## 05.1 Цикличность дислокационных превращений в ГПУ-сплаве циркония

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

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

## Поступило в Редакцию 13 ноября 2009 г.

Установлена взаимосвязь колебательной неустойчивости локализации деформации в режиме "упрочнение—разупрочнение", обнаруженной на параболической стадии кривой деформационного упрочнения сплавов циркония, с цикличностью дислокационных превращений в очаге макролокализации в процессе его трансформации в шейку.

В настоящей работе представлены результаты исследования колебательной неустойчивости макролокализации деформации, обнаруженной при растяжении ГПУ-сплавов циркония [1]. Это явление проявляется на макроуровне на параболической стадии кривой пластического течения циркониевых сплавов, которая аппроксимируется уравнением  $S \sim e^n$ (S и e — истинные напряжения и деформации) с рядом подстадий с дискретно уменьшающимся показателем параболичности n, и сопровождается периодическим накоплением деформации и локальным изменением скорости деформации в ряде очагов устойчивой макролокализации, один из которых затем становится шейкой.

В [2] установлено, что возникновение колебательной неустойчивости на параболической стадии пластического течения при b < 0.5 связано с началом локального периодически прогрессирующего уменьшения поперечного сечения образца. Кинетика данного процесса имеет нелинейный характер и определяется взаимосвязанным колебательным изменением скоростей деформаций удлинения и сужения в очаге макролокализации в режиме "упрочнение—разупрочнение". При этом на стадии неустойчивости (0.5 > n > 0.2) колебание локальной деформации удлинения, а на стадии устойчивого разупрочнения (n < 0.2) они становятся синфазными, что сопровождается резким ростом их амплитуды и образованием шейки разрушения.

31

С целью выяснения причин наблюдаемого явления методом просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) исследовали эволюцию дислокационной структуры сплава Zr-1% Nb (средний размер зерна 5 µm) в очаге макролокализации деформации при его трансформации в шейку. Образцы размером 46 × 6 × 2 mm подвергали одноосному растяжению на испытательной машинне "INSTRON 1185" со скоростью деофрмации 4 · 10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. Образцы для исследований вырезали из области минимального поперечного сечения растягиваемого образца при различных степенях деформации. Определяли объемную долю, занимаемую конкретной субструктурой, скалярную плотность дислокаций внутри различных субструктур и в среднем по материалу. Остаточные поля дальнодействующих 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% (а)-дислокаций,  $25\% \langle c+a \rangle$ -дислокаций,  $15\% \langle c \rangle$ -дислокаций.

Методом реперов в сочетании с фотосъемкой образца в процессе испытаний [2] исследовали кинетику вязкого пластического течения материала в очаге макролокализации деформации. Кривые деформации S-eрассчитывали для минимального поперечного сечения, определяемого по профилограммам [2]. При этом значения истинных напряжений Sопределяли как отношение текущего значения нагрузки к минимальной площади поперечного сечения, а значения истинных локализованных деформаций в продольном и поперечном направлениях определяли по формуле  $e = \ln(l/l_0)$ , где  $l_0$  — начальное значение расстояния между реперами, l — текущие значения в области очага локализации, полученные в результате промера изображений образца в процессе деформирования по методу, предложенному в [5]. Полученные результаты позволили количественно оценить эволюцию локальных скоростей продольной и поперечной деформации в очаге макролокализации в процессе его трансформации в шейку.

Установлено, что для начального этапа пластического течения ГПУ-сплавов циркония характерна высокая локальная неоднородность эволюции дислокационных субструктур [6] в результате деформационного наклепа благоприятно ориентированных к оси нагружения зерен. Именно значительная неоднородность полей внутренних напряжений в условиях анизотропии упругих и пластических свойств различно ориентированных зерен [7,8] обусловливает раннее формирование очага

макролокализации (фактически с самого начала пластической деформации), а затем и шейки ( $e \sim 0.03 - 0.05$ ) в сплавах циркония.

Исследование эволюции количественных характеристик дислокационной структуры в очаге макролокализации показало, что на начальном этапе деформации наблюдается быстрый рост скалярной плотности дислокаций и массовое формирование малоугловых (не более 3°) субграниц, сопровождающееся возрастанием локальных дальнодействующих полей остаточных внутренних напряжений. Согласно оценке, их амплитуда около границ и тройных стыков зерен составляет 300-400 МРа. После достижения критической плотности дислокаций и субграниц (при переходе к *n* < 0.5) устанавливается циклический режим дислокационных превращений, который сопровождается колебательным изменением объемов, занимаемых различными дислокационными субструктурами, средней скалярной плотности дислокаций, а также периодической релаксацией внутренних напряжений. Так, с ростом деформации внутри разориентированной сетчатой субструктуры формируется полосовая субструктура, затем полосы в результате интенсивного формирования малоугловых границ разбиваются на анизотропные фрагменты. Далее внутри фрагментов образуется мелкая ячеисто-сетчатая субструктура с высокими непрерывными разориентировками, а после достижения критического уровня напряжений фрагментированная структура оказывается неустойчивой и разрушается путем распада малоугловых субграниц. При этом наблюдаются: микроизгиб и выклинивание границ за счет локальной миграции, укрупнение и удлинение структурных составляющих, деформационное двойникование свободных от дефектов зерен. С ростом общей деформации наблюдается повторение подобного цикла изменения дефектной структуры, причем размер вновь образующихся фрагментов меньше начальных и в шейке разрушения становится менее 0.1 μm.

Установлена 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". На рис. 1 представлены совмещенные кривые зависимости средних значений скалярной плотности дислокаций  $\rho_s$  в субструктурах с дискретными разориентировками и плотности субграниц M, 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),



**Рис. 1.** Зависимости средних значений скалярной плотности дислокаций  $\rho_s$  и плотности субграниц M в субструктурах с дискретными разориентировками, а также характера изменения скоростей локальных деформаций в очаге макролокализации от действующего напряжения.

сопровождающееся формированием градиента упругих напряжений и увеличением локальной скорости деформации, характеризуется резким ростом  $\rho_s$  и *M* в результате дополнительной генерации дислокаций и массового формирования малоугловых субграниц. При этом обнаружено, что рост скорости локальной деформации в поперечном направлении v, в очаге микролокализации сопровождается увеличением плотности дислокаций  $\rho_s$ , плотности субгарниц M (рис. 1) и, как следствие, к упрочнению и торможению дальнейшей поперечной деформации. Последующему росту скорости локальной продольной деформации  $v_x$  соответствует разупрочнение в результате распада субграниц, аннигиляции дислокаций, укрупнению и удлинению субзерен, благоприятно ориентированных к оси растяжения. Дальнейшее нагружение может приводить как к деформационному двойникованию, так и к повторному процессу формирования дислокационных субструктур, что сопровождается упрочнением в продольном направлении и соответственно уменьшением  $v_x$  и ростом  $v_y$ . На рис. 2 приведены



**Рис. 2.** Корреляция между величинами средних значений скалярной плотности дислокаций  $\rho_s$  и плотности границ M в субструктурах с дискретными разориентировками и локальными скоростями продольной (*a*) деформации  $v_x$  и поперечной (*b*) деформации  $v_y$  в очаге макролокализации (R — коэффициент корреляции).

корреляционные зависимости параметров дислокационной структуры и компонент локальной скорости деформации для стадии колебательной неустойчивости (0.5 > n > 0.2). Устойчивое формирование шейки (при n < 0.2) обеспечивает рост гидростатической компоненты напряжения, что сопровождается практически одновременным ростом локальных поперечной и продольной деформаций (рис. 1). При этом наблюдается следующий цикл дислокационных превращений, в ходе которого происходит образование преимущественно мелкофрагментированной структуры. Основным механизмом измельчения структуры при существенном утонении и удлинении зерен вдоль направления растяжения в области шейки является геометрическая динамическая рекристаллизация (GDRX), которая характерна для больших деформаций  $\alpha$ –Zr [9].

Результаты, полученные в данной работе, соответствуют представлениям о цикличности процесса дислокационных превращений [10], которые могут возникать в деформируемом материале при низких температурах как результат периодической релаксации высоких внутренних напряжений. Подобные низкотемпературные рекристаллизационные процессы возможны как в значительных объемах металла при интенсивных пластических деформациях, так и локально в условиях высоких градиентов напряжений и деформаций, например, при наноиндентировании [11], в районе шейки при растяжении [12], в устье трещины [13]. Основным механизмом укрупнения структуры при этом является распад малоугловых субграниц и коалесценция разделяемых ими субзерен [14], причем рост элементов структуры имеет атермический характер и реализуется под действием напряжений. Можно выделить основные факторы, определяющие обнаруженные закономерности струтурных перестроек в ГПУ-сплаве циркония. Прежде всего, это характерная для исследуемого анизотропного материала высокая локальная неоднородность напряжений и деформаций, которая обусловливает локальное формирование критической неравновесной дислокационной структуры. Особенностью такой структуры является значительная плотность дислокаций и малоугловых субграниц, обеспечивающих высокий уровень дальнодействующих полей внутренних напряжений. Резкое увеличение локальной скорости деформации с началом образования очага макролокализации является дополнительной движущей силой, которая обеспечивает достижение уровня критических напряжений, необходимых как для цепного распада формирующихся малоугловых границ с образованием плотных ансамблей дислокаций [15], так и для начала их миграции и частичной аннигиляции [14]. При этом

## Список литературы

- [1] Полетика Т.М., Нариманова Г.Н., Колосов С.В. // ЖТФ. 2006. Т. 76. В. 3. С. 44–49.
- [2] Полетика Т.М., Пшеничников А.П. // ЖТФ. 2009. Т. 79. В. 3. С. 54–58.
- [3] Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I. // Mat. Sci. Eng. A. 2001. V. 319–321. P. 156-159.
- [4] Ungar T.T., Castelnau O., Ribarik G. et al. // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 1117– 1127.
- [5] Korsunsky A.M., Nguyen G.D., Kim K. // Mat. Sci. Eng. A. 2006. V. 423. P. 192– 198.
- [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. V. 56. P. 3672–3687.
- [8] Gloaguen D., Berchi T., Girard E., Guillen R. // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 4369–4379.
- [9] Jiang L., Pe'rez-Prado M.T., Gruber P.A. et al. // Acta Mater. 2008. V. 56. P. 1228–1242.
- [10] Глезер А.М., Поздняков В.А. // ДАН. 2004. Т. 398. № 6. С. 756–758.
- [11] Jin M., Minor A.M., Stach E.A., Morris Jr.J.W. // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 5381–5387.
- [12] Soer W.A., Chezan A.R., De Hosson J.T.M. // Acta Mater. 2006. V. 54. P. 3827–3833.
- [13] Gianola D.S., Van Petegem S., Legros M. et al. // Acta Mater. 2006. V. 54. P. 2253–2263.
- [14] Гуткин М.Ю., Микаелян К.Н., Овидько И.А. // ФТТ. 2008. Т. 50. В. 7. С. 1216–1229.
- [15] Бобылев С.В., Гуткин М.Ю., Овидько И.А. // ФТТ. 2004. Т. 46. В. 11. С. 1986–1990.