

УДК 539.23, 539.216.1, 548.4

Эволюция микроструктуры никеля при деформации кручением под давлением

И.А. Дитенберг^{1,2,3}, А.Н. Тюменцев^{1,2,3}, А.В. Корзников⁴, Е.А. Корзникова⁴

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, 634021, Россия

² Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, 634050, Россия

³ Сибирский физико-технический институт, Томск, 634050, Россия

⁴ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, 450001, Россия

Методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа проведено изучение особенностей эволюции зеренной и дефектной структуры никеля в процессе деформации кручением под давлением. Выявлены характерные для различных этапов пластической деформации механизмы переориентации кристаллической решетки. Обсуждаются условия и особенности кооперативного характера реализации различных механизмов структурообразования в процессе интенсивного деформационного воздействия.

Ключевые слова: электронная микроскопия, большие пластические деформации, кручение под давлением, эволюция микроструктуры, кривизна кристаллической решетки

Microstructural evolution of nickel under high-pressure torsion

I.A. Ditenberg^{1,2,3}, A.N. Tyumentsev^{1,2,3}, A.V. Korznikov⁴, and E.A. Korznikova⁴

¹ Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, 634021, Russia

² National Research Tomsk State University, Tomsk, 634050, Russia

³ Siberian Physicotechnical Institute, Tomsk, 634050, Russia

⁴ Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Ufa, 450001, Russia

The evolution peculiarities of grain and defect structures in nickel under high-pressure torsion were studied by transmission electron microscopy and X-ray diffraction analysis. Lattice reorientation mechanisms characteristic of different stages of plastic deformation were disclosed. The conditions and features of cooperative realization of various structure formation mechanisms under severe deformation were discussed.

Keywords: electron microscopy, high plastic strain, high-pressure torsion, microstructural evolution, lattice curvature

1. Введение

Несмотря на большой объем экспериментальных данных об особенностях субмикроструктурных и нанокристаллических состояний в металлических материалах после деформации кручением под давлением [1–4], ощущается нехватка работ с количественной аттестацией микроструктуры на различных этапах пластической деформации. Во многом неясными остаются вопросы о механизмах переориентации кристаллической решетки, обеспечивающих формирование и эволюцию таких состояний. Сложный кооперативный характер различных механизмов в условиях интенсивного деформационного воздействия затрудняет, а в некоторых случаях исключает возможность выявления какого-либо определенного механизма и его вклада в процессы структурной трансформации.

Важная информация о параметрах микроструктуры субмикро- и нанокристаллов, формирующихся в условиях интенсивного деформационного воздействия при кручении на наковальнях Бриджмена, может быть получена методами темнопольного электронно-микроскопического анализа разориентировок [5]. С применением этих методов, модифицированных [6–8] для структурных состояний с высокими непрерывными разориен-

тировками, в широком классе металлических материалов (Ni [9–11], Cu [6, 7], Ni₃Al [7, 12, 13], V–Ti–Cr [9, 11, 14–16], Mo–Re [16, 17], аустенитные стали [18]), помимо определения характерных размеров субмикронных нанокристаллов, удастся выявить и количественно аттестовать такие важные особенности наноструктурных состояний, как кривизна кристаллической решетки или континуальная плотность дефектов (дислокаций и дисклинаций), неравновесные границы зерен с высокой континуальной плотностью дисклинаций, локальные внутренние напряжения и градиенты этих напряжений. Такой подход позволяет описать эволюцию микроструктуры материалов на различных этапах деформационного воздействия с выявлением механизмов структурообразования.

В настоящей работе с использованием указанных выше методов в сочетании с изучением различных сечений деформированных образцов проведено исследование особенностей эволюции микроструктуры и механизмов пластической деформации и фрагментации кристаллической решетки в никеле высокой чистоты в процессе кручения под давлением при комнатной температуре.

2. Материал и методика исследования

Исходные образцы никеля высокой (99.998 %) чистоты в форме дисков диаметром 8 мм и толщиной $h = 0.8$ мм (после деформации $h_k \approx 0.6$ мм) находились в структурном состоянии со средним размером зерен ≈ 6 мкм. Образцы деформировали кручением под давлением $P \approx 4$ ГПа при комнатной температуре до различных степеней деформации, определяемых числом оборотов диска $N = 0.1, 0.5, 1, 2$ и 5 . Оценки сдвиговой $\gamma \approx 2\pi NR/h$ и истинной логарифмической $e \approx \ln \gamma$ деформации в зависимости от расстояния от центра деформируемого диска $R = 1.5$ и 3.5 мм и N представлены в табл. 1.

Таблица 1

Величины сдвиговой и истинной логарифмической деформации в зависимости от R и N

$R, \text{ мм}$	e, γ	$N = 0.1$	$N = 0.5$	$N = 1$	$N = 2$	$N = 5$
1.5	γ	1.57	7.85	15.7	31.4	78.5
	e	0.45	2.06	2.75	3.45	4.36
3.5	γ	3.66	18.32	36.63	72.27	183.17
	e	1.29	2.90	3.6	4.29	5.21

Рентгеноструктурный анализ проведен с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 7000 и излучения CuK_α с шагом в 0.01° . Средний размер областей когерентного рассеяния и величину микроискажений $\Delta d/d$ решетки определяли путем полнопрофильного анализа с использованием программы POWDER CELL 2.4.

Электронно-микроскопическое исследование тонких фольг, препарированных из сечений, параллельных и перпендикулярных плоскости наковален, проведено на электронном микроскопе Philips CM-30 при ускоряющем напряжении 300 кВ. Фольги в сечении, параллельном плоскости наковален, готовили электрополировкой в растворе 90 % $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH} + 10$ % HClO_4 на приборе Struers Tenipol при напряжении 35–40 В. Для получения тонких фольг в сечениях, нормальных плоскости наковальни, на образцы размерами $5 \times 2 \times 0.15$ мм электролитическим способом осаждали слой меди толщиной ≈ 3 мкм. Плоские образцы в указанных выше сечениях отрезали на электроискровом станке и механически шлифовали до толщины ≈ 100 мкм. Дальнейшее утонение проводили двусторонним распылением ионами аргона при ускоряющем напряжении 5 кВ.

Микротвердость H_μ определяли по отпечаткам алмазной пирамидки Виккерса на приборе Neophot 21 при нагрузке 0.102 кг и выдержке 15 с в сечении, перпендикулярном плоскости наковален, на разных расстояниях от оси кручения.

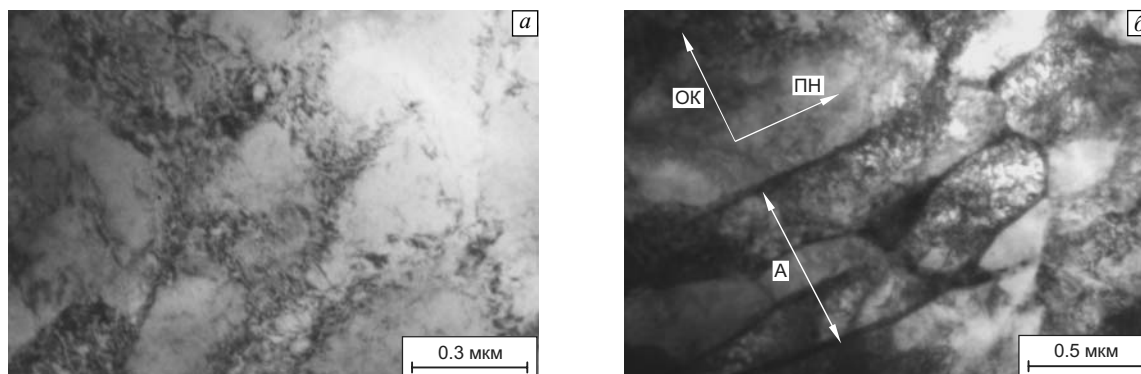


Рис. 1. Светлопольные электронно-микроскопические изображения микроструктуры никеля после деформации $e \approx 1.29$. Сечение, перпендикулярное плоскости наковален (ПН). Ячеистая структура (а) и область фрагментации (б). ОК — ось кручения

3. Особенности микроструктуры и механизмы формирования субмикrokристаллического состояния при значениях истинной логарифмической деформации $e < 3$

Исследование микроструктуры в интервале деформаций $e \approx 0.4$ – 5.5 показало, что по действующим механизмам деформации и формирования субмикrokристаллического и нанокристаллического состояний удобно рассматривать два основных этапа эволюции микроструктуры: ниже и выше $e \approx 3$.

На первом этапе в интервале $e \approx 0.45$ – 1.29 выявлена сильная неоднородность микроструктуры. В сечении, перпендикулярном плоскости наковален, наблюдаются области с ячеистой (без разориентировок) дислокационной структурой (рис. 1, *a*), которые перемежаются полосами фрагментации (обозначена стрелкой *A* на рис. 1, *b*), распространяющимися почти параллельно плоскости наковален. Ширина полос составляет от нескольких десятых долей микрометра до нескольких микрометров. Фрагменты разориентации внутри них вытянуты в направлении, параллельном плоскости наковален. Их размеры в направлении оси кручения составляют 0.2 – 0.5 мкм; в нормальном этой оси направлении — несколько микрометров. По мере продвижения от центральной к периферийной части образца, когда значения истинной логарифмической деформации изменяются от 0.45 до 1.29 (табл. 1), плотность этих полос возрастает.

После деформации в интервале $e \approx 2$ – 2.9 практически весь объем материала, независимо от различий в степенях деформации центральной и периферийной частей образца-диска (табл. 1), представлен анизотропной субмикrokристаллической структурой (рис. 2, *a*), напоминающей структуру полос, представленных на рис. 1, *b*, но со значительно более мелкими субмикрозернами. Их характерные размеры, определяемые большеугловыми границами, в направлении оси кручения, как правило, не превышают 0.15 – 0.2 мкм. В направлении, параллельном плоскости наковален, эти размеры

лежат в интервале от 0.3 до 1 мкм. Границы субмикрозерен имеют сильно искаженную форму, что свидетельствует об их неравновесном состоянии. В то же время встречаются отдельные зерна с четкими, почти прямыми границами разориентации. На соответствующих картинах микродифракции (рис. 2, *b*) появляются квазикольцевые конфигурации дифракционных максимумов.

Внутри субмикrokристаллических зерен обнаружены структурные состояния, характеризующиеся высокими (до 10° – 20° мкм $^{-1}$) значениями кривизны кристаллической решетки, высокой плотностью границ с переменными векторами разориентации, содержащие высокую плотность частичных дисклинаций. Некоторые из субмикрозерен фрагментированы на более мелкие кристаллиты размерами менее 0.1 мкм с малоугловыми границами, в том числе оборванными границами типа частичных дисклинаций.

Указанная выше последовательность структурных превращений аналогична таковой при формировании субмикrokристаллических структур в широком классе металлических материалов. Особенности формирующихся при этом структурных состояний и механизмы фрагментации кристаллической решетки подробно изложены в [12–18]. Поэтому здесь мы лишь кратко сформулируем наиболее важные из этих особенностей и механизмов.

Первый этап фрагментации — формирование полос локализации деформации с внутренней разориентированной структурой. Их формирование на фоне ячеистой дислокационной структуры без разориентировок свидетельствует о том, что при деформации никеля на наковальнях Бриджмена механизм накопления дислокаций в границах ячеистой структуры [1, 2] не является сколько-нибудь заслуживающим внимания механизмом переориентации кристаллической решетки с самого начала ее фрагментации.

Указанные выше полосы, распространяясь в направлениях максимальных сдвиговых напряжений, в данном случае параллельных плоскости наковален, приводят к

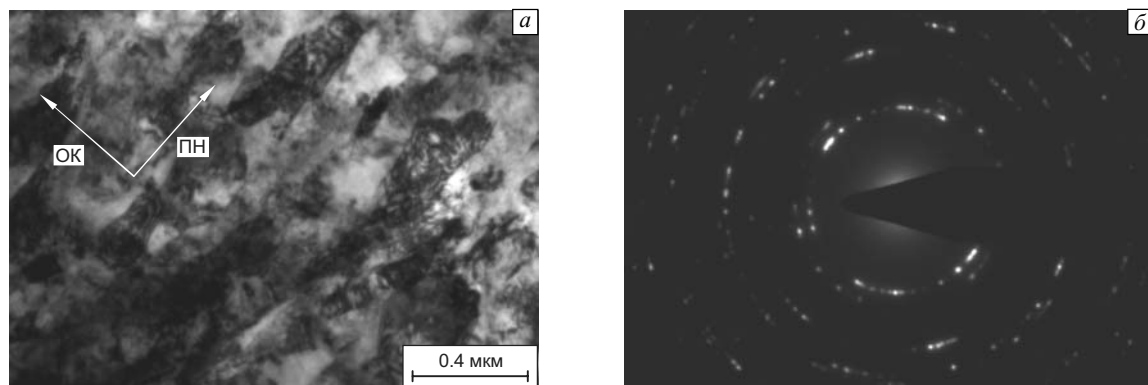


Рис. 2. Светлопольное изображение микроструктуры (*a*) и картина микродифракции (*b*) никеля после деформации до $e \approx 2.9$. Сечение, перпендикулярное плоскости наковален

Таблица 2
Характерные размеры областей когерентного рассеяния и $\Delta d/d$ чистого никеля в зависимости от N

N	0.1	0.25	0.5	1	2	5
Область когерентного рассеяния, нм	160	125	110	250–300		
$\Delta d/d \cdot 10^3$	1.25	1.45	1.50	0.6		

формированию анизотропного структурного состояния — более интенсивному измельчению зеренной структуры в направлении, параллельном оси кручения.

Наличие внутри субмикрочастиц структурных состояний с высокими непрерывными разориентировками и дискретными границами разориентации типа частичных дисклинаций свидетельствует о том, что одним из важных механизмов формирования нанокристаллической структуры внутри субмикрочастиц является дислокационно-дисклинационный механизм переориентации кристаллической решетки, включающий, в соответствии с [6–8, 10, 12, 13, 15], два этапа: формирование субструктуры с высокой кривизной кристаллической решетки и ее коллективную релаксацию с образованием дискретных границ разориентации.

В настоящее время этот механизм рассматривается как один из наиболее универсальных механизмов при формировании субмикрочастиц и наноструктурных состояний в широком классе металлов и сплавов [6–8, 10, 12, 13, 15].

Результатом реализации указанных выше механизмов является формирование высокодефектного субмикрочастиц кристаллического состояния с кривизной кристаллической решетки в десятки градусов/мкм, границами с переменными векторами разориентации, с высокими значениями локальных внутренних напряжений и с запасенной энергии деформации.

Данные рентгеноструктурного анализа (табл. 2) свидетельствуют о том, что первый этап (N от 0.1 до 0.5) эволюции микроstructures сопровождается уменьше-

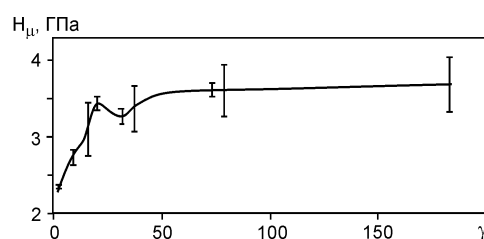


Рис. 3. Зависимость значений микротвердости H_μ никеля от величины сдвиговой деформации γ при кручении под давлением

нием размеров областей когерентного рассеяния и ростом $\Delta d/d$. Микротвердость при завершении этого этапа достигает своих максимальных значений (рис. 3).

4. Закономерности и механизмы пластической деформации на втором этапе эволюции микроstructures

Момент перехода ко второму этапу эволюции микроstructures проявляется по нескольким признакам: практически прекращается рост прочности (рис. 3); наблюдается более чем двукратное увеличение размеров областей когерентного рассеяния и аналогичное уменьшение $\Delta d/d$ (табл. 2). При последующей деформации размеры областей когерентного рассеяния и значения $\Delta d/d$ (табл. 2) не изменяются, а микротвердость остается практически постоянной (рис. 3). Все эти признаки свидетельствуют о развитии интенсивных процессов релаксации сформировавшейся высокодефектной субмикрочастиц кристаллической структуры.

В процессе электронно-микроскопического исследования установлено, что важным механизмом такой релаксации является динамическая рекристаллизация, приводящая к формированию равноосных субмикрочастиц размерами от 0.05 до 1 мкм, которые появляются в начале второго этапа при $e \approx 3$. Микроstructure на этом этапе характеризуется высокой степенью неоднородности (рис. 4, а) и практически не меняется

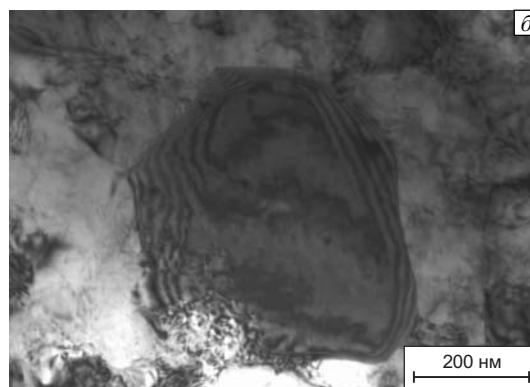
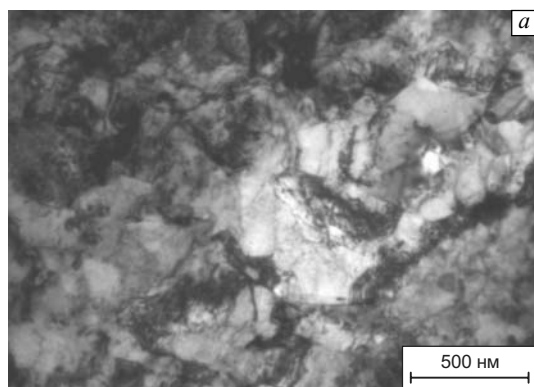


Рис. 4. Светлопольные изображения микроstructures никеля высокой чистоты после деформации кручением под давлением до $e \approx 5.21$. Сечение, перпендикулярное плоскости наковален

с увеличением степени деформации ϵ от ≈ 3 до ≈ 5 . При этом обнаружено несколько типов субструктуры.

4.1. Бездефектные нано-, субмикро- и микрозерна динамической рекристаллизации

Пример одного из таких зерен размерами ≈ 0.5 мкм представлен на рис. 4, б. Как видно из этого рисунка, для него характерны не только отсутствие дислокаций в объеме зерна, но и равновесная (бездефектная) структура границ разориентации, о чем свидетельствует почти идеальный полосчатый электронно-микроскопический контраст на этих границах.

Зерна динамической рекристаллизации (микро-рекристаллизации) имеют широкий спектр размеров: от нанозерен диаметром ≈ 50 нм до микрокристаллитов размерами ≈ 1 мкм. Их образование приводит к активизации дополнительных механизмов пластической деформации и переориентации кристаллической решетки: механического двойникового [10] и квазивязкого механизма пластического течения путем образования и продвижения нанодиполей частичных дисклинаций [9, 19].

4.2. Нанодвойники деформации в зернах динамической рекристаллизации

Наноразмерные (шириной 10–20 нм) двойники индивидуально или в виде пачек распространяются в субмикрокристаллах размерами от нескольких десятков нанометров до 1 микрометра. Пример темнопольных изображений заполненного нанодвойниками зерна динамической рекристаллизации, полученных в матричном и двойниковом рефlekсах, представлен на рис. 5. Анализ дефектной субструктуры внутри и в окрестности таких двойников проведен авторами в работе [10]. Установлено, что двойники, как правило, наблюдаются на фоне достаточно высоких локальных внутренних напряжений в структурных состояниях с кривизной кристаллической решетки до $\chi_{ij} \approx 30^\circ \text{ мкм}^{-1}$.

Эти результаты не согласуются со сложившимися к настоящему времени представлениями [20], потому что, во-первых, вероятность механического двойникового снижается при уменьшении размеров зерен; во-вторых, в ГЦК-металлах с высокой энергией дефекта упаковки (Cu, Al) этот механизм деформации возможен лишь при высоких скоростях и (или) низких температурах деформации.

Тем не менее, к настоящему времени нанодвойники деформации обнаружены в субмикрокристаллических структурах во многих экспериментальных работах [21–27]. При этом выявлены новые особенности механического двойникового при формировании наноструктурных состояний в ГЦК-материалах. В частности, представленные в [23–25] данные электронно-микроскопических исследований и результаты компьютерного (методами молекулярной динамики) моделирования процессов пластической деформации в нанокристаллических металлах с ГЦК-решеткой [28, 29] свидетельствуют о возможности реализации в этих материалах нескольких механизмов двойникового: 1) путем перекрытия растянутых дефектов упаковки, образованных частичными дислокациями Шокли, испускаемыми границами зерен — гетерогенное зарождение двойниковых ламелей на границах зерен [24, 28, 29]; 2) аналогичный механизм при гомогенном (внутри зерен) зарождении растянутых дефектов упаковки [24]; 3) путем расщепления сегмента границы зерна и последующей миграции новой границы, оставляющей за собой пару когерентных двойниковых границ [23, 29]. В работе [30] для объяснения формирования наноразмерных двойников в аустенитной стали предложен механизм прямых плюс обратных структурных превращений мартенситного типа, позволяющий, во-первых, создать атомные модели указанных выше неполюсных механизмов двойникового; во-вторых, объяснить физическую природу механического двойникового, заключающуюся в

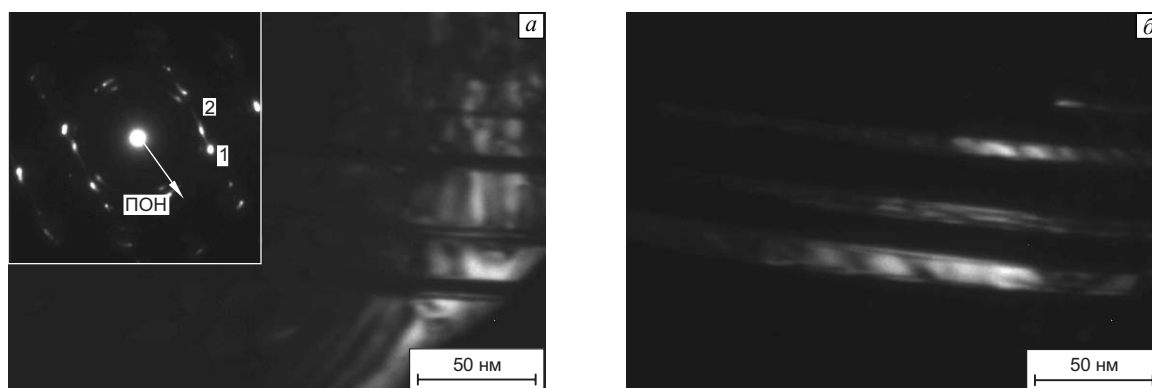


Рис. 5. Пример темнопольного анализа дефектной структуры внутри субмикрокристалла, содержащего несколько нанодвойников деформации [10]. Изображение в матричном рефлексе 1 (а), изображение в двойниковом рефлексе 2 (б). Угол наклона образца в гониометре $\varphi = 0^\circ$, ПОН — проекция оси наклона

фазовой неустойчивости кристалла в полях высоких локальных напряжений.

4.3. Нанодиполи частичных дисклинаций

Эти дефекты представляют собой пары оборванных границ разориентации противоположных знаков, продвижение которых осуществляет сдвиг с переориентацией кристаллической решетки и оставляет за собой нанополосы длиной до десятков нанометров и шириной несколько нанометров, разориентированные на небольшие ($\approx 0.5^\circ$ – 1°) углы (рис. 6). В работах [9, 19] проведено детальное исследование этих структурных состояний, в процессе которого было установлено, что значения кривизны кристаллической решетки в них достигают более $300^\circ \text{ мкм}^{-1}$ при крайне малых ($\approx 3 \text{ нм}$) пространственных масштабах их обнаружения. Заметим, что это на порядок выше наблюдаемой в субмикрорешетках кривизны размерами десятые доли микрометра (рис. 2).

В рамках дислокационной модели упругопластической кривизны кристаллической решетки, в соответствии с формулой $\rho_{\pm} = \rho_- - \rho_+ = \chi_{ij} / |\mathbf{b}|$, при указанных выше значениях $\chi_{ij} \approx 200^\circ$ – $300^\circ \text{ мкм}^{-1}$ необходимая для ее формирования плотность геометрически необходимых дислокаций $\rho_{\pm} \approx (1\text{--}1.5) \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$. Расстояния между дислокациями составляют при этом $\approx 10 \text{ нм}$, т.е. в 2–3 раза больше ширины обнаруженных нанополос. Эта оценка, а также отсутствие в зонах нанополос и в самом зерне каких-либо признаков дислокационного контраста

та свидетельствуют о непригодности дислокационной модели непрерывных разориентировок [19], а следовательно, о том, что обнаруженная в окрестности нанодиполей частичных дисклинаций необычно высокая (сотни градус/мкм) кривизна кристаллической решетки является упругой.

Проведенный в [19, 31] анализ показал, что основным фактором, определяющим возможность формирования столь высоких значений упругой кривизны кристаллической решетки, является чисто масштабный фактор, а именно невысокий (существенно ниже предела текучести материала в наноструктурном состоянии) уровень внутренних напряжений, генерируемых при указанных выше величинах χ_{ij} в нанобъектах размерами несколько нанометров. При этом тот же масштабный фактор определяет высокие значения локализованных в этих нанобъектах градиентов напряжений. Исходя из этого, в [9] предложен механизм образования и продвижения нанодиполей частичных дисклинаций с формированием представленной на рис. 6 нанополосовой структуры путем квазивязкого течения материала потоками неравновесных (генерируемых при пластической деформации) точечных дефектов в полях высоких градиентов давления $P = (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})/3$ в зоне нанодиполя. Этот механизм обеспечивает дополнительные возможности наноструктурирования металлических материалов с образованием структурных состояний с размерами нанокристаллов в несколько нанометров, как, например, нанополосы на рис. 6. Кроме того, в соот-

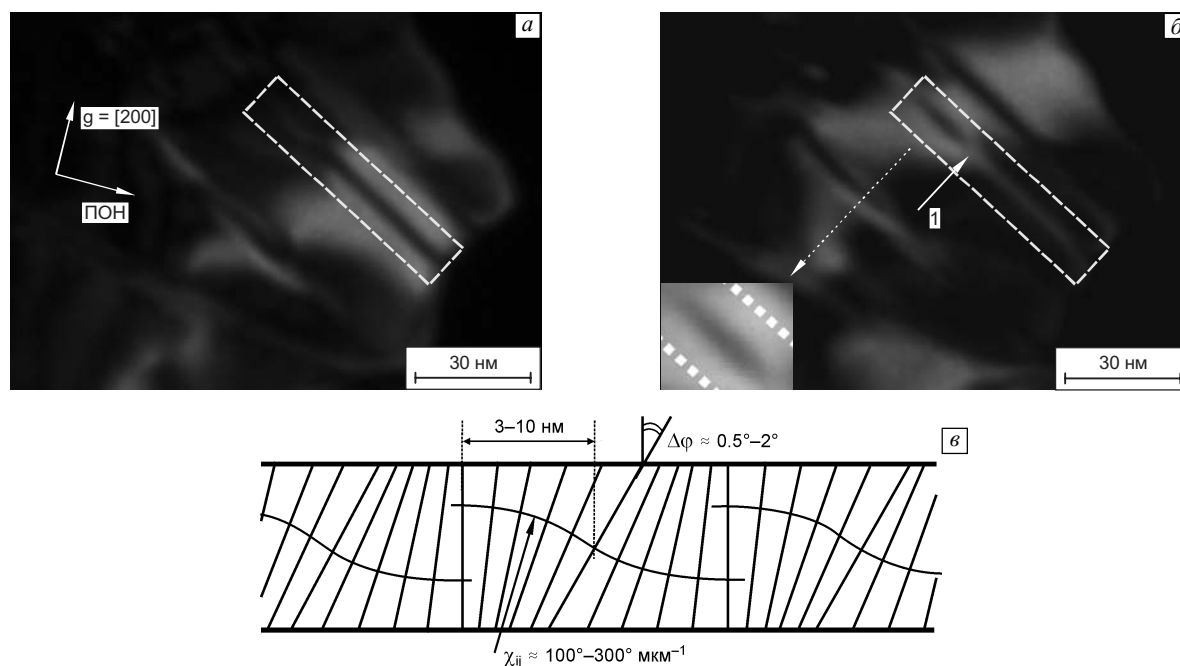


Рис. 6. Нанополосы переориентации в субмикрорешетке никеля после интенсивной пластической деформации кручением под давлением, $e \approx 5$ [9, 11]: а, б — изображения в темном поле при углах наклона гониометра $\varphi = 1^\circ$ (а), 1.5° (б); в — схема дефектной субструктуры с дипольным характером разориентировок

ветствии с [14], он является, по-видимому, одним из основных механизмов формирования следующего типа субструктуры.

4.4. Двухуровневые структурные состояния

Двухуровневые структурные состояния — субмикрорекристаллы размерами десятки доли микрометра с внутренней нанокристаллической структурой дипольного и мультипольного типа. Это структурное состояние формируется в процессе многократного зарождения и распространения нанодиполей частичных дисклинаций. Представленные на рис. 6 нанополосы постепенно заполняют весь объем субмикрорекристалла, что сопровождается увеличением разориентации нанополос и приводит к формированию дискретных (преимущественно малоугловых) границ разориентации между нанообъектами размерами от нескольких нанометров до нескольких десятков нанометров.

Пример электронно-микроскопического анализа разориентировок в субструктуре такого типа приведен на рис. 7. Из представленных темнопольных изображений видно, что структурное состояние характеризуется сильной неоднородностью даже в масштабах одного зерна. Изменение ориентации кристалла в пределе зерна составляет $\approx 4^\circ$. С применением модифицированной методики темнопольного анализа, которая учитывает на-

личие разориентировок дискретного и непрерывного типа [19, 31], установлено, что в приграничных фрагментах 1 и 2 размерами 20–30 нм структурное состояние характеризуется значениями кривизны кристаллической решетки $\chi_{ij} \leq 15^\circ \text{ мкм}^{-1}$. Во внутренней части зерна (участок 3) в процессе наклона образца в гониометре выявлено наличие характерных полосовых (стрелки на рис. 7, б–г) и петлевых (стрелка на рис. 7, д) конфигураций контуров экстинкции, которые свидетельствуют о формировании разориентированной структуры с дипольным или мультипольным характером переориентации кристаллической решетки. Размеры областей когерентного электронного рассеяния, характеризующие характерные размеры переориентированных фрагментов (ширину нанополос или радиус нанопетель переориентации), находятся в пределах от 3–5 нм до 10–20 нм. Углы разориентации между нанофрагментами дипольной или мультипольной субструктуры находятся в интервале от десятых долей градуса до нескольких градусов. Внутри и между фрагментами нанодипольной или наномультипольной субструктуры наблюдается как дискретный, так и непрерывный характер изменения ориентации кристаллической решетки, что свидетельствует о наличии дискретных границ разориентации и субструктур с высокими локальными градиентами ориентации или кривизной кристаллической

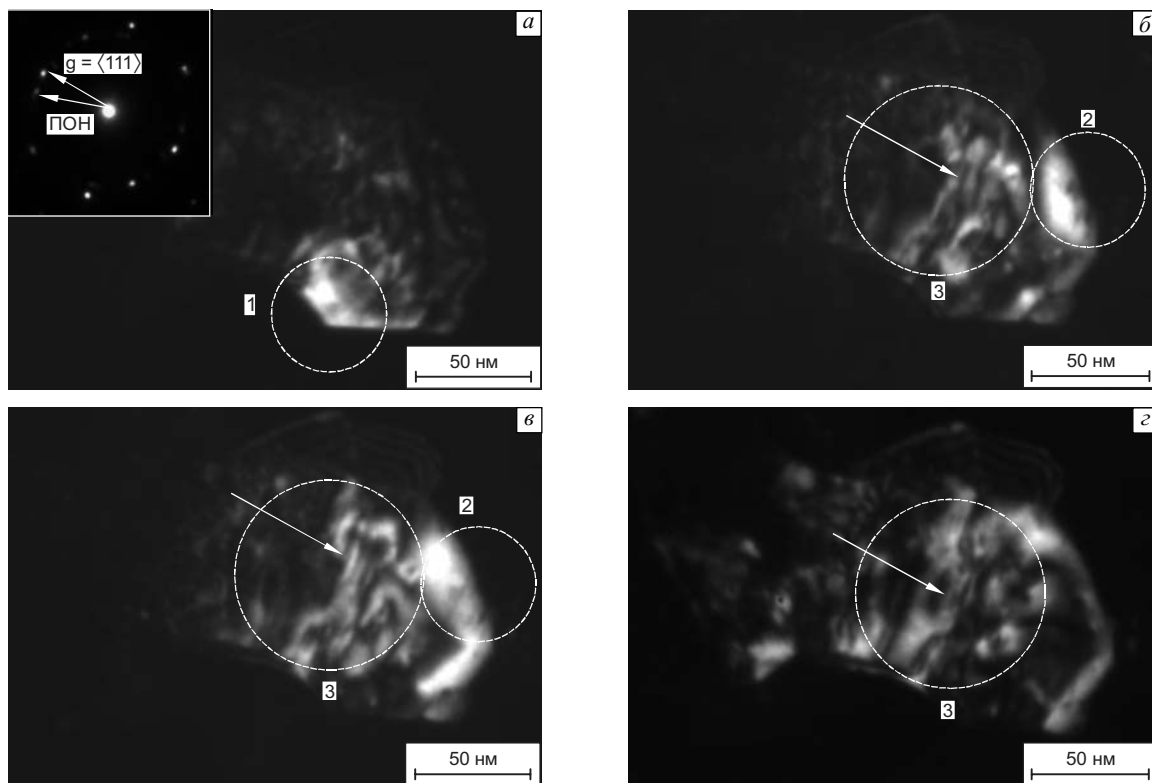


Рис. 7. Пример темнопольного анализа дефектной структуры в зерне субмикронного размера после одного оборота кручения под давлением, $e \approx 3.6$, сечение, перпендикулярное плоскости наковален, угол наклона образца в гониометре $\varphi = 2^\circ$ (а), 4° (б), 5° (в), 6° (г)

решетки, достигающей десятки и сотни градус/мкм. Ранее подобные структурные состояния были обнаружены в сплавах ванадия [9, 14, 16, 19] и Mo–Re [16, 19] после кручения под давлением, а также в порошках ниобия и алюминия после механической активации в планетарной шаровой мельнице [31].

4.5. Субструктура с непрерывными плюс дискретными разориентировками, фрагментированная на субмикроструктуры размерами десятки доли микрометра

Для этого типа субструктуры характерны значения кривизны кристаллической решетки до $30^\circ \text{ мкм}^{-1}$ при высокой плотности малоугловых границ. Как видно (рис. 4, а), она качественно аналогична субмикроструктурным состояниям, формирующимся на первом этапе эволюции микроструктуры и, на наш взгляд, является результатом реализации в зернах динамической рекристаллизации дислокационно-дисклиниационного механизма переориентации — одного из наиболее универсальных (см. выше) механизмов формирования наноструктурных состояний.

5. Обсуждение результатов

Напомним, что при представленном выше многообразии механизмов переориентации кристаллической решетки и формирующихся при этом структурных состояний интегральные характеристики микроструктуры (относительная доля представленных выше структурных состояний, величина микроискажений $\Delta d/d$ и размеры областей когерентного рассеяния, выявленные методом рентгеноструктурного анализа), а также значения микротвердости с увеличением степени деформации e от ≈ 3 до ≈ 5 (величина сдвиговой деформации γ изменяется при этом от ≈ 20 до 180) практически не меняются. Очевидно, это связано с циклическим характером изменения микроструктуры в условиях динамической рекристаллизации. Ранее подобные эффекты трансформации структуры через динамическую рекристаллизацию были обнаружены нами при изучении особенностей пластической деформации субмикроструктурной меди в процессе растяжения при комнатной температуре [6, 21]. Похожий сценарий эволюции микроструктуры как один из наиболее вероятных в широком классе материалов представлен в работе [32]: фрагментированная структура $\rightarrow$ низкотемпературная динамическая рекристаллизация $\rightarrow$ вторичная фрагментация $\rightarrow$ циклический режим структурообразования.

Как видно из настоящей работы, помимо вторичной фрагментации, низкотемпературная динамическая рекристаллизация (микрорекрысталлизация) приводит к появлению «новых» (не характерных для первого этапа эволюции микроструктуры) механизмов переориентации кристалла с участием нанодиполей частичных дис-

клинаций и нанодвойников деформации. Первый из этих механизмов появляется в результате активизации квазивязкой моды деформации и переориентации кристалла потоками неравновесных точечных дефектов в полях градиентов диагональных компонент тензора напряжений. Физическая природа образования нанодвойников деформации заключается, на наш взгляд, в фазовой неустойчивости кристалла в полях высоких локальных напряжений, определяющей возможность механического двойникового атомным механизмом локальных обратимых превращений мартенситного типа [30].

Какой из обсуждаемых в настоящей работе механизмов (дислокационно-дисклиниационный, квазивязкий, механическое двойникование) переориентации кристаллической решетки внутри каждого конкретного субмикро- или микроструктурного динамической рекристаллизации использовать, определяется, по-видимому, особенностями микроструктуры такого кристалла и локального напряженного состояния в нем, например ориентацией кристалла относительно направления максимального напряжения сдвига, наличием на границах зерен дефектов упаковки как потенциальных зародышей нанодвойников деформации и т.д.

6. Заключение

В условиях деформации никеля кручением на наковальнях Бриджмена при комнатной температуре выделены два этапа эволюции дефектной субструктуры. Первый этап заканчивается при величинах истинной логарифмической деформации $e \approx 3$ формированием субмикроструктурного состояния с размерами субмикроструктур 0.1–0.2 мкм и внутренней дефектной субструктурой с кривизной кристаллической решетки $10^\circ\text{--}20^\circ \text{ мкм}^{-1}$. Такое состояние является результатом двух основных механизмов фрагментации: образования полос локализации деформации с внутренней фрагментированной структурой и дислокационно-дисклиниационного механизма переориентации путем образования и последующей коллективной дислокационной релаксации субструктуры с высокими значениями кривизны кристаллической решетки или континуальной плотности дисклиниаций. На этом этапе наблюдаются монотонное уменьшение размеров субмикроструктур, увеличение плотности дефектов, кривизны кристаллической решетки, внутренних напряжений и микротвердости.

Начало при $e \approx 3$ второго этапа эволюции микроструктуры связано с явлением низкотемпературной динамической рекристаллизации, обеспечивающей циклический (динамическая рекристаллизация $\rightarrow$ вторичная фрагментация $\rightarrow$ динамическая рекристаллизация $\rightarrow$...) характер структурообразования (изменения плотности дефектов и размеров субмикроструктур), снижение внутренних напряжений, увеличение размеров субмикроструктур и постоянные в интервале

$e \approx 3\text{--}5$ значения микротвердости. Это явление, помимо релаксации дефектной субструктуры и вторичной фрагментации с участием указанного выше дислокационно-дислокационного механизма, приводит к появлению «новых» механизмов переориентации кристаллической решетки в зернах динамической рекристаллизации: образованию нанодвойников деформации и квазивязкому механизму переориентации потоками неравновесных точечных дефектов в полях высоких локальных градиентов давления.

Эти механизмы обеспечивают формирование высокодефектных двухуровневых наноструктурных состояний — субмикроструктур размерами десятки доли микрометра, содержащих нанодвойники размерами от 3 до 20 нм либо нанофрагменты аналогичного размера с дипольным и (или) мультипольным характером дискретных и (или) непрерывных разориентировок с локальной упругой кривизной кристаллической решетки в сотни градус/мкм и высокими градиентами локальных внутренних напряжений.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Президента РФ (МК-85.2011.8). Исследование проведено на оборудовании Томского материаловедческого центра коллективного пользования ТГУ.

Литература

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические системы. — М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. — 398 с.
2. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. — М.: Логос, 2000. — 272 с.
3. Носкова Н.И., Мулюков Р.Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. — Екатеринбург: УрО РАН, 2003. — 279 с.
4. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. — М.: Физматлит, 2007. — 416 с.
5. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металлургии. — М.: Металлургия, 1973. — 584 с.
6. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Валиев Р.З. Особенности микроструктуры и механизмы формирования субмикроструктурной меди, полученной методами интенсивной пластической деформации // ФММ. — 2003. — Т. 96. — № 4. — С. 33–43.
7. Tyumentsev A.N., Pinzhin Yu.P., Tretjak M.V., Korotaev A.D., Ditenberg I.A., Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Korznikov A.V. Evolution of defect substructure of metal alloys at mesoscopic level under torsion // Theor. Appl. Fract. Mech. — 2001. — V. 35. — P. 155–161.
8. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Шуба Я.В. Микроструктура сплава Mo–47% Re–0.4% Zr после прокатки при комнатной температуре. I. Анизотропия микрополосовой структуры и особенности внутренней структуры микрополос // Изв. вузов. Физика. — 2010. — № 7. — С. 46–53.
9. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А. Нанодиполи частичных дисклиний как носители квазивязкой моды деформации и формирования нанокристаллических структур при интенсивной пластической деформации металлов и сплавов // Физ. мезомех. — 2011. — Т. 14. — № 3. — С. 55–68.
10. Корзникова Е.А., Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В. Особенности микроструктуры и механизмы формирования субмикроструктурного состояния в никеле после больших пластических деформаций кручением под давлением // Деформация и разрушение материалов. — 2010. — № 11. — С. 8–13.
11. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Корзникова А.В., Корзников А.В., Денисов К.И. Нанодиполи частичных дисклиний как носители некристаллографического сдвига и переориентации кристаллической решетки в нанокристаллах никеля и ванадия // Изв. вузов. Физика. — 2010. — № 12. — С. 67–76.
12. Тюменцев А.Н., Третьяк М.В., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Валиев Р.З., Исламгалиев Р.К., Корзников А.В. Эволюция дефектной субструктуры в сплаве Ni₃Al в ходе интенсивной пластической деформации кручением под давлением // ФММ. — 2000. — Т. 90. — № 5. — С. 44–54.
13. Третьяк М.В., Тюменцев А.Н. Масштабные уровни фрагментации кристаллической решетки сплава на основе Ni₃Al в процессе интенсивной пластической деформации кручением под давлением // Физ. мезомех. — 2000. — Т. 3. — № 3. — С. 23–28.
14. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Гриняев К.В., Чернов В.М., Потапенко М.М. Эволюция дефектной субструктуры при больших пластических деформациях сплава V–4Ti–4Cr // ЖТФ. — 2011. — Т. 81. — № 6. — С. 68–74.
15. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Чернов В.М., Потапенко М.М. Особенности формирования субмикроструктурного структурного состояния при пластической деформации сплава V–4Ti–4Cr на наковальнях Бриджмена // ФММ. — 2012. — Т. 113. — № 2. — С. 170–180.
16. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Винс С.А. Закономерности формирования нанокристаллических и субмикроструктурных структурных состояний в сплавах на основе V и Mo–Re при разных условиях интенсивной пластической деформации // Перспективные материалы. — 2009. — Спец. выпуск. — № 7. — С. 103–106.
17. Винс С.А., Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В. Эволюция микроструктуры и механических свойств сплава системы Mo–47% Re в зависимости от степени деформации при кручении под давлением // Изв. вузов. Физика. — 2009. — Т. 52. — № 12/2. — С. 32–36.
18. Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Шевченко Н.В., Корзников А.В. Эволюция структурно-фазовых состояний при больших пластических деформациях аустенитной стали 17Cr–14Ni–2Mo // ФММ. — 2011. — Т. 112. — № 4. — С. 436–448.
19. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А. Структурные состояния с высокой кривизной кристаллической решетки в субмикроструктурных и нанокристаллических металлических материалах // Изв. вузов. Физика. — 2011. — № 9. — С. 26–36.
20. Christian J.W., Mahajan S. Deformation twinning // Prog. Mater. Sci. — 1995. — V. 39. — P. 1–157.
21. Тюменцев А.Н., Панин В.Е., Дитенберг И.А., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Деревягина Л.С., Шуба Я.В., Валиев Р.З. Особенности пластической деформации ультрамелкозернистой меди при разных температурах // Физ. мезомех. — 2001. — Т. 4. — № 6. — С. 77–85.
22. Wu X.L., Ma E. Dislocations and twins in nanocrystalline Ni after severe plastic deformation: The effects of grain size // Mater. Sci. Eng. A. — 2008. — V. 483–484. — P. 84–86.
23. Liao X.Z., Zhou F., Lavernia E.J., He D.W., Zhu Y.T. Deformation twin in nanocrystalline Al // Appl. Phys. Lett. — 2003. — V. 83. — No. 24. — P. 5062–5064.
24. Liao X.Z., Zhou F., Lavernia E.J., Srinivasan S.G., Baskes M.I., He D.W., Zhu Y.T. Deformation mechanism in nanocrystalline Al: Partial dislocation slip // Appl. Phys. Lett. — 2003. — V. 83. — No. 4. — P. 632–634.
25. Liao X.Z., Zhao Y.H., Srinivasan S.G., Zhu Y.T., Valiev R.Z., Gundarov D.V. Deformation twinning in nanocrystalline copper at room temperature and low strain rate // Appl. Phys. Lett. — 2004. — V. 84. — No. 4. — P. 592–594.
26. Zhang H.W., Huang X., Hansen N. Evolution of microstructural parameters and flow stresses toward limits in nickel deformed to ultra-high strains // Acta Mater. — 2008. — V. 56. — P. 5451–5465.

27. Тюменцев А.Н., Пинжсин Ю.П., Дитенберг И.А., Шуба Я.В. Локальные обратимые превращения мартенситного типа как механизмы деформации и переориентации кристалла в металлических сплавах и интерметаллидах // Физ. мезомех. – 2006. – Т. 9. – № 3. – С. 33–45.
28. Yamakov V., Wolf D., Phillpot S.R., Gleiter H. Deformation twinning in nanocrystalline Al by molecular dynamic simulation // Acta Mater. – 2002. – V. 50. – P. 5005–5020.
29. Kumar K.S., van Swygenhoven H., Suresh S. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys // Acta Mater. – 2003. – V. 51. – P. 5743–5774.
30. Тюменцев А.Н., Литовченко И.Ю., Пинжсин Ю.П., Шевченко Н.В. Атомные модели образования дислокаций и механического двойникования в ГЦК-кристаллах // ДАН. – 2005. – Т. 403. – № 5. – С. 623–626.
31. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Денисов К.И., Корчагин М.А. Особенности формирования высокодефектных структурных состояний в механокомпозитах и порошках ниобия и алюминия в процессе интенсивного деформационного воздействия в планетарных шаровых мельницах // Физ. мезомех. – 2011. – Т. 14. – № 6. – С. 53–62.
32. Глезер А.М., Поздняков В.А. Условия формирования различных дефектных структур в процессе больших пластических деформаций // Деформация и разрушение материалов. – 2005. – № 4. – С. 9–15.

Поступила в редакцию
24.05.2012 г.

Сведения об авторах

Дитенберг Иван Александрович, к.ф.-м.н., снс ИФПМ СО РАН, нс ТГУ, ditenberg_i@mail.ru
 Тюменцев Александр Николаевич, д.ф.-м.н., проф., зав. лаб. ИФПМ СО РАН, зав. каф. ТГУ, tyuments@phys.tsu.ru
 Корзников Александр Вениаминович, д.т.н., внс ИПСМ РАН, korznikov@imsp.da.ru
 Корзникова Елена Александровна, к.ф.-м.н., мнс ИПСМ РАН, helenne@yandex.ru