

# Влияние размера зерен на структуру и механизмы деформации поликристаллов микро- и мезоуровня

Козлов Э.В., Конева Н.А.<sup>†</sup>, Попова Н.А.

Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск

<sup>†</sup>koneva@tsuab.ru

## Effect of the grain size on the structure and deformation mechanisms of micro- and mesolevel polycrystals

E.V. Kozlov, N.A. Koneva, N.A. Popova

Tomsk State University of Architecture and Civil Engineering, Tomsk

Рассмотрено влияние размера замкнутых структурных образований на накопление при пластической деформации скалярной плотности дислокаций и ее компонент. Основное внимание уделено роли границ раздела различного типа. Определены размеры образований и выделены различные параметры структуры, определяющие микро- и мезоуровень при развитии механизмов пластической деформации. Рассмотрена роль статистически запасенных дислокаций (СЗД) и геометрически необходимых дислокаций (ГНД) в формировании дефектной структуры материала. Установлено, что чем меньше размер замкнутого структурного образования, тем больше компонента ГНД и меньше компонента СЗД. Работа базируется на результатах электронномикроскопических исследований структуры деформированных материалов.

**Ключевые слова:** размер зерна, деформация, микро- и мезоуровень, плотность дислокаций, статистически запасенные дислокации, геометрически необходимые дислокации, ПЭМ.

Effect of the size of closed structural formations on the accumulation of dislocation density and its components during plastic deformation is considered. The main attention is given to the role of internal boundaries of different types. The sizes of structural formations are determined and different parameters of structure defining micro- and mezolevels during the development of plastic deformation mechanisms are distinguished. The role of statistically stored dislocations (SSD) and geometrically necessary dislocations (GND) in the defect structure formation of a material is examined. It is shown that the smaller the size of closed structural elements the larger is the component of GNDs and smaller is the component of SSDs. The work is based on the results of TEM studies of the structure of deformed materials.

**Keywords:** grain size, deformation, micro- and mezolevel, dislocation density, statistically stored dislocations, geometrically necessary dislocations, TEM.

### 1. Введение

При измельчении зерен, субзерен, фрагментов, дислокационных ячеек и других структурных и субструктурных замкнутых образований изменяются плотность дислокаций и дисклинаций, кривизна-кручение кристаллической решетки и другие структурные характеристики металлических материалов. Описание этого набора состояний позволяет определить переход от мезоуровня к микроуровню, иными словами, от обычных поликристаллических материалов (мезоуровень) к ультрамелкозернистым материалам (микроуровень). Изучение этого размерного перехода весьма важно для понимания механизмов деформации и механических свойств поликристаллов с соответствующим размером зерен. Хотя этот переход описывается соотношением Холла-Петча [1, 2]:

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (1)$$

где  $\sigma$  – предел текучести (или напряжение течения),  $\sigma_0$  – сопротивление деформированию монокристалла,  $d$  – размер зерна,  $k$  – константа Холла-Петча, однако только одного соотношения (1) недостаточно для описания этого перехода. Необходимо более детально рассмотреть превращения в дислокационной и дисклинационной подсистемах в зависимости от размера зерна.

В связи с вышесказанным, важно детализировать характерные признаки мезо- и микроуровня поликристаллических материалов. Это – одна из целей настоящей работы. Основными параметрами дефектной структуры при таком подходе являются базисные характеристики дислокационной и дисклинационной субструктур. Параметрами дислокационной субструктуры являются плотности ГНД и СЗД [3-5]. В работе рассматривается влияние параметров дефектной структуры на накопление дислокаций при пластической деформации. Основ-

**Таблица 1.**

Размеры структурных и субструктурных образований, ограничивающих перемещение дислокаций в деформированной отпущенной мартенситной стали

№ п/п	Название структурного образования	Размер структурного образования
1	Зерно	30-40, мкм
2	Пакет мартенситных реек	4 x 6, мкм
3	Мартенситная пластина	0.9 x 2.4, мкм
4	Мартенситная рейка	200 x 400, нм
5	Дислокационный фрагмент	100 x 850, нм
6	Дислокационная ячейка	25 x 35, нм

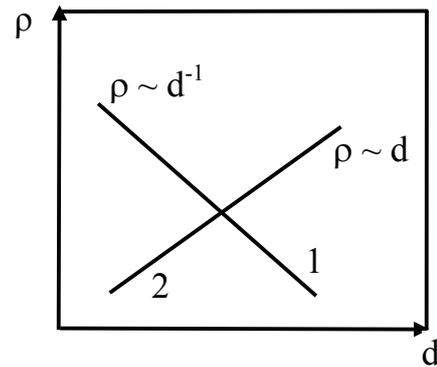
ным параметром дефектной структуры является расстояние между препятствиями, которые дислокации при скольжении не могут преодолеть. Этими препятствиями являются границы зерен (ГЗ), границы дислокационных фрагментов и другие границы, сформированные в металлических материалах.

## 2. Материалы и методика исследования

В настоящей работе объектом исследования была ультрамелкозернистая (УМЗ) медь, изготовленная методом интенсивной пластической деформации (ИПД) – равноканальным угловым прессованием (РКУП). Средний размер зерен в УМЗ меди был равен 210 нм. Дисперсия размеров зерен составляла 100 нм. Образцы ультрамелкозернистой меди деформировали сжатием при комнатной температуре на установке типа «Инстрон». Другим объектом исследования была отпущенная после закалки мартенситная сталь 38ХЗНМФА. Размеры субструктурных образований в стали после отпуска приведены в табл. 1. Как видно из этой таблицы, мартенситная рейка и дислокационный фрагмент (позиции 4 и 5 в табл. 1) по своим размерам соответствуют размерам зерен в ультрамелкозернистой меди, также исследуемой в настоящей работе. Сталь подвергалась деформации сжатием при комнатной температуре. Структура исследуемых объектов, деформированных до разных степеней деформации, изучалась методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ). Методы

Характеристики дефектной структуры поликристаллов на мезоуровне и на микроуровне

Мезоуровень (d > 250 нм)	Микроуровень (d < 250 нм)
Можно выделить основные и аккомодационные системы скольжения	Все системы скольжения одинаковые
Зерна дислокационные, есть субструктура	Зерна бездислокационные и дислокационные. Субструктура не формируется. Есть зернограничное проскальзывание
Дислокации в основном статистически запасенные $\rho_s > \rho_G$ или даже $\rho_s \gg \rho_G$	Дислокации в основном геометрически необходимые $\rho_G > \rho_s$ или даже $\rho_G \gg \rho_s$ Наноуровень, $\rho \rightarrow 0$ , все решают дисклинации.
Есть объем, где накапливаются дислокации	Дислокации не накапливаются, накапливаются частичные дисклинации на ГЗ и в их стыках
Торможение сдвига – дислокационное $\sigma \sim \rho^{1/2}$ и барьерное на границах дислокационных ячеек, микрополос и ГЗ	Торможение сдвига – барьерное на границах зерен $\sigma \sim d^{-1/2}$ или $\sigma \sim d^{-1}$



**Рис. 1.** Принципиальный вид зависимостей плотности дислокаций от размера зерен: 1 – для мезоуровня размеров, 2 – для микроуровня.

измерения параметров структуры изложены авторами в [6].

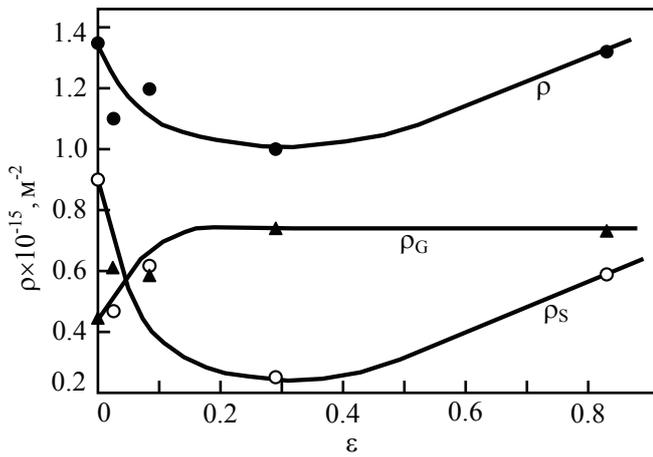
## 3. Результаты исследования и их обсуждение Микро- и мезоуровень размеров зерен

В общем случае дислокации подразделяются на различные компоненты. Прежде всего, это – статистически запасенные дислокации (СЗД) и геометрически необходимые дислокации (ГНД) [3-5]. При этом в деформированном поликристалле, кроме дислокаций, присутствуют дисклинации и имеет место кривизна-кручение кристаллической решетки [7-9]. Такая классификация дефектов поликристалла позволяет концентрировать внимание на важных закономерностях микро- и мезоуровня размеров зерен.

Характерным различием микро- и мезоуровней является зависимость плотности дислокаций  $\rho$  от размера зерна  $d$ : на мезоуровне чем больше  $d$ , тем меньше  $\rho$ , на микроуровне чем больше  $d$ , тем больше  $\rho$  (рис. 1) [9-12]. Другими словами, на мезоуровне скалярная плотность дислокаций  $\rho$  связана со средним размером зерен соотношением  $\rho \sim d^{-1}$ , а на микроуровне –  $\rho \sim d$ . Переход от мезоуровня к микроуровню размеров зерен означает переход через критический размер зерна  $d_{cr}$ . Если  $d > d_{cr}$ , то это мезоуровень, если  $d < d_{cr}$ , то это микроуровень.

В общем случае скалярная плотность дислокаций  $\rho$  может быть представлена как [6]:

**Таблица 2.**



**Рис. 2.** Накопление средней скалярной плотности дислокаций  $\rho$  и ее компонент  $\rho_s$  и  $\rho_G$  при пластической деформации УМЗ меди со средним размером зерен  $d = 210$  нм.

$$\rho = \rho_s + \rho_G, \quad (2)$$

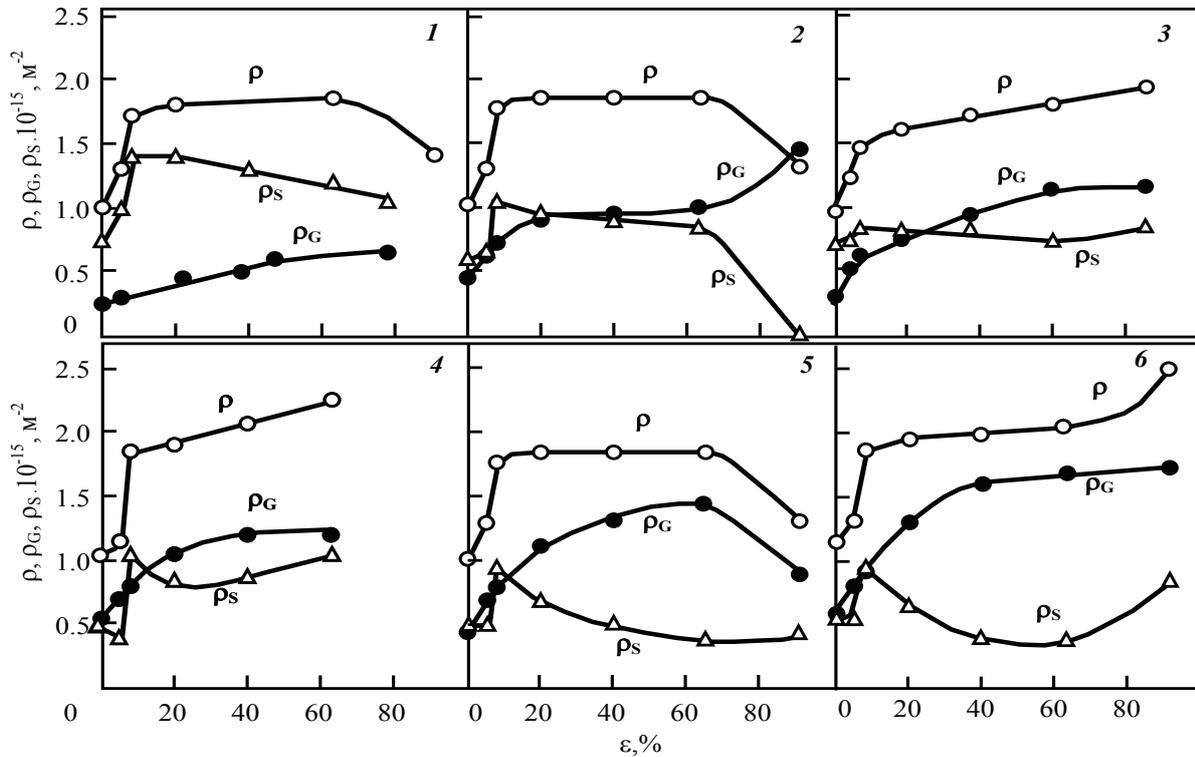
где  $\rho_s$  – плотность СЗД,  $\rho_G$  – плотность ГНД. На мезоуровне  $\rho_s > \rho_G$  [5]. Это означает, что главный вклад в упрочнение вносят СЗД. Чем меньше размер зерна  $d$ , тем больше  $\rho_G$ . Пока  $d > d_{cr}$ , то  $\rho_s > \rho_G$ . Такая ситуация отвечает мезоуровню. Когда  $d < d_{cr}$ , ситуация переходит на микроуровень. В этом случае  $\rho_s < \rho_G$ , и основной вклад в упрочнение дают ГНД. С измельчением зерен  $\rho_s$  становится много меньше  $\rho_G$ , плотность ГНД приближается к средней скалярной плотности дислокаций, то есть  $\rho \approx \rho_G$ . При этом  $\rho_G$  растет с уменьшением размера зерен, и ГНД собираются на границах зерен (ГЗ). При достижении размеров зерен наноуровня ГНД заменяются частичными дисклинациями, лежащими в тройных стыках зерен [13].

Наши основные измерения параметров дефектной структуры были выполнены на чистых металлах и твердых растворах. Было установлено, в частности, что критический размер зерна  $d_{cr} \approx 250$  нм. Это означает, что если  $d > 250$  нм, то имеет место мезоуровень. Напротив, если  $d < 250$  нм, то это микроуровень размеров зерен. Физическое различие между микроуровнем и мезоуровнем представлено в табл. 2. Из этой таблицы, в частности, следует, что на мезоуровне дислокации в основном статистически запасенные, а на микроуровне – в основном геометрически необходимые.

При переходе через критический размер зерна  $d_{cr} \approx 250$  нм в сторону меньших размеров зерен скалярная плотность дислокаций формируется преимущественно геометрически необходимыми дислокациями. Основным дефектом при дальнейшем измельчении зерен ( $d \leq 100$  нм) постепенно становятся частичные дисклинации в стыках микрзерен [14, 15].

**Зависимость плотности дислокаций от размера субструктурного образования, ограничивающего пробег дислокации**

Для УМЗ меди субструктурным образованием, ограничивающим пробег дислокаций, является, в основном, зерно поликристаллического агрегата. Очевидно, что в мартенситной стали тип дислокационной структуры и плотность дислокаций зависят от размеров зерен, мартенситных пакетов, мартенситных реек и дислокационных фрагментов. Полученные в работе экспериментальные данные показали, что чем меньше размер структурных составляющих, ограниченных границами различного типа, тем меньше дислокационная компонента  $\rho_s$  и больше дислокационная компонента  $\rho_G$ . Скалярная плотность дислокаций зависит от степени



**Рис. 3.** Зависимости средней скалярной плотности дислокаций и её компонент  $\rho_s$  и  $\rho_G$  от степени деформации для разных структурных составляющих стали: (1) зерно; (2) мартенситный пакет; (3) мартенситная пластина; (4) мартенситная рейка; (5) дислокационный фрагмент; (6) – дислокационная ячейка.

деформации, а также от размера зерен, мартенситных пакетов, дислокационных фрагментов и мартенситных реек. Соответствующие измерения были выполнены для УМЗ меди и для различных структурных составляющих отпущенной мартенситной стали. Картина накопления средней скалярной плотности дислокаций  $\langle \rho \rangle$  и ее компонентов  $\rho_s$  и  $\rho_G$  с ростом пластической деформации дана на рис. 2. Необходимо обратить внимание, что уже при небольших деформациях ( $\epsilon \approx 0.1$ ) компонента  $\rho_G$  начинает превосходить компоненту  $\rho_s$ . Такое поведение, очевидно, связано с малым средним размером зерна ( $d = 210$  нм) в образцах меди, изготовленных методом РКУП. Из рисунка видно, что в значительном интервале деформации  $\rho_G$  остается много больше  $\rho_s$ . Лишь при  $\epsilon > 0.7$   $\rho_s$  и  $\rho_G$  начинают интенсивно сближаться. Последнее связано с возникновением в ходе пластической деформации крупных зерен, средний размер которых достигает 500 нм [16]. Детальное изменение зеренной структуры и накопление скалярной плотности дислокаций во вновь возникших крупных зернах УМЗ меди описано нами в [15-17].

Размеры структурных составляющих стали даны в табл. 1. На рис.3 представлены зависимости плотности компонент дислокационной структуры этой стали от деформации. Здесь представлены средняя скалярная плотность дислокаций  $\rho$  и ее компоненты  $\rho_s$  и  $\rho_G$  как функции степени деформации. Необходимо подчеркнуть, что номера субструктурных образований в табл. 1 и на рис. 3 совпадают. Увеличение номера в пределах 1...6 означает уменьшение размера структурного образования, в пределах которого происходит накопление дислокаций ( $r$ ,  $r_s$  и  $r_G$ ). Из рис. 3 следует, что величина средней плотности дислокаций во всех структурных образованиях находится вблизи уровня  $2 \cdot 10^{-15}$  м<sup>-2</sup>. Принципиально важно, что компоненты  $r_s$  и  $r_G$  с уменьшением размера структурного образования изменяются противоположным образом, а именно, чем меньше размер структурного образования, тем меньше компонента  $r_s$  и больше компонента  $r_G$  (рис. 3). Такое поведение дислокационной структуры необходимо учитывать при деформации поликристаллов с разным размером зерен, при деформации мартенситной стали с разным размером структурных образований и при деформации других материалов с неоднородной зеренной структурой.

#### 4. Заключение

В работе исследованы важные особенности деформации поликристаллического агрегата с мезо- и микрокристаллической структурой.

На основе экспериментальных данных выделены основные структурные и деформационные характеристики поликристалла, которые разделяют микро- и мезоуровень. Критический размер зерна составляет 250 нм.

Экспериментально установлена различная скорость накопления ГНД и СЗД в зависимости от величины размеров зерен и параметров структурных образований, тормозящих дислокационное скольжение. Установлено, что чем меньше размер зерна, размер дислокационного

фрагмента и других субструктурных образований, тем больше компонента  $\rho_G$  и меньше компонента  $\rho_s$ .

#### Литература

- Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: III. Discussion of results. Proc. Phys. Soc., 1951, V. 64B, P. 747-753.
- Petch N.J. The cleavage strength of polycrystals. Iron Steel Inst., 1953, V. 174, P. 25-28.
- Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous material. Phil. Mag., 1970. V. 21, № 170 P. 399-424.
- Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous alloys. Strengthening methods in crystals. London: Science publishers LTD, 1971, P. 137-190.
- Конева Н.А., Попова Н.А., Тришкина Л.И., Козлов Э.В. Роль геометрически необходимых дислокаций при формировании деформационных субструктур. Изв. ВУЗов. Физика, 2009, № 1, С. 5-14.
- Козлов Э.В., Конева Н.А., Тришкина Л.И. Проблема классификации компонент дислокационной структуры. Фундаментальные проблемы современного материаловедения, 2009, Т. 6, № 1, С. 7-11.
- Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986, 224 с.
- Конева Н.А., Лычагин Д.В., Теплякова Л.А., Козлов Э.В. Дислокационно-дисклинационные субструктуры и упрочнение, в Теоретическое и экспериментальное исследование дисклинаций. Под ред. В.И. Владимировой. Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 1986, С. 116-126.
- Конева Н.А., Козлов Э.В. Физическая природа стадийности пластической деформации, в Структурные уровни пластической деформации и разрушения. Под ред. ак. В.Е. Панина. Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1990, С. 123-186.
- Конева Н.А., Жуковский С.П., Лапскер И.А. и др. Роль внутренних поверхностей раздела в формировании дислокационной структуры и механических свойств в однофазных поликристаллах, в Физика дефектов поверхностных слоев материалов. Под ред. А.Е. Романова. Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 1989, С. 113-131.
- Козлов Э.В., Конева Н.А., Жданов А.Н. и др. Структура и сопротивление деформированию ГЦК ультрамелкозернистых металлов и сплавов. Физическая мезомеханика, 2004, Т. 7, № 4, С. 93-113.
- Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Попова Н.А., Конева Н.А. Место дислокационной физики в многоуровневом подходе к пластической деформации. Физическая мезомеханика, 2011, Т. 14, № 3, С. 95-110.
- Конева Н.А., Попова Н.А., Козлов Э.В. Влияние размера зерен на скалярную плотность дислокаций и плотность стыковых дисклинаций в ультрамелкозернистых металлах. Перспективные материалы, 2011, № 12, С. 238-243.
- Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. Зёрненная структура, геометрически необходимые дислокации и частицы вторых фаз в поликристаллах микро- и мезоуровня. Физическая мезомеханика, 2009, Т. 12, № 4, С. 93-106.

15. Конева Н.А., Попова Н.А., Козлов Э.В. Размер зерен и фрагментов микроуровня как фактор, определяющий плотность дислокаций и дисклинаций. Изв. РАН. Серия физическая, 2011, Т. 75, № 5, С. 709-712.
16. Конева Н.А., Попова Н.А., Жданов А.Н., Игнатенко Л.Н., Козлов Э.В. Зависимость размера зерен, плотности дислокаций и внутренних напряжений от степени пластической деформации УМЗ меди. Фундаментальные проблемы современного материаловедения, 2004, № 2, С. 17-20.
17. Валиев Р.З., Иванов Ю.Ф., Игнатенко Л.Н., Конева Н.А., Попова Н.А., Пауль А.В., Козлов Э.В. Эволюция дефектной структуры микроструктурной меди, подвергнутой деформированию сжатием, в функционально-механические свойства материалов и их компьютерное конструирование. Под ред. В.А. Лихачева. Псков: Изд-во ADVELA, 1993, С. 215-220.