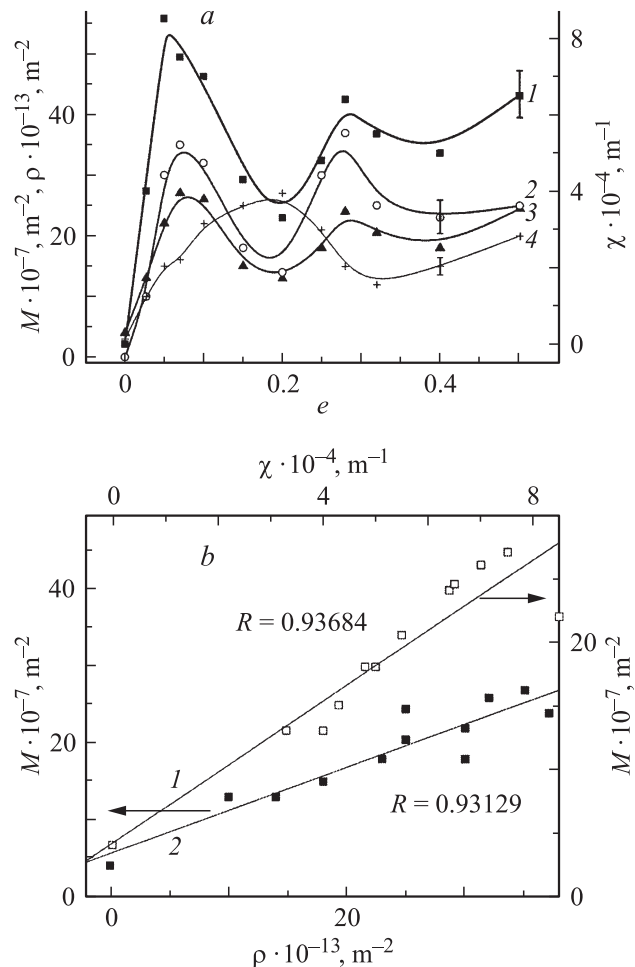


Рис. 4. Характер изменения характеристик дефектной структуры в дислокационных субструктурах с дискретными (1–3) и непрерывными разориентировками (4) с деформацией: Q — амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки χ (1), скалярная плотность дислокаций ρ (2, 4) и плотность границ M (3); *b* — корреляция между ρ и M в субструктурах с дискретными разориентировками (R — коэффициент корреляции).

На рис. 6 представлены совмещенные кривые зависимости средних значений скалярной плотности дислокаций ρ и плотности субграниц M в субструктурах с дискретными разориентировками, а также характера изменения скоростей локальных деформаций в очаге макролокализации от действующего напряжения. Видно, что начало локального изменения геометрии образца (при переходе к $n < 0.5$), сопровождающееся формированием градиента упругих напряжений и увеличением локальной скорости деформации, характеризуется резким ростом ρ и M в результате дополнительной генерации дислокаций и массового формирования малоугловых субграниц. При этом рост скорости локальной деформации в поперечном направлении v_y в очаге макролокализации сопровождается увеличением плотности дислокаций ρ , плотности субграниц M и, как следствие, упрочнением и торможением дальнейшей

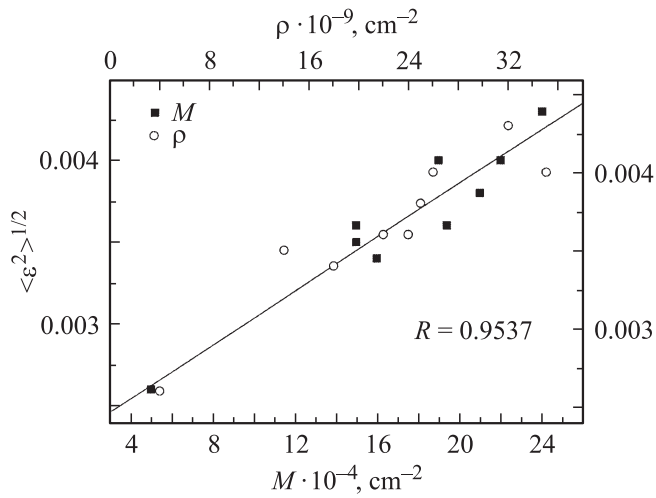


Рис. 5. Корреляция между значениями усредненной по объему величины упругих микрораскажений кристаллической решетки и средними значениями ρ и M в субструктурах с дискретными разориентировками.

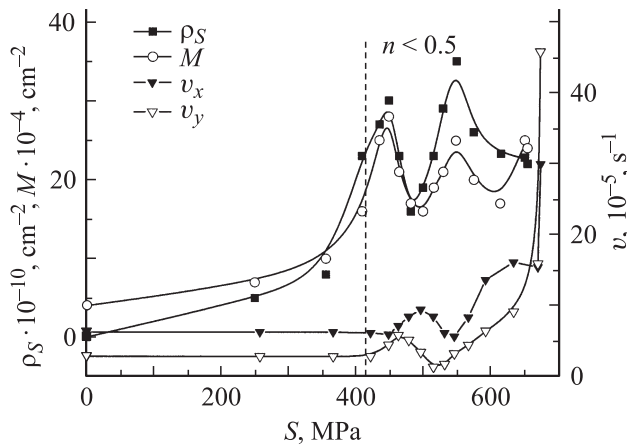


Рис. 6. Зависимости средних значений скалярной плотности дислокаций ρ_S и плотности субгранц M в субструктурах с дискретными разориентировками, а также характера изменения скорости локальных деформаций в очаге макролокализации от действующего напряжения.

поперечной деформации. Последующему росту скорости локальной продольной деформации v_x соответствует разупрочнение в результате распада субгранц, аннигиляции дислокаций, укрупнения и удлинения субзерен, благоприятно ориентированных к оси растяжения. Дальнейшее нагружение может приводить как к деформационному двойникованию, так и к повторному процессу формирования субструктур, что сопровождается упрочнением в продольном направлении и соответственно уменьшением v_x и ростом v_y .

Для стадии колебательной неустойчивости ($0.5 > n > 0.2$) наблюдаются хорошие корреляционные зависимости параметров дислокационной структуры и компонент локальной скорости деформации [11]. Устойчивое формирование шейки (при $n < 0.2$)

обеспечивает рост гидростатической компоненты напряжения, что сопровождается практически одновременным ростом локальных поперечной и продольной деформаций (рис. 6). При этом наблюдается следующий цикл дислокационных превращений, в ходе которого происходит образование фрагментированной структуры.

Полученные результаты соответствуют представлениям о цикличности процесса превращений в дефектной системе, возникающих в результате самоорганизации дислокаций [12,13], которые могут возникать в деформируемом материале при низких температурах как результат периодической релаксации высоких внутренних напряжений [14]. Подобные низкотемпературные процессы возможны как в значительных объемах металла при интенсивных пластических деформациях [15,16], так и локально в условиях высоких градиентов напряжений и деформаций, например при наноиндентировании [17], в районе шейки при растяжении [18], в устье трещины [15]. Основным механизмом укрупнения структуры при этом являются распад малоугловых субгранц и коалесценции разделяемых ими субзерен [16,19], причем рост элементов структуры имеет атермический характер и реализуется под действием напряжений.

Можно выделить основные факторы, определяющие обнаруженные закономерности структурных перестроек в ГПУ-сплаве циркония. Прежде всего, это обусловленная анизотропией упругих свойств высокая локальная неоднородность полей внутренних упругих напряжений, которая обеспечивает возникновение градиентов плотности дефектов и разориентаций кристаллической решетки с самого начала деформирования. Благоприятствующими факторами являются наличие дисперсных частиц второй фазы и ограниченность действующих систем скольжения, снижающие способность к релаксации высоких упругих напряжений за счет быстрого развития процессов возврата. Согласно [10], к таким факторам следует также отнести очень низкую скорость диффузионных процессов в цирконии при комнатной температуре ($RT/T_m = 0.14$), что даже при высокой плотности границ затрудняет быстрое перераспределение деформационных дефектов. Резкое увеличение локальной скорости деформации с началом образования очага макролокализации наряду с ростом компоненты всестороннего сжатия в формирующейся шейке являются дополнительной движущей силой, которая обеспечивает локальное формирование критической неравновесной дефектной структуры. Она характеризуется высоким уровнем внутренних напряжений, достаточным как для цепного распада формирующихся малоугловых гранц с образованием ансамблей дислокаций [20], для начала их локальной миграции и частичной аннигиляции [19], а также для развития процессов поперечного внебазисного скольжения. При этом механизм циклического характера дислокационных превращений взаимосвязан с наблюдаемым колебательным характером изменения скорости деформации в очаге макролокализации в режиме „упрочнение-разупрочнение“. Так, упрочнение обеспечивается накоплением дислокаций и формированием

субструктуры, а разупрочнение связано с разрушением субграниц и перераспределением дислокаций с уменьшением их плотности.

Заключение

Установлено, что неустойчивость макролокализации деформации в режиме „упрочнение-разупрочнение“, наблюдаемая на параболической стадии пластического течения ГПУ-сплава циркония, связана с цикличностью смены дислокационных субструктур в очаге макролокализации при его трансформации в шейку.

Циклический режим дислокационных превращений в очаге макролокализации определяется развитием критической неравновесной дефектной структуры и сопровождается колебательным изменением объемов, занимаемых различными дислокационными субструктурами, средней склярной плотности дислокаций, а также периодической релаксацией внутренних напряжений в результате рассыпания малоугловых субграниц и перераспределения дислокаций.

Корреляция превращений в дефектной системе на микро- и мезомасштабных уровнях с закономерностями деформации является, по-видимому, причиной наблюдаемого немонотонного деформационного поведения, реализация которого в ходе интенсивной деформационной обработки может быть одним из путей формирования субмикроскопического и нанокристаллического состояния материала [14].

Список литературы

- [1] Полетика Т.М., Нариманова Г.Н., Колосов С.В. // ЖТФ, 2006, Т. 76, Вып. 3. С. 44–49.
- [2] Полетика Т.М., Пшеничников А.П. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 3. С. 54–58.
- [3] Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I. // Mat. Sci. Eng. A. 2001. Vol. 319–321. P. 156–159.
- [4] Ungar T.T., Castelnau O., Ribarik G. et al. // Acta Mater. 2007. Vol. 55. P. 1117–1127.
- [5] Dragomir I.S., Ungar T.T. // J. Appl. Cryst. 2002. Vol. 35. P. 556–564.
- [6] Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Попова Н.А., Конева Н.А., Козлов Э.В. // Деформация и разрушение материалов. 2006. № 10. С. 12–15.
- [7] Xu F., Holt R.A., Daymond M.R. // Acta Mater. 2008. Vol. 56. P. 3672–3687.
- [8] Gloaguen D., Berchi T., Girard E., Guillen R. // Acta Mater. 2007. Vol. 55. P. 4369–4379.
- [9] Кайбышев О.А., Валиев Р.З. Границы зерен и свойства металлов. М.: Металлургия, 1987. 214 с.
- [10] Jiang L., Pe'rez-Prado M.T., Gruber P.A. et al. // Acta Mater. 2008. Vol. 56. P. 1228–1242.
- [11] Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Пшеничников А.П. // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. Вып. 7. С. 31–37.
- [12] Малыгин Г.А. // УФН. 1999. Т. 169. Вып. 9. С. 979–1010.
- [13] Малыгин Г.А. // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 4. С. 651–657.
- [14] Глезер А.М., Метлов Л.С. // ФТТ. 2010. Т. 52. Вып. 6. С. 1090–1097.

- [15] Быков В.М., Лихачев В.А., Никонов Ю.А. и др. // ФММ. 1978. Т. 45. № 1. С. 163–169.
- [16] Hughes D.A., Hansen N. // Acta Mater. 2000. Vol. 48. P. 2985–3004.
- [17] Jin M., Minor A.M., Stach E.A., Morris Jr. J.W. // Acta Mater. 2004. Vol. 52. P. 5381–5387.
- [18] Fan G.J., Fu L.F., Choo H. et al. // Acta Mater. 2006. Vol. 54. P. 4781–4792.
- [19] Гуткин М.Ю., Микаелян К.Н., Овидько И.А. // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 7. С. 1216–1229.
- [20] Бобылев С.В., Гуткин М.Ю., Овидько И.А. // ФТТ. 2004. Т. 46. Вып. 11. С. 1986–1990.