

УДК 539.381

DOI: 10.17223/00213411/64/1/90

Л.И. ТРИШКИНА¹, А.И. ПОТЕКАЕВ², А.А. КЛОПОТОВ¹, Т.В. ЧЕРКАСОВА¹, В.В. КУЛАГИНА³, Н.Н. МЕДВЕДЕВ⁴

ЭВОЛЮЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СУБСТРУКТУРЫ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ УПОРЯДОЧЕННОГО И РАЗУПОРЯДОЧЕННОГО СПЛАВА Pd₃Fe В ОБЛАСТИ СЛАБОУСТОЙЧИВЫХ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ *

Представлены результаты исследования методом электронной микроскопии эволюции дислокационной структуры поликристаллического упорядоченного и разупорядоченного сплава Pd₃Fe в области слабоустойчивых структурно-фазовых состояний. Построена схема перестройки дислокационных субструктур при переходе от стадии к стадии, которые выделены на деформационных кривых сплава Pd₃Fe. Установлено, что как в случае неупорядоченного, так и упорядоченного сплава для каждой стадии деформации характерны свои особые типы дислокационной субструктуры (ДСС), которые являются основными носителями деформации для данной стадии. Переходы от одних типов ДСС к другим осуществляются в некоторых интервалах значений степени деформации ϵ . Появление характерного для данной стадии деформации типа ДСС происходит на предыдущей стадии и по мере нарастания степени деформации доля этого типа ДСС увеличивается. На рассматриваемой стадии их доля наибольшая, а при переходе к следующей стадии постепенно уменьшается вплоть до исчезновения. В случае упорядоченных сплавов типы дислокационной субструктуры – основного носителя деформации для данной стадии – отличаются от типов ДСС, реализующихся в неупорядоченных сплавах на той же стадии деформации. Показано, что каждой стадии деформации отвечают свои ДСС – носители деформации. При переходе к новой стадии происходит переход к новым структурным носителям деформации, при котором эти носители сосуществуют, что является характерной чертой слабоустойчивых состояний системы.

Ключевые слова: деформация, дислокационные субструктуры, слабоустойчивые состояния, эволюция дислокационной структуры.

Введение

В настоящее время необходимы новые представления в решении проблем прочности и пластичности [1]. Плотность дислокаций и их структурные конгломераты могут определяться рядом факторов. В рамках многоуровневого подхода установлено, что с увеличением размера зерна на мезоуровне плотность дислокаций убывает, а на микроуровне – возрастает. Эти данные показывают принципиальную разницу в закономерностях накопления дислокаций на мезо- и микроуровнях размеров зерен.

Существуют разные способы упрочнения металлических сплавов, в том числе перевод сплава в упорядоченное состояние. Другим важным способом упрочнения является повышение плотности дислокаций при соответствующих термомеханических обработках. Возникающие в обоих способах слабоустойчивые структурно-фазовые состояния приводят к появлению соответствующих структурных элементов – носителей деформации [1–3], в конечном счете, к существенному повышению физико-механических свойств. Хорошее сочетание прочности и пластичности можно получить при совмещении перевода сплавов в упорядоченное состояние и термомеханических обработок. В этом случае коэффициент деформационного упрочнения θ упорядочивающихся сплавов сильно возрастает. Деформационное воздействие на сплавы в упорядоченном состоянии приводит к разрушению атомного дальнего порядка [3]. При этом основная проблема состоит в оптимальном сочетании этих двух видов упрочнения (упорядочения и пластической деформации), что довольно сложно из-за нахождения материала в слабоустойчивом состоянии.

Проблема стадийности кривых течения в металлах и сплавах достаточно сложна [4, 5]. Установлено [4, 5], что превращение порядок – беспорядок влияет на протяженность стадий деформации и величину коэффициента упрочнения. Для понимания механизмов пластической деформации в интерметаллидах большое внимание уделено исследованию эволюции дислокационной структуры в процессе деформации в сплавах со сверхструктурой $L1_2$ [6].

* Работа выполнена при поддержке госзадания Министерств науки и высшего образования РФ (№ проекта FEMN-2020-0004).

Предложены новые представления о структурно-фазовых превращениях в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термосиловом воздействии [1]. В [2] показана роль критических размеров зерен поликристаллов мезоуровня в ходе деформации в слабоустойчивом состоянии металлов и сплавов. Данный подход продолжает развитие общей концепции особенностей структуры и свойств слабоустойчивых состояний физических систем [7–14].

Эволюции дислокационной структуры в процессе деформации поликристаллических сплавов со сверхструктурой $L1_2$, которые часто используются как наиболее предпочтительные, рассматривались на сплавах Ni₃Fe [15], тройных на его основе [15, 16], Ni₃Mn [17], Ni₃Ge [18] и др. Был выявлен ряд важных закономерностей в процессе деформации упорядоченного сплава [19]. Однако проведение структурных исследований упорядочивающихся сплавов Ni₃Fe и Ni₃Mn затруднительно из-за близких значений факторов атомного рассеяния Ni, Fe и Mn. Удобным в этом отношении является изоморфный им сплав Pd₃Fe.

Цель данной работы – изучить эволюцию дислокационной субструктуры при деформации упорядоченного и разупорядоченного сплава Pd₃Fe, обращая особое внимание на области слабоустойчивых структурно-фазовых состояний материала.

1. Материал и методика эксперимента

Сплав Pd₃Fe стехиометрического состава был выплавлен дуговой плавкой с нерасходуемым электродом в атмосфере гелия. Гомогенизация слитка проводилась при температуре $T = 1100$ °C ($t = 20$ ч). Образцы для исследований были приготовлены из слитка до пластин толщиной 0.1–0.15 мм. Разупорядоченное состояние фиксировалось закалкой в воду. Размер зерна в закаленных сплавах составлял ~ 65 мкм. Упорядоченное состояние было получено в результате ступенчатого понижения температуры от 650 до 500 °C с шагом 5° в сутки.

Структурно-фазовое состояние определялось на дифрактометре ДРОН-1.5. Рентгеноструктурным методом установлено, что после отжига сплав Pd₃Fe находился в однофазном состоянии со сверхструктурой $L1_2$. Степень атомного дальнего порядка η в упорядоченном сплаве была равна 0.83 ± 0.02 . Размер антифазных доменов определялся как рентгеноструктурным методом, так и по электронно-микроскопическим темнопольным изображениям термических антифазных границ в сверхструктурных отражениях. Средний размер доменов, определенный этими двумя методами, практически совпал и оказался равным (30 ± 5) нм.

Деформирование образцов в виде пластин проводилось растяжением при скорости движения подвижного захвата 18 мм/мин (0.0021 с⁻¹).

Электронно-микроскопическое исследование структуры деформированного материала на фольгах осуществлялось на электронном микроскопе УЭМВ-100К при различных степенях деформации.

2. Результаты и их обсуждение

Деформационные кривые. На рис. 1 приведены кривые деформации σ – ϵ и кривые коэффициента деформационного упрочнения θ – ϵ сплава в разупорядоченном (кривая 1) и упорядоченном (кривая 2) состояниях. На рисунках штриховыми вертикальными линиями выделены стадии деформации, причем линейная стадия I не приводится, а кривые показаны со следующей за пределом текучести переходной стадией (II) [4]. Несложно видеть традиционные кривые и традиционные четыре стадии деформации. Упорядочение приводит к обычному для сплавов со сверхструктурой $L1_2$ (типа Cu₃Au, Ni₃Fe, Ni₃Mn и др.) (кривая 2) изменению характера кривой деформации по сравнению с разупорядоченными сплавами (кривая 1) [5]. Происходит обычное увеличение коэффициента деформационного упрочнения θ (рис. 1, б) упорядоченных сплавов (кривая 2) по сравнению с разупорядоченными (кривая 1). При этом увеличение коэффициента θ в упорядоченном сплаве Pd₃Fe оказывается даже более значительным, чем в сплавах Cu₃Au, Ni₃Fe, Ni₃Mn [1]. Следует отметить, что кривые непрерывны (рис. 1, б), однако каждой стадии деформации соответствует свое значение коэффициента деформационного упрочнения θ . При переходе от одной стадии к другой происходит его плавное изменение. Сам переход от одной стадии к другой реализуется в некотором интервале значений степени деформации ϵ . Таким образом, приведенные кривые упрочнения в координатах θ – ϵ позволили выявить перегибы на кривых упрочнения, которые отражают смену структурных состояний в сплаве. Как можно ожидать, это должно привести к эволюции дислокационной субструктуры при деформации сплавов в упорядоченном и разупорядоченном состояниях.

Эволюция дислокационной субструктуры при деформации сплава Pd_3Fe . Естественно, что свойства сплава обусловлены, прежде всего, его структурой. Вначале рассмотрим структуру разупорядоченного сплава, далее – структуру сплава в упорядоченном состоянии и проведем их сравнение.

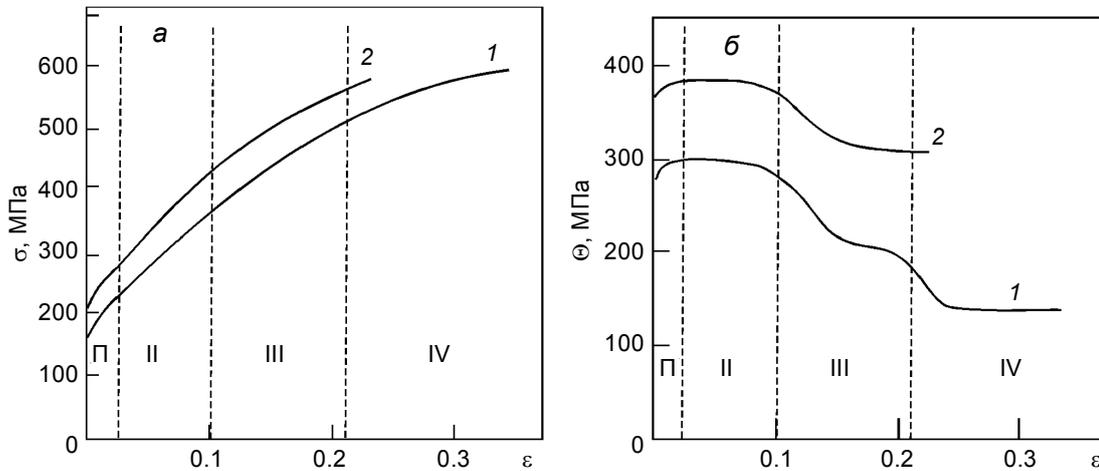


Рис. 1. Деформационные кривые (а) и кривые коэффициента деформационного упрочнения (б) сплава в разупорядоченном (кр. 1) и упорядоченном (кр. 2) состояниях. Штриховыми вертикальными линиями выделены стадии деформации

Эволюция дислокационной субструктуры при деформации разупорядоченного сплава Pd_3Fe . На рис. 2 представлена дислокационная субструктура (ДСС) разупорядоченного сплава Pd_3Fe при различных степенях деформации. В начале пластической деформации сплава скольжение дислокаций оказывается локализованным, наблюдаются плоские скопления дислокаций (рис. 2, а). Часто скопления разных систем вступают в реакцию. Дислокационная система в целом неоднородна. Неоднородность дислокационной структуры сохраняется и до более высоких степеней деформации (рис. 2, б). Характерной деталью при более высоких степенях де-

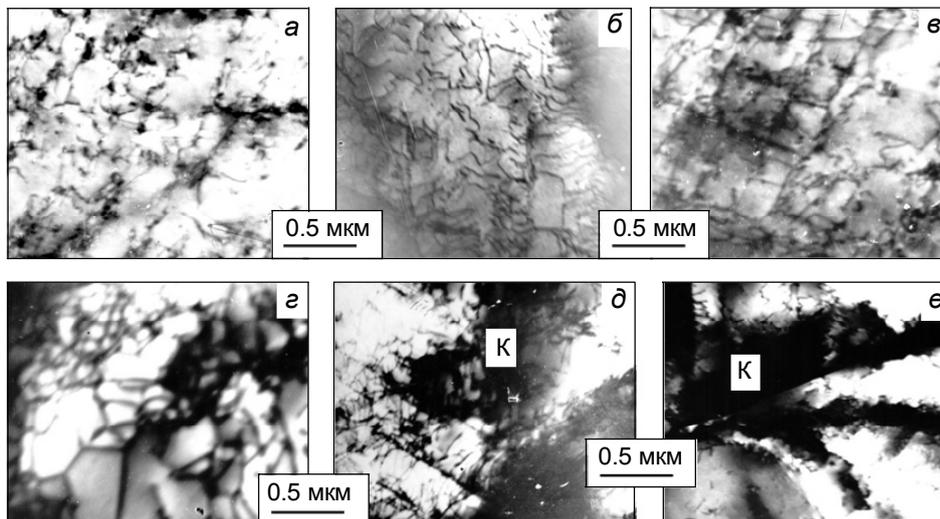


Рис. 2. Типы дислокационных субструктур в разупорядоченном сплаве Pd_3Fe после различных степеней деформации: а – хаотическое распределение дислокаций ($\epsilon_{ист} = 0.03$); б – дислокационные скопления ($\epsilon_{ист} = 0.10$); в – неразориентированная сетчатая ($\epsilon_{ист} = 0.10$); г – разориентированная ячеистая ($\epsilon_{ист} = 0.20$); д – разориентированная ячеисто-сетчатая ($\epsilon_{ист} = 0.30$), е – экстинкционные деформационные контуры К ($\epsilon_{ист} = 0.35$)

формации является наличие прямолинейных дислокаций (рис. 2, в), которые при меньших степенях деформации отсутствуют. С развитием деформации дислокации стремятся образовывать сетчатую структуру, хотя эта сетчатая структура не совсем регулярна (рис. 2, в). При этом дислокационная структура становится более однородной, однако имеются места, в которых дислокации

практически отсутствуют. Дальнейшее увеличение деформации (свыше 20%) не приводит к появлению каких-либо особенностей. Дислокационная структура меняется в дальнейшем подобным образом. С увеличением степени деформации уменьшается размер дислокационных сеток и увеличивается число порогов на дислокациях. Сравнение эволюции дислокационной структуры сплава Pd₃Fe в разупорядоченном состоянии с другими сплавами, например со сплавами Ni₃Fe и Ni₃Mn [1], показывает, что эволюция дислокационной структуры происходит подобным образом.

Таким образом, для каждой стадии деформации характерны свои особые типы дислокационной субструктуры, которые являются основными носителями деформации для данной стадии. Эти переходы от одних типов ДСС к другим происходят в некоторых интервалах значений степени деформации ϵ . Появление характерного для данной стадии деформации типа ДСС происходит на предыдущей стадии. По мере нарастания степени деформации доля этого типа ДСС увеличивается. Все это свидетельствует о том, что в области перехода от одной стадии деформации к другой система находится в слабоустойчивом состоянии, а управляющим параметром является степень деформации ϵ .

Эволюция дислокационной субструктуры при деформации упорядоченного сплава Pd₃Fe. Типичные дислокационные структуры сплава Pd₃Fe в упорядоченном состоянии при различных степенях деформации показаны на рис. 3. При умеренной деформации (рис. 3, *а*) практически все дислокации связаны в пары. Распределение дислокаций по зерну однородное, хотя некоторая тенденция к локализации скольжения имеется. Наблюдается стремление дислокаций образовывать дипольные конфигурации. Прямолинейные дислокации практически отсутствуют. Дислокации в ряде мест образуют сетки, как и в разупорядоченном сплаве. Однако с увеличением степени деформации ($\epsilon = 11\%$) появляются плотные сгущения. Тем не менее, ячеистая структура развивается слабо. Дальнейшее деформирование приводит к формированию ячеистой структуры (рис. 3). Стенки ячеек представляют собой довольно плотные дислокационные образования, так что выделить, какие дислокации (парные или одиночные) находятся в стенках ячеек, не представляется возможным.

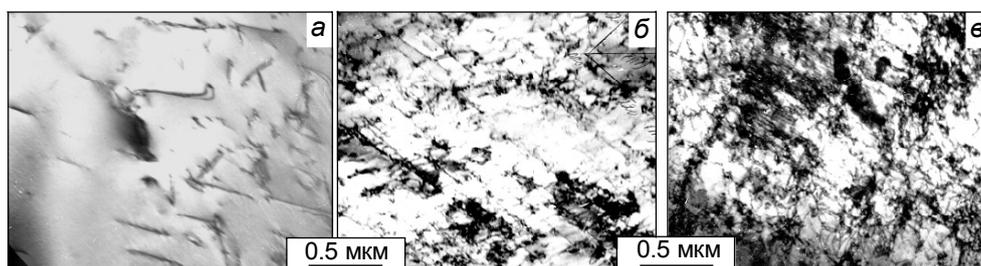


Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение типов дислокационных субструктур в сплаве Pd₃Fe после упорядочения 5 °C в сутки при разных степенях деформации: *а* – хаотическое распределение дислокаций и дислокационные скопления ($\epsilon_{\text{ист}} = 0.05$), *б* – неориентированная сетчатая ДСС ($\epsilon_{\text{ист}} = 0.11$); *в* – разориентированная сетчатая ДСС ($\epsilon_{\text{ист}} = 0.20$)

Если из сравнения эволюции дислокационной структуры сплава Pd₃Fe в разупорядоченном состоянии с другими сплавами обнаруживаем, что эволюция дислокационной структуры происходит подобным образом, то в упорядоченном состоянии такой полной аналогии не наблюдается, так как преобладает локализованное скольжение (см. рис. 2, *а*). С увеличением степени деформации локализация скольжения уменьшается, наблюдается интенсивное взаимодействие дислокаций разных систем скольжения (рис. 2, *в*).

Отметим, что на III стадии деформации упорядоченного сплава не происходит образования разориентированной ячеистой дислокационной субструктуры, которая образуется в разупорядоченном сплаве. Выявленная особенность в эволюции ДСС с ростом степени деформации отражает свойства упорядоченных сплавов с высокими значениями атомного дальнего порядка: скольжение в начале пластической деформации осуществляется сверхдислокациями. Затем в процессе деформации появляются одиночные дислокации, доля которых в общей плотности дислокаций увеличивается со степенью деформации, причем она зависит от размера антифазных доменов и степени порядка в сплаве.

Для каждой стадии деформации упорядоченных сплавов, как и в случае деформирования неупорядоченных сплавов, характерны свои особые типы дислокационной субструктуры – основные носители деформации для данной стадии, которые отличаются от типов ДСС, реализующихся в неупорядоченных сплавах на той же стадии деформации. Как и в случае неупорядоченных сплавов, при деформации упорядоченных сплавов переходы от одних типов ДСС к другим происходят в некоторых интервалах значений ε . Первое появление характерного для данной стадии деформации типа ДСС происходит на предыдущей стадии. По мере нарастания степени деформации доля данного типа ДСС увеличивается. На рассматриваемой стадии их доля наибольшая, а при переходе к следующей стадии происходит ее постепенное уменьшение. Таким образом, в области перехода от одной стадии деформации к другой система находится в слабоустойчивом состоянии, при этом управляющим параметром является степень деформации ε .

Последовательности превращений дислокационной субструктуры. На основе анализа полученных данных по эволюции дислокационных субструктур в зависимости от степени деформации в разупорядоченных и упорядоченных сплавах Pd_3Fe построена схема перестройки ДСС при переходе от стадии к стадии (рис. 4). Прежде всего, следует отметить, что каждой стадии деформации отвечают свои ДСС – носители деформации. При переходе к новой стадии происходит переход к новым структурным носителям деформации, при этом данные носители сосуществуют, что является характерной чертой слабоустойчивых состояний системы [1]. При этом управляющим параметром процесса является степень деформации сплава.

Аналогично полученному результату, в [19] на примере эволюции ДСС с деформацией в твердых растворах в сплавах $\text{Cu} - 0.5 \text{ ат. \% Al}$ и $\text{Cu} - 5 \text{ ат. \% Al}$ было обнаружено образование ячеистой субструктуры, процесс образования которой соответствует размытому кинетическому фазовому переходу 1-го рода в ДСС.

В [20] на основе исследования неупругого рассеяния нейтронов установлено, что в упорядоченном состоянии в сплаве Cu_3Au со сверхструктурой $L1_2$ межатомное взаимодействие между разноименными атомами $\text{Cu}-\text{Au}$ значительно больше, чем между атомами одинакового сорта $\text{Cu}-\text{Cu}$ (приблизительно в 5 раз). Наличие такой значительной разницы во взаимодействии между одноименными и разноименными атомами приводит к смещениям атомов на антифазных границах. С изменением числа связей атомами AA, AB, BB в бинарных сплавах A_4B, A_3B и AB меняются межатомные силы и межатомные расстояния. Действительно, экспериментально установлены смещения атомов в области границ между доменами в упорядочивающихся сплавах $\text{Fe}_3\text{Ga}, \text{CuZn}, \text{Ni}_4\text{Mo}, \text{Ni}_3\text{Mo}$ [21]. Как следствие, это находит отражение в контрасте сверхструктурных рефлексов и оказывает влияние на распределение дислокаций при деформационном воздействии.

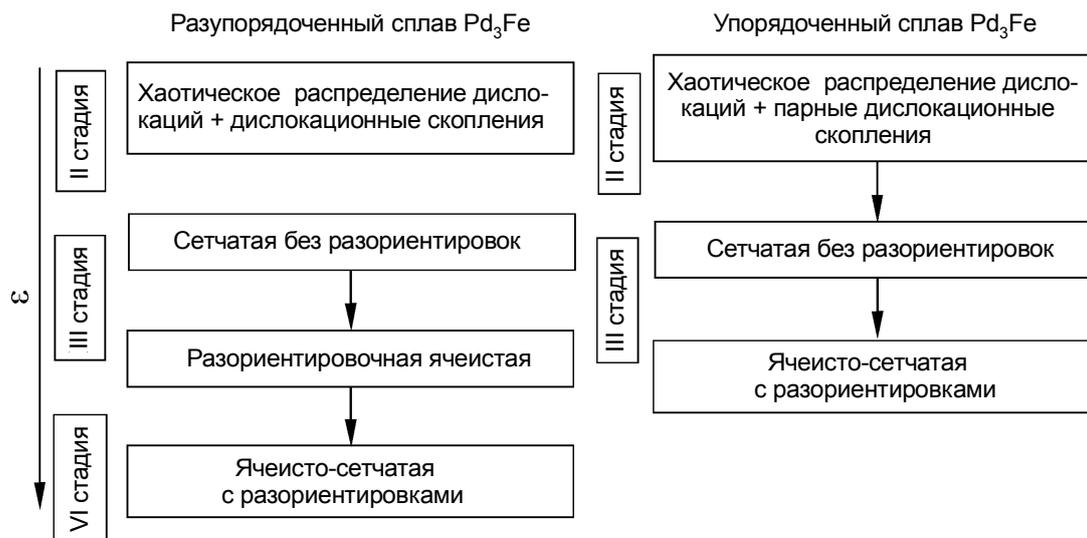


Рис. 4. Последовательность превращений ДСС в разупорядоченном и упорядоченном сплавах Pd_3Fe с ростом степени деформации

Заключение

Представлены результаты исследования методом электронной микроскопии эволюции дислокационной структуры поликристаллического сплава Pd₃Fe в упорядоченном и разупорядоченном состояниях. Построена схема перестройки дислокационных субструктур при переходе от стадии к стадии, выделенных на деформационных кривых в зависимости от степени деформации в разупорядоченных и упорядоченных сплавах Pd₃Fe.

Установлено, что как в случае неупорядоченного, так и упорядоченного сплава для каждой стадии деформации характерны свои особые типы дислокационной субструктуры, которые являются основными носителями деформации для данной стадии. Переходы от одних типов ДСС к другим типам происходят в некоторых интервалах значений степени деформации ϵ . Первое появление характерного для данной стадии деформации типа ДСС происходит на предыдущей стадии и по мере нарастания степени деформации доля этого типа ДСС увеличивается. При наступлении рассматриваемой стадии их доля наибольшая, а при переходе к следующей стадии наблюдается ее постепенное уменьшение вплоть до исчезновения. В случае упорядоченных сплавов типы дислокационной субструктуры – основного носителя деформации для данной стадии – отличаются от типов ДСС, реализующихся в неупорядоченных сплавах на той же стадии деформации.

Таким образом, в области перехода от одной стадии деформации к другой система находится в слабоустойчивом состоянии, при этом управляющим параметром является степень деформации.

На основе анализа полученных данных по эволюции дислокационных субструктур в зависимости от степени деформации в разупорядоченных и упорядоченных сплавах Pd₃Fe построена схема перестройки ДСС при переходе от стадии к стадии. Показано, что каждой стадии деформации отвечают свои ДСС – носители деформации. При переходе к новой стадии происходит переход к новым структурным носителям деформации, при котором эти носители сосуществуют, что является характерной чертой слабоустойчивых состояний системы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Конева Н.А., Тришкина Л.И., Потекаев А.И., Козлов Э.В. Структурно-фазовые превращения в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термосиловом воздействии / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2015. – 344 с.
2. Конева Н.А., Потекаев А.И., Тришкина Л.И. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2020. – Т. 63. – № 5. – С. 58–63.
3. Потекаев А.И., Клопотов А.А., Козлов Э.В., Кулагина В.В. Слабоустойчивые предпереходные структуры в никелиде титана / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2004. – 296 с.
4. Конева Н.А., Козлов Э.В. // Структурные уровни пластической деформации и разрушения / под ред. В.Е. Панина. – Новосибирск: Наука, 1990. – С. 123–186.
5. Попов Л.Е., Конева Н.А., Терешко И.В. Деформационное упрочнение упорядоченных сплавов. – М.: Металлургия, 1979. – 256 с.
6. Клопотов А.А., Потекаев А.И., Клопотов В.Д. и др. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2011. – Т. 8. – № 1. – С. 28–34.
7. Потекаев А.И., Дмитриев С.В., Кулагина В.В. и др. Слабоустойчивые длиннопериодические структуры в металлических системах / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2010. – 308 с.
8. Потекаев А.И., Старенченко В.А., Кулагина В.В. и др. Слабоустойчивые состояния металлических систем / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2012. – 272 с.
9. Потекаев А.И., Старостенков М.Д., Кулагина В.В. Влияние точечных и планарных дефектов на структурно-фазовые превращения в предпереходной слабоустойчивой области металлических систем / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2014. – 488 с.
10. Potekaev A.I., Naumov I.I., Kulagina V.V., et al. Low-stability Metallic-based Nanostructures / execut. ed. A.I. Potekaev. – Tomsk: Scientific Technology Publishing House, 2018. – 236 p.
11. Потекаев А.И., Глезер А.М., Кулагина В.В. и др. Структура и свойства интерметаллидов в предпереходных слабоустойчивых состояниях / под общ. ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2019. – 292 с.
12. Потекаев А.И., Чаплыгина А.А., Чаплыгин П.А. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2019. – Т. 62. – № 1. – С. 104–111.
13. Потекаев А.И., Чаплыгина А.А., Чаплыгин П.А. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2019. – Т. 62. – № 2. – С. 123–132.
14. Потекаев А.И., Чаплыгина А.А., Чаплыгин П.А. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2019. – Т. 62. – № 3. – С. 117–123.
15. Конева Н.А., Козлов Э.В., Попов Л.Е. и др. // ФММ. – 1973. – Т. 35. – Вып. 5. – С. 1075–1083.
16. Конева Н.А., Попов Л.Е., Есипенко В.Ф. и др. // ФММ. – 1975. – Т. 41. – Вып. 6. – С. 185–189.
17. Конева Н.А., Петров Г.А., Козлов Э.В., Попов Л.Е. // ФММ. – 1976. – Т. 42. – Вып. 3. – С. 624–630.

18. Старенченко В.А., Соловьева Ю.В., Старенченко С.В., Ковалевская Т.А. Термическое и деформационное упрочнение монокристаллов со сверхструктурой $L1_2$. – Томск: Изд-во НТЛ, 2006. – 290 с.
19. Абзаев Ю.А., Тришкина Л.И., Конева Н.А., Клопотов А.А. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2011. – Т. 8. – № 1. – С. 36–45.
20. Katano S., Izumi M., and Noda Y. // J. Phys. F., Met. Phys. – 1988. – V. 18. – No. 10. – P. 2195.
21. Глезер А.М., Молотилев Б.В. Упорядочение и деформация сплавов железа. – М.: Металлургия, 1984. – 168 с.

Поступила в редакцию 07.10.2020.

¹ Томский государственный архитектурно-строительный университет,

г. Томск, Россия

² Национальный исследовательский Томский государственный университет,

г. Томск, Россия

³ Сибирский государственный медицинский университет, г. Томск, Россия

⁴ Бийский технологический институт (филиал)

Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова,

г. Барнаул, Россия

Тришкина Людмила Ильинична, д.ф.-м.н., профессор ТГАСУ, e-mail: trishkina.53@mail.ru;

Потехаев Александр Иванович, д.ф.-м.н., профессор, профессор НИ ТГУ, e-mail: potekaev@spti.tsu.ru;

Клопотов Анатолий Анатольевич, д.ф.-м.н., профессор, профессор ТГАСУ, e-mail: klopotovaa@tsuab.ru;

Черкасова Татьяна Викторовна, к.ф.-м.н., доцент ТГАСУ, e-mail: cherkasova_tv@mail.ru;

Кулагина Валентина Васильевна, к.ф.-м.н., доцент СибГМУ, e-mail: kulagina.vv@mail.ru;

Медведев Николай Николаевич, д.ф.-м.н., доцент БТИ АлтГТУ, e-mail: nn77@yandex.ru.