

Неустойчивая пластическая деформация ультрамелкозернистой меди при температуре 0,5 К

Н.В. Исаев¹, Т.В. Григорова¹, С.Э. Шумилин¹, С.С. Полищук², А.А. Давиденко³

¹*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Науки, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: isaev@ilt.kharkov.ua*

²*Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины
бульвар Академика Вернадского, 36, г. Киев, 03680, Украина*

³*Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
пр. Науки, 46, г. Киев, 03028, Украина*

Статья поступила в редакцию 14 мая 2017 г., опубликована онлайн 25 октября 2017 г.

Изучена связь между скоростью деформационного упрочнения и неустойчивостью течения поликристаллов Cu–OF при их растяжении с постоянной скоростью в атмосфере жидкого ³He. Микроструктура ультрамелкозернистых поликристаллов, полученных методом равноканальной угловой гидроксужузии, варьировалась путем отжига при температурах отдыха и рекристаллизации и контролировалась методом рентгеновской дифрактометрии. Показано, что неустойчивость течения в виде макроскопических скачков напряжения на кривой растяжения проявляется при пороговом напряжении, достаточном для активации динамического возврата, в результате которого коэффициент деформационного упрочнения уменьшается. Обсуждается влияние размера зерна и исходной плотности дислокаций на эволюцию дислокационной структуры, которая определяет масштаб и статистику неустойчивого течения изученных поликристаллов при низкой температуре.

Вивчено зв'язок між швидкістю деформаційного зміцнення та нестійкістю плину полікристалів Cu–OF при розтяганні з постійною швидкістю в атмосфері рідкого ³He. Микроструктура ультрадрібнозернистих полікристалів, отриманих методом рівноканальної кутової гідроексужузії, варіювалася шляхом відпалу при температурах відпочинку й рекристалізації та контролювалася методом рентгенівської дифрактометрії. Показано, що нестійкість плину у вигляді макроскопічних стрибків напруження на кривій розтягання проявляється при граничному напруженні, достатньому для активації динамічного повернення, у результаті якого коефіцієнт деформаційного зміцнення зменшується. Обговорюється вплив розміру зерна та вихідної щільності дислокацій на еволюцію дислокаційної структури, яка визначає масштаб та статистику нестійкого плину вивчених полікристалів при низькій температурі.

PACS: 62.20.F– Деформация и пластичность;
62.20.–x Механические свойства твердых тел.

Ключевые слова: деформационное упрочнение, неустойчивое течение, низкие температуры, поликристаллы меди.

1. Введение

Неустойчивый характер пластической деформации в настоящее время рассматривается как универсальное свойство твердых тел, способное проявляться в широком интервале температур [1]. В кристаллических материалах оно обусловлено гетерогенным размножением и согласованным в пространстве и времени коллективным

(лавинообразным) движением дислокаций под действием приложенного напряжения, которое приводит к локальному сдвигу решетки [2]. В зависимости от масштаба и скорости этих процессов в разных условиях эксперимента [3–7] неустойчивость пластической деформации кристалла проявляется в виде импульсов акустической эмиссии, электрического потенциала и температуры, а также повторяющихся скачков (спадов)

деформирующего напряжения, если скорость пластической деформации значительно превышает заданную. Результаты моделирования показали, что движение отдельных сегментов взаимодействующих дислокаций представляет собой синхронизированное событие, а не движение фронта одиночных дислокаций [8], а площади, заемаемые лавинами дислокаций при скачке напряжения, не обязательно являются смежными.

Общим свойством дислокационных лавин в кристалле является их фрактальный характер [1,2], поэтому статистика акустических, электрических импульсов и в ряде случаев скачков деформирующего напряжения [6,7,9] часто подчиняется степенному закону распределения, характерному для динамических систем в состоянии «самоорганизованной критичности» [10]. Изменение сил связи между элементами интерактивной системы, проявление их инерционных свойств, а также процессы синхронизации могут приводить к нарушению степенного закона и появлению характерного (выделенного) пространственно-временного масштаба элементарных событий [11,12].

При криогенных температурах неустойчивая (скачкообразная) деформация впервые наблюдалась в экспериментах по растяжению ГЦК монокристаллов меди и алюминия [13,14]. В дальнейшем это явление оказалось достаточно общим для целого ряда металлов и сплавов с другой кристаллической решеткой, моно- и поликристаллов, деформируемых при гелиевых температурах, хотя его характеристики зависели от материала и условий эксперимента, прежде всего, температуры и скорости деформации [15]. Так, при деформации монокристаллов меди и ее сплавов скачки нагрузки следовали один за другим в определенном температурно-скоростном интервале, а их амплитуда увеличивалась с деформацией при скольжении дислокаций и практически не изменялась при деформационном двойниковании [16]. В поликристаллах алюминия и его сплавов отдельные скачки, как правило, разделяли участки «плавной» деформации, амплитуда скачков зависела от размера зерна [17], а их статистика — от микроструктуры и электронного состояния образца [9,18–21]. Как и при повышенных температурах, скачки напряжения сопровождалась импульсами акустической эмиссии [18], электрического потенциала и температуры [19,20]. В обзоре [22] результатов экспериментальных и теоретических исследований низкотемпературной неустойчивости пластической деформации было показано, что для адекватного описания этого явления в рамках представлений о гетерогенном размножении и лавинообразном движении дислокаций требуется учитывать катастрофический локальный разогрев деформируемого образца вследствие низких значений его теплофизических констант вблизи абсолютного нуля температур.

Явление неустойчивости пластической деформации в результате перемещения критического числа тесно

связанных сегментов дислокаций (дислокационных лавин) вследствие их открепления или разрушения (коллапсе) барьеров под действием внешнего напряжения и тепловых флуктуаций тесно связано с явлением деформационного упрочнения. Согласно модели [23], деформационное упрочнение ГЦК кристаллов на стадии множественного скольжения связано с образованием плоских скоплений дислокаций вблизи сидячих барьеров Ломера–Коттрелла (ЛК). Разрушение барьера ЛК под действием высокого напряжения в голове скопления приводит к зарождению элементарной лавины дислокаций, которая за счет дальнедействующих взаимодействий может спровоцировать цепную реакцию в виде согласованного лавинообразного движения большого числа дислокаций. Одним из условий такой реакции является критическая плотность или мощность барьеров ЛК [24], а масштаб локального сдвига решетки определяет уровень освобожденной энергии, которую можно оценить по импульсам акустической эмиссии и электрического потенциала [1,18]. При этом скачок напряжения, который сопровождается акустической эмиссией, и следующий за ним рост температуры поверхности образца рассматриваются как интегральные характеристики неустойчивой пластической деформации.

Низкотемпературное деформационное упрочнение и неустойчивость пластической деформации ранее изучались авторами в [9,21,25], где на примере сплава Al–Li обсуждалась связь этих явлений с размером зерна и электронным состоянием поликристалла. Масштаб и статистика неустойчивости зависят от исходной микроструктуры поликристалла. Цель настоящей работы — изучение связи между скоростью деформационного упрочнения и масштабом неустойчивости при низкотемпературной пластической деформации поликристаллов бескислородной меди с различной микроструктурой.

2. Методика

В работе исследовались поликристаллы бескислородной меди Cu–OF чистотой 99,98%, приготовленные из цилиндрических заготовок, которые отжигали в вакууме при температуре 873 К и деформировали при комнатной температуре методом равноканальной угловой гидроэкструзии (УГЭ). Начальный диаметр заготовок составлял 13 мм и практически не изменялся после четырех проходов по маршруту V_c в равноканальной матрице с углом между каналами 90°. Суммарная накопленная деформация ϵ_{Σ} составляла ~ 4,6. Технические детали интенсивной пластической деформации заготовок методом УГЭ описаны в [26].

Из полученных заготовок с помощью электроискровой резки и специального штампа вырезали плоские образцы в виде двойной лопатки длиной 30 мм и разме-

рами рабочей части 15×3×0,5 мм после полировки и травления поверхности (далее по тексту — образцы А). В работе [27] было показано, что приготовленные таким образом образцы сохраняют микроструктуру заготовки. По данным метода EBSD, образец А имеет характерную для ультрамелкозернистого (УМЗ) поликристалла высокую долю большеугловых границ, слегка вытянутых вдоль направления экструзии. Среднее расстояние между границами в поперечном направлении (размер зерна) $d \sim 0,5$ мкм.

Для изменения микроструктуры часть образцов А отжигали в одном из двух режимов: при температуре 150 °С в течение 1,5 ч в вакууме (далее в тексте — образцы В) или при 600 °С в течение 1 ч в атмосфере аргона (образцы С). При отжиге поликристаллов меди, полученных методами интенсивной пластической деформации, в первом режиме, как правило, активируются только процессы отдыха [28]. Контрольные измерения показали близкие значения микротвердости образцов А и В в пределах (1300 ± 100) МПа. Второй, высокотемпературный режим отжига соответствует собирательной рекристаллизации и сопровождается ростом зерна [29]. По оценкам данных оптической микроскопии методом секущих, средний размер зерна (по ~300 зернам) в образце С увеличивается почти на два порядка по сравнению с А и В и составляет $(\sim 40 \pm 20)$ мкм.

Образцы А, В, С деформировали путем квазистатического растяжения с постоянной скоростью штока, которая соответствовала начальной скорости деформации $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в деформационной машине с криостатом для жидкого ^3He . Образцы находились в атмосфере жидкого ^3He при постоянной температуре $(0,5 \pm 0,02)$ К, которую контролировали термометром сопротивления на поверхности образца и поддерживали регулировкой откачки паров над жидкостью с помощью адсорбционного насоса. Детали эксперимента и технические характеристики установки для деформирования материалов при сверхнизких температурах до $(0,44 \pm 0,6)$ К описаны в [30]. Чувствительность регистрации нагрузки по сигналу тензодатчика соответствовала чувствительности по деформирующему напряжению $\pm 0,25$ МПа. Кривые растяжения образца рассчитывали в истинных координатах «напряжение σ – деформация ϵ » с учетом изменения его поперечного сечения. Инструментальные возможности позволяли достоверно регистрировать скачок нагрузки, который соответствовал скачку напряжения $\Delta\sigma \geq 0,25$ МПа.

Микроструктуру образцов А, В, С изучали путем анализа уширения профилей рентгеновских пиков. Исследования выполнялись на многофункциональном дифрактометре EMPYREAN в излучении медного анода. Для определения ширины инструментального профиля использовался эталон LaB₆. Анализ физического уширения профилей рентгеновских пиков и определение параметров микроструктуры поликристаллов про-

водили методом аппроксимации с помощью функции Фойгта [31].

Анализировали влияние размера зерна и плотности дислокаций на параметры кривых растяжения, среднюю амплитуду и статистику скачков деформирующего напряжения в поликристаллах меди.

3. Результаты эксперимента

3.1. Микроструктура

Классические зависимости интегральной ширины физических профилей рефлексов $\Delta K = \beta \cos \theta / \lambda$, где β — интегральная ширина физического профиля, θ — угол дифракции, λ — длина волны излучения, от величины дифракционного вектора $K = 2S \sin \theta / \lambda$ (зависимости Вильямсона–Холла) для образцов А, В и С иллюстрирует рис. 1(а).

Видно, что наклон линейной аппроксимации данных для образца С меньше, чем для А и В, что соответствует меньшей концентрации дефектов, вызывающих искажения решетки. Однако с ростом порядка рефлексов hkl физическое уширение линий изменяется немонотонно (особенно для образцов А и В), что указывает на высокую анизотропию искажений решетки, как правило, связанную с наличием большого числа дислокаций [32]. В этом случае значительный разброс данных затрудняет эффективное использование классического метода Вильямсона–Холла для оценки микроискажений решетки и размера кристаллитов.

В предположении, что вклад дислокаций является основным, дифракционные данные были проанализированы с помощью дислокационной модели, предложенной в [33,34]. Модель позволяет рассчитать дислокационный контраст при различных ориентациях векторов Бюргерса, линейных векторов дислокаций и дифракционного вектора и предусматривает замену дифракционного вектора K в классическом методе Вильямсона–Холла на $KC^{1/2}$. Такая замена делает зависимости полуширины или интегральной ширины физического профиля более монотонными. Согласно модели [33]:

$$\Delta K = 1/D + \alpha'(KC^{1/2}) + O(KC^{1/2})^2, \quad (1)$$

где D — средний размер области когерентного рассеяния; α' — константа, зависящая от эффективного радиуса обрезания дислокаций, вектора Бюргерса и плотности дислокаций; O — константа, зависящая от эффективного радиуса обрезания дислокаций; \bar{C} — средний фактор дислокационного контраста, который может быть рассчитан с помощью следующей формулы:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (2)$$

где \bar{C}_{h00} — средний фактор дислокационного контраста для $h00$ рефлекса, q — параметр, зависящий от типа дис-

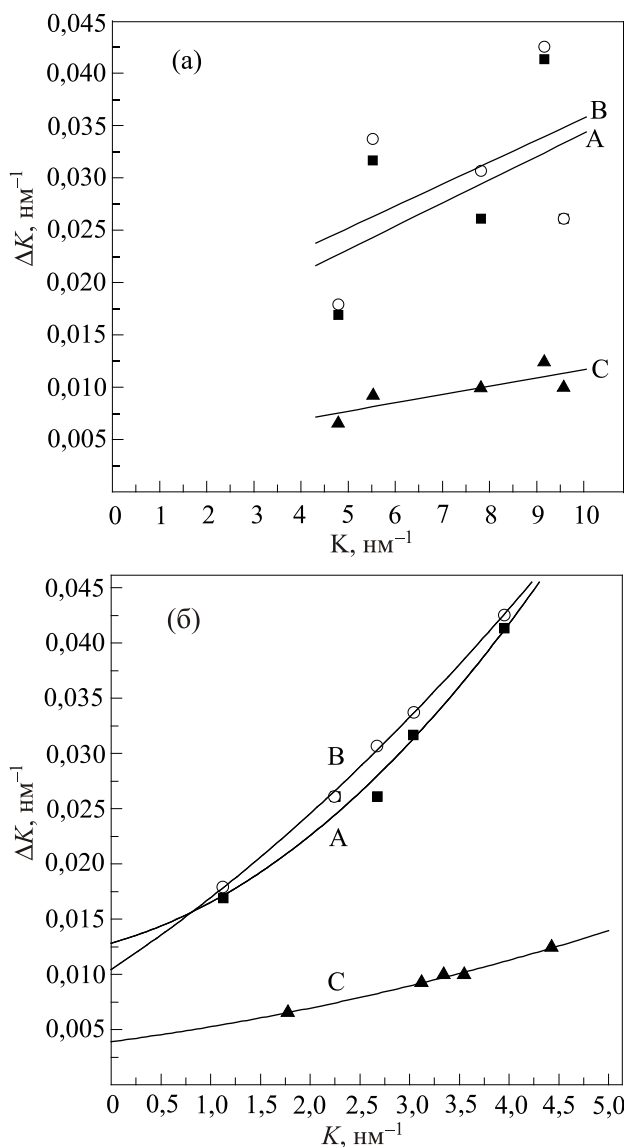


Рис. 1. Классические (а) и модифицированные (б) зависимости интегральной ширины ΔK физического профиля рефлексов от величины дифракционного вектора K (или $KC^{1/2}$) для А, В, С поликристаллов Cu–OF.

локаций и упругих постоянных данного материала, $H^2 = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$. В работе [34] параметры q были рассчитаны для наиболее распространенной в ГЦК решетке системы скольжения дислокаций $\{111\}\langle 110 \rangle$ с вектором Бюргерса $b = a/2\langle 110 \rangle$ при сле-

дующих упругих постоянных для меди: $c_{11} = 166,1$ ГПа, $c_{12} = 119,9$ ГПа, $c_{44} = 75,6$ ГПа. Полученные значения q для чисто винтовой и чисто краевой дислокаций в рассматриваемой системе скольжения составили 2,39 и 1,69 соответственно.

Параметры q для образцов А, В, С, рассчитанные по методике [34] из анализа линейной регрессии зависимостей $[(\Delta K)^2 - \alpha]/K^2$ от H^2 , где $\alpha = 1/D$, приведены в табл. 1. (Пересечение линейной регрессии с осью H^2 дает величину $1/q$.) Видно, что значения q для УМЗ образцов А и В соответствуют преимущественно винтовым дислокациям, а для крупнозернистого (КЗ) образца С — преимущественно краевым дислокациям. Влияние микроструктуры УМЗ меди на параметр q ранее отмечалось в [35], однако этот эффект остается неясным и в нашем случае может быть связан с инструментальной погрешностью.

Модифицированные зависимости Вильямсона–Холла для исследованных образцов представлены на рис. 1(б). Видно, что эти зависимости имеют более монотонный вид, чем классические (рис. 1(а)). Это позволяет точнее оценить усредненный по объему размер области когерентного рассеяния $\langle D \rangle_V$ по пересечению аппроксимирующих кривых с осью ординат. Результаты оценки $\langle D \rangle_V$ для УМЗ поликристаллов А и В представлены в табл. 1. Из-за погрешности, связанной с инструментальными ограничениями, оценка для КЗ образца С приводится для сравнения.

При количественной оценке плотности дислокаций был использован модифицированный метод Уоррена–Авербаха [33], предусматривающий, что

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \rho BL^2 \ln(R_e/L)(K^2 \bar{C}) + Q(K^4 \bar{C}^2), \quad (3)$$

где $A(L)$ — реальная часть коэффициентов Фурье, $A^S(L)$ — величина, зависящая только от размерного фактора; ρ — плотность дислокаций; $B = \pi b^2/2$; b — длина вектора Бюргерса дислокаций; $L = na_3$ — длина одной из колонн ячеек вдоль направления координатной оси a_3 , где $a_3 = \lambda/2(\sin\Theta_2 - \sin\Theta_1)$; $\Theta_2 - \Theta_1$ — угловой ряд измеряемого дифракционного профиля; R_e — эффективный радиус обрезания дислокаций; Q — коэффициент, связанный с двухчастичными корреляциями в дислокационном ансамбле.

Модифицированные зависимости Уоррена–Авербаха $\ln A(L)$, примеры которых для образца В представлены

Таблица 1. Основные параметры микроструктуры поликристаллов Cu–OF

| Параметр/образец | А | В | С |
|--|----------|------|------------------|
| Средний размер зерна, поперечное сечение: d , мкм | 0,5 [27] | – | $\sim 40 \pm 20$ |
| Размер области когерентного рассеяния, $\langle D \rangle_V$, нм | 80 | 95 | > 250 |
| Параметр q | 2,36 | 2,38 | 1,7 |
| Средняя плотность дислокаций, ρ_0 , 10^{15} , м $^{-2}$ | 1,10 | 0,9 | $< 0,01$ [36] |
| Среднеквадратичная микродеформация, $\langle \epsilon_{(D)/2}^2 \rangle^{1/2}$, 10^{-4} | 7.1 | 6.1 | $< 1,0$ |

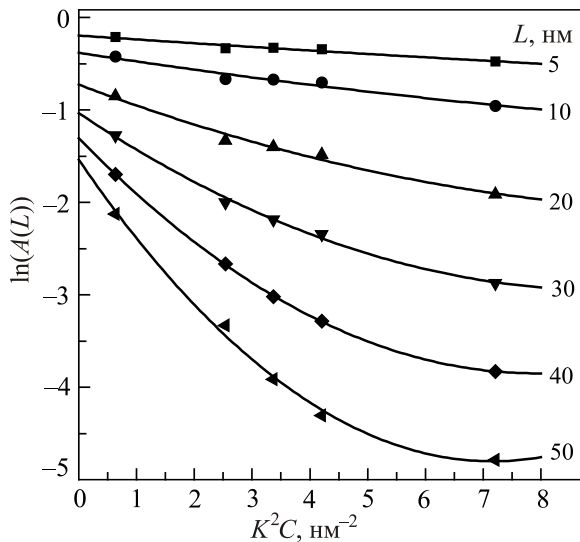


Рис. 2. Модифицированные зависимости Уоррена–Авербаха (при различных L) для физических профилей дифракционных рефлексов от образца В.

на рис. 2, аппроксимировали параболой вида $a_i + b_i K^2 C + c_i K^4 C^2$ для каждого значения величины L .

Плотность дислокаций оценивали из линейной регрессии и наклона зависимости b_i/L_i^2 от $\ln(L_i)$. Результаты оценки для УМЗ образцов А и В приведены в табл. 1. Для КЗ образца С в таблице приведена плотность дислокаций, характерная для гомогенизированной меди [36].

Для оценки среднеквадратичной микродеформации $\langle \epsilon_{(D)/2}^2 \rangle^{1/2}$ в образцах А, В, С использовали соотношение

$$\langle \epsilon_L^2 \rangle = \frac{1}{K^2} \frac{\beta_{GD}^2}{2\pi} - \frac{\beta_{CD}}{\pi^2} \frac{1}{L}, \quad (4)$$

где β_{CD} и β_{GD} — компоненты дисперсности Коши и гауссовой составляющих интегральной ширины физического профиля. Результаты оценки $\langle \epsilon_{(D)/2}^2 \rangle^{1/2}$ также приведены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, микроструктура образцов А характеризуется минимальным размером ОКР и максимальной микродеформацией, что соответствует высокой плотности дислокаций, накопленных в результате 4 проходов УГЭ при комнатной температуре. Отжиг при 150 °С (образец В) приводит к увеличению ОКР и уменьшению микроискажений вследствие уменьшения плотности дислокаций приблизительно на 13% по сравнению с образцом А. Вместе с тем указанные в табл. 1 значения параметров микроструктуры А и В остаются характерными для УМЗ поликристаллов меди, полученных путем ИПД [37].

Дополнительные исследования текстуры образцов А и В путем анализа полюсных фигур показали, что в обоих случаях распределение полюсных плотностей

близко к ориентировкам простого сдвига при УГЭ. Отжиг при 150 °С приводит лишь к небольшому уменьшению максимумов полюсной плотности, что свидетельствует об уменьшении остроты текстуры.

Микроструктура образца С типична для рекристаллизованной меди после высокотемпературного отжига [36]: зерно увеличивается, а плотность дислокаций уменьшается почти на два порядка по сравнению с образцами А и В.

3.2. Пластическая деформация

Кривые растяжения поликристаллов Cu–OF типа А, В и С при постоянной скорости штока и минимальной температуре окружающей среды ~ 0,52 К представлены на рис. 3.

Постоянная температура поддерживалась за счет регулировки скорости откачки паров над поверхностью жидкого ^3He . Кривые на рис. 3 свидетельствуют о высокой прочности и пластичности поликристаллов Cu–OF по сравнению с данными при повышенных температурах [27]. В то же время при $T = 0,52$ К общие закономерности сохраняются: чем мельче зерно (d) и выше исходная плотность дислокаций ρ_0 , тем выше предел текучести σ_0 и меньше коэффициент деформационного упрочнения $\theta(\epsilon) \equiv d\sigma/d\epsilon$, а следовательно, и резерв пластичности. Так, для образцов А и В напряжения σ_0 составляют $(\sim 466 \pm 20)$ и $(\sim 418 \pm 20)$ МПа соответственно, что, с учетом $\sigma_0 \sim \rho_0^{1/2}$ [38], удовлетворительно объясняется уменьшением ρ_0 в результате отжига при 150 °С (см. табл. 1). Увеличение d почти на два порядка (после

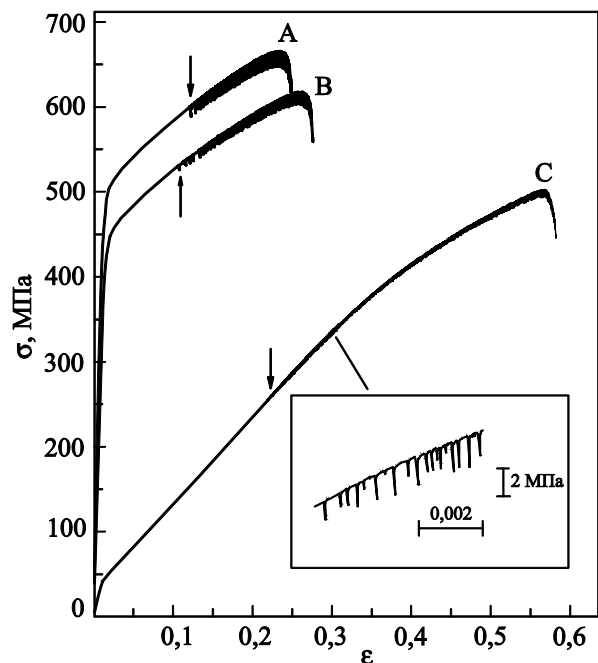


Рис. 3. Кривые растяжения σ – ϵ в истинных координатах для поликристаллов Cu–OF типа А, В и С. $T = 0,52$ К, $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ с $^{-1}$. Стрелками показаны пороговые деформации ϵ_c (см. текст).

отжига при 600 °С), в соответствии с соотношением Холла–Петча [39], приводит к уменьшению σ_0 образца С приблизительно на порядок по сравнению с А и В.

При некоторой пороговой деформации ϵ_c на макроскопически плавных кривых σ – ϵ наблюдаются скачки (спады) напряжения, амплитуда которых $\Delta\sigma$ увеличивается с деформацией в интервале 0,5–20 МПа (рис. 3). Дальнейший анализ показал, что величина ϵ_c зависит от микроструктуры, а средняя амплитуда $\overline{\Delta\sigma}$ (по пяти соседним скачкам) увеличивается с деформацией почти по линейному закону с углом наклона, который также зависит от микроструктуры (см. вставки на рис. 4).

Важно отметить, что из-за разной пластичности образцов А, В и С полное число скачков напряжения N , регистрируемых на кривых σ – ϵ , отличается более чем на порядок, однако во всех случаях при температуре 0,5 К число N в несколько раз больше, чем, например, при 4,2 К. Большой объем выборки при сверхнизкой температуре позволяет сравнить статистику неустойчивой пластической деформации в изученных поликристаллах.

Гистограммы нормированных скачков $s = \Delta\sigma/\overline{\Delta\sigma}(\epsilon)$ представлены на рис. 4.

Нормировка учитывает линейную регрессию $\Delta\sigma$ на ось ϵ для корректного сравнения образцов А, В и С. Данные на рис. 4 удовлетворительно описываются нормальными распределениями и отличаются дисперсией, которая зависит от микроструктуры и частично от нормировки, так как коэффициент регрессии $\overline{\Delta\sigma}(\epsilon)$ для образцов А и В больше, чем для С (см. вставки на рис. 4). Наиболее вероятные значения ненормированной амплитуды $\Delta\sigma_m$ для образцов А, В, С, приведенные на рис. 4 (при $s = 1$), составляют 15, 9 и 3 МПа соответственно.

4. Обсуждение

Макроскопическая неустойчивость пластической деформации исследованных образцов возникает и развивается в процессе их деформационного упрочнения, поэтому представляет интерес сравнить характеристики этих явлений, которые определяются исходной микроструктурой и кинетикой накопления дефектов при низкотемпературном растяжении. Будем считать, что связь между напряжением течения σ и плотностью дислокаций ρ описывается выражением [38]

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha\mu t b \rho^{1/2}, \quad (5)$$

где α — константа взаимодействия дислокаций, μ — модуль сдвига, t — ориентационный фактор для поликристалла, b — длина вектора Бюргерса, σ_0 — напряжение трения при взаимодействии дислокаций с препятствиями недислокационной природы. Далее воспользуемся моделью [40], в которой (5) имеет вид

$$(\sigma - \sigma_0)\theta = (1/2)(\alpha\mu t b)^2 d\rho/d\epsilon. \quad (6)$$

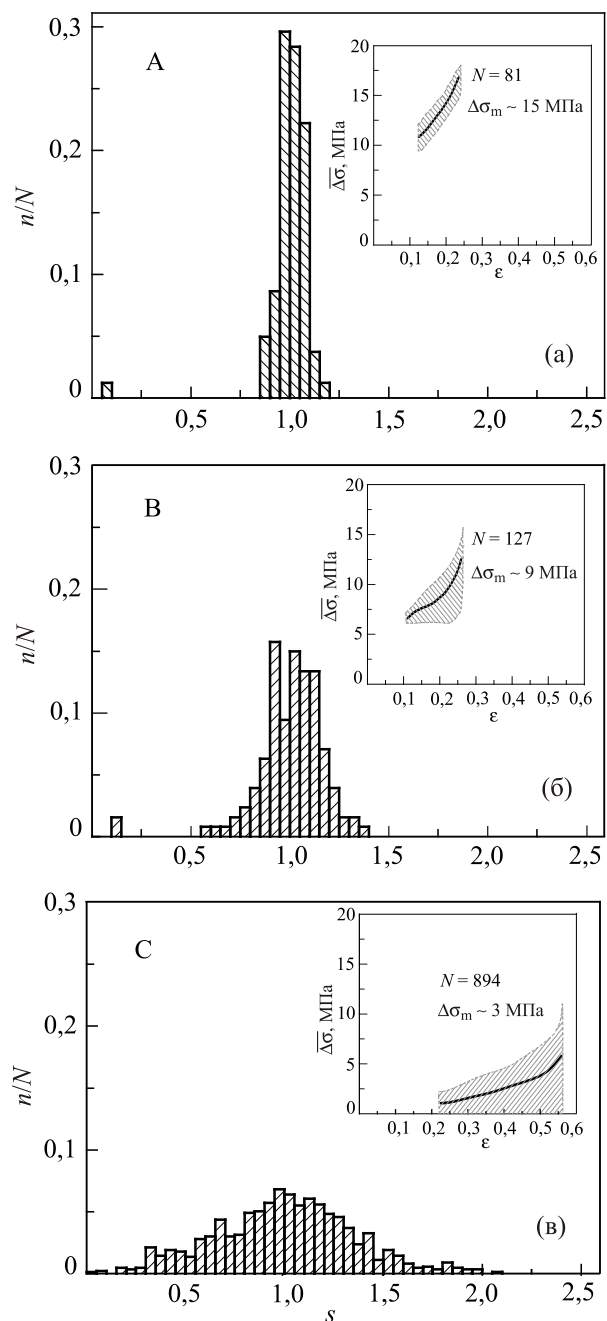


Рис. 4. Распределения амплитуд скачков напряжения $s = \Delta\sigma/\overline{\Delta\sigma}(\epsilon)$ для поликристаллов Cu–OF типа А (а), В (б), С (в). n — число событий соответствующего масштаба. На вставках: области амплитуд $\Delta\sigma$ (заштрихованы) и зависимости $\overline{\Delta\sigma}$ от ϵ .

Предположим, что изменение плотности дислокаций с деформацией растяжения контролируется тремя основными процессами: размножением на локальных препятствиях исходной микроструктуры; размножением на дислокациях леса; аннигиляцией дислокаций. В этом случае уравнение эволюции полной плотности дислокаций имеет вид [40,41]

$$d\rho/d\epsilon = k_0 + k_f \rho^{1/2} - k_a \rho, \quad (7)$$

где коэффициенты k_0 и k_f определяют скорость размножения дислокаций на препятствиях исходной («недислокационной») природы и дислокациях леса соответственно, k_a — скорость термически активированных процессов аннигиляции дислокаций. Тогда с учетом (5) и (7) соотношение (6) принимает вид параболы [42]

$$(\sigma - \sigma_0)\theta = (1/2)m^3(\alpha\mu b)^2 \times \left[k_0 + k_f(\sigma - \sigma_0)/m\alpha\mu b - k_a(\sigma - \sigma_0)^2/(m\alpha\mu b)^2 \right] \quad (8)$$

с координатами максимума

$$(\sigma - \sigma_0)_m = m\alpha\mu b(k_f/2k_a),$$

$$[(\sigma - \sigma_0)\theta]_m = m^3(\alpha\mu b)^2(k_0 + k_f^2/4k_a).$$

Кривые растяжения образцов А, В и С в координатах, соответствующих (8), иллюстрирует рис. 5.

Линейный участок кривой С, $\theta = \text{const}$, соответствует случаю сравнительно низкой скорости размножения дислокаций ($k_0 \sim 1/d$) при взаимодействии с границами крупных зерен $d \approx 40$ мкм, а также низкой скорости динамического возврата (k_a) при температуре деформации 0,5 К. В этом случае первое и третье слагаемые в (8) малы и коэффициент $\theta = \text{const}$ определяется накоплением дислокаций вследствие взаимодействия с дислокациями леса (k_f), когда при не слишком больших деформациях средняя длина свободного пробега пропорциональна среднему расстоянию между дислокациями, $\Lambda \sim \rho^{-1/2}$, т.е. соблюдается принцип подобия (similitude) [40]. С ростом $(\sigma - \sigma_0)$ вследствие увеличения ρ и σ роль динамического возврата усиливается, и условие $\Lambda \sim \rho^{-1/2}$ нарушается: при некотором пороговом $(\sigma - \sigma_0)_c$, определяемом пороговой плотностью ρ_c , линейный участок кривой С переходит в параболический (стрелка на рис. 5).

Кривые $(\sigma - \sigma_0)\theta$ от $(\sigma - \sigma_0)$ для образцов А и В отличаются от С коротким линейным участком с меньшим наклоном (рис. 5). В УМЗ образцах А и В, полученных путем УГЭ, это объясняется значительным ускорением динамического возврата (третье слагаемое в (8)) под действием больших деформирующих напряжений, обусловленных высокой исходной плотностью дислокаций и границ зерен [41,42]. Результаты эксперимента указывают на то, что даже при сверхнизкой температуре 0,5 К этих условий достаточно для активации динамического возврата и нарушения принципа подобия уже при малых деформациях растяжения.

Из сравнения данных, приведенных на рис. 3 и 5 для образцов А и С, следует, что чем больше пороговое напряжение $(\sigma - \sigma_0)_c$ (стрелки на рис. 5), тем больше пороговая деформация ϵ_c (стрелки на рис. 3), при которой регистрируются первые макроскопические скачки напряжения $\Delta\sigma \geq 0,5$ МПа. Кроме того, чем меньше коэффициент θ , тем больше амплитуда скачка $\Delta\sigma_a$ при

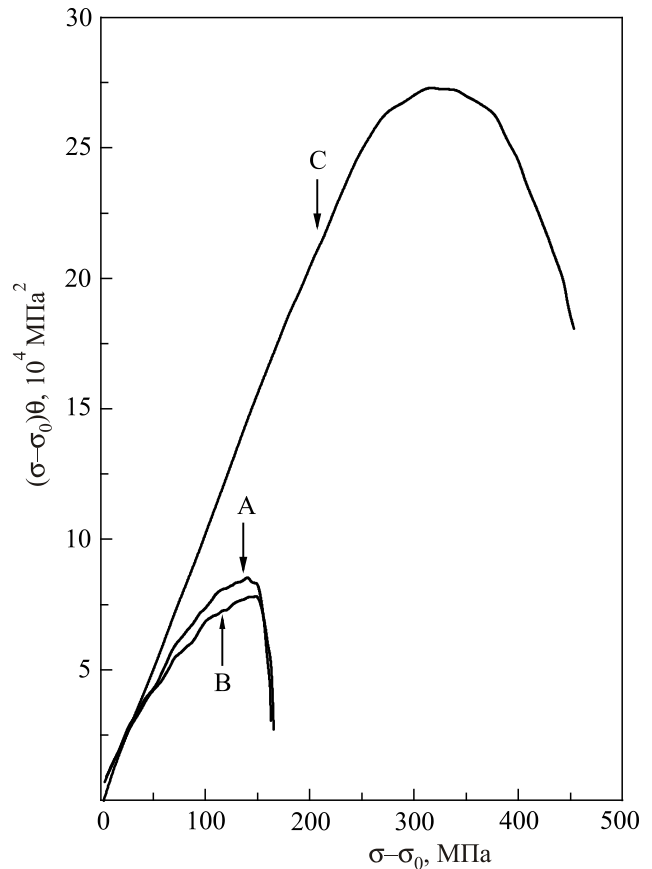


Рис. 5. Кривые растяжения образцов А, В и С в координатах, соответствующих (8). Стрелками показаны пороговые напряжения $(\sigma - \sigma_0)_c$ (см. текст).

заданной деформации, и чем слабее зависимость $\theta(\epsilon)$, тем сильнее регрессия $\Delta\sigma$ на ось ϵ (см. рис. 4). С учетом (6) и (8) это означает, что одним из условий возникновения и развития макроскопической неустойчивости является пороговая плотность дислокаций, которая определяется исходной микроструктурой, а также условиями размножения дислокаций при низкотемпературном растяжении.

Следует отметить, что макроскопически плавный участок кривой А при $\epsilon < \epsilon_c$ со сравнительно высоким для УМЗ поликристалла коэффициентом $\theta \approx 600$ МПа (рис. 3) указывает на то, что плотности дислокаций, предварительно запасенных в образце А после четырех проходов УГЭ при комнатной температуре, еще недостаточно для масштабного движения дислокационных лавин, которое при $T = 0,52$ К может вызывать скачки напряжения, соответствующие чувствительности эксперимента.

При анализе мы не учитывали, что вблизи 0 К теплофизические характеристики деформируемого кристалла малы, поэтому диссипация энергии при движении дислокаций сопровождается адиабатическим разогревом в полосе скольжения [22]. Несмотря на то что скачок напряжения предшествует скачку температуры

[24], локальный разогрев способен стимулировать термически активированные процессы динамического возврата и влиять на развитие неустойчивости тем сильнее, чем выше напряжение течения поликристалла. Качественно это согласуется с тем, что уменьшение коэффициента θ как вследствие активизации возврата (при напряжениях выше порогового, см. рис. 5), так и вследствие изменения микроструктуры (см. рис. 3) сопровождается ростом амплитуды неустойчивости, а слабой зависимостью $\theta(\epsilon)$ соответствует сильная регрессия $\Delta\sigma$ на ϵ . Однако чтобы установить количественное соотношение между локальным разогревом, интегральными параметрами кривой растяжения и масштабом неустойчивости пластической деформации, требуются дополнительные исследования.

Связь между неустойчивой пластической деформацией и деформационным упрочнением позволяет рассматривать неустойчивость в рамках классической модели плоских скоплений дислокаций [23] вблизи мощных барьеров, которыми в ГЦК поликристаллах служат сидячие дислокации Ломер–Коттрелла и границы зерен. Разрушения таких барьеров под действием больших напряжений в голове скопления приводит к образованию лавины дислокаций, которая за счет дальнедействующих полей напряжения может стать триггером локального сдвига соседних (не обязательно смежных) участков кристалла [1,8]. Движение отдельных лавин дислокаций генерирует импульсы акустической эмиссии [19] и электрического потенциала [20], амплитуда которых пропорциональна выделенной энергии, однако этого недостаточно для макроскопического скачка напряжения. По грубым оценкам, при $\Delta\sigma \sim 1$ МПа деформация объемного образца соответствует движению $\sim 10^4$ – 10^5 дислокаций. Поэтому скачок напряжения $\Delta\sigma$ рассматривается как результат коррелированного (синхронизированного) движения большого числа одиночных дислокационных лавин. Согласно модели [24], масштаб пространственно-временной корреляции дислокационных лавин в ГЦК металлах определяется плотностью и мощностью барьеров, способных удерживать плоские скопления дислокаций.

В рамках указанных выше представлений наиболее вероятная амплитуда скачка напряжения $\Delta\sigma_m$ соответствует характерному масштабу коллективной динамики дислокаций при сверхнизкой температуре 0,5 К, которая зависит от микроструктуры изученных поликристаллов Cu–OF (см. рис. 4). Естественно предположить, что плотность дислокаций пропорциональна плотности барьеров ЛК, которая с учетом данных в табл. 1 в УМЗ образце А выше, чем в В и С. С одной стороны, это ограничивает подвижность дислокаций и их размножение при низкотемпературной деформации (низкий коэффициент θ), подавляя коррелированное движение лавин тем эффективнее, чем меньше масштаб лавины. Это уменьшает вероятность мелких скачков напряжения. С

другой стороны, по этой же причине увеличиваются внутренние напряжения, а также плотность подвижных дислокаций, что способствует усилению корреляции дислокационных лавин и сопровождается увеличением моды $\Delta\sigma_m$ (см. рис. 4). Комбинированная роль деформационного упрочнения ранее привлекалась для объяснения статистики неустойчивости при повышенных температурах в [12]. В нашем случае отсутствие скачков малой амплитуды и большая мода $\Delta\sigma_m$ (см. рис. 4) в УМЗ меди согласуется с предположением [12] о влиянии напряжения и плотности дислокаций на статистику неустойчивой пластической деформации при низких температурах.

Увеличение характерного масштаба неустойчивости УМЗ поликристаллов Cu–OF по сравнению с КЗ при низкой температуре может быть связано с инерционными свойствами дислокаций [43], которые проявляются в условиях низкого фонного трения и высоких эффективных напряжений [44]. В теории динамических интерактивных систем [10], которая часто привлекается для обсуждения динамики дислокаций в деформируемом кристалле [1,2,7,9,12], инерционные свойства элементов способствуют синхронизации всей системы и появлению в ее статистике выделенного (наиболее вероятного) пространственно-временного масштаба элементарных событий [11,12]. Это качественно соответствует статистике неустойчивой пластической деформации всех поликристаллов меди при сверхнизкой температуре, изученных в настоящей работе. Наиболее отчетливо выделенный масштаб скачков наблюдается в случае УМЗ поликристаллов, где инерционные свойства дислокаций могут усиливаться под действием высокого деформирующего напряжения.

Таким образом, одним из условий появления и развития низкотемпературной неустойчивости пластической деформации изученных поликристаллов Cu–OF в виде макроскопических скачков напряжения является нарушение принципа подобия, т.е. пропорции между средней длиной свободного пробега дислокаций и обратным корнем квадратным из их средней плотности. Принцип подобия нарушается вследствие динамического возврата при некотором пороговом напряжении (деформации), которое при низких температурах определяется исходной микроструктурой, в частности плотностью дислокаций и границ зерен.

1. A.S. Argon, *Philos. Mag.* **93**, 3795 (2013).
2. Dennis M. Dimiduk, Chris Woodward, Richard LeSar, and Michael D. Uchic, *Science* **312**, 1188 (2006).
3. T. Richeton, J. Weiss, and F. Louchet, *Acta Mater.* **53**, 4463 (2005).
4. B. Obst and A. Nyilas, *Mater. Sci. Eng.* **137**, 141 (1991).
5. Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, *ФТТ* **50**, 815 (2008).
6. В.С. Бобров, М.А. Лебедин, *ФТТ* **35**, 1881 (1993).

7. M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, T.A. Lebedkina, and I.V. Shashkov, *Acta Mater.* **60**, 844 (2012).
8. M. Ovasca, L. Laurson, and M.J. Alava, *Sci. Rep.* **5**, 10580 (2015).
9. Т.В. Григорова, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **33**, 507 (2007) [*Low Temp. Phys.* **33**, 377 (2007)].
10. P. Bak, C. Tang, and K. Wiessenfeld, *Phys. Rev. Lett.* **59**, 381 (1987).
11. C.J. Pérez, A. Corral, A. Diaz-Guilera, K. Christensen, and A. Arenas, *Int. J. Mod. Phys. B* **10**, 1111 (1996).
12. N. P. Kobelev, M.A. Lebyodkin, and T.A. Lebedkina, *Met. Mat. Trans. A* **48A**, 965 (2017).
13. Т. Блюит, Р. Колтмен, Дж. Редман, *Деформация кристаллов меди при низкой температуре*, в кн.: *Дислокации и механические свойства кристаллов*, Изд.-во иностр. лит., Москва, **125** (1960), с. 123.
14. Z.S. Basinski, *Proc. Roy. Soc.* **240**, № 1221, 229 (1957).
15. S.N. Komnik and V.V. Demirski, *Crystal Res. Technol.* **19**, 863 (1984).
16. V.V. Demirski and S.N. Komnik, *Acta Metall.* **30**, 2227 (1982).
17. Д.А. Диденко, В.В. Пустовалов, *ФММ* **27**, 1097 (1969).
18. V.S. Bobrov, Y.Ya. Kravchenko, and M.A. Lebyodkin, *Mater. Sci. Eng.* **164**, 252 (1993).
19. В.С. Бобров, С.И. Зайцев, М.А. Лебедкин, *ФТТ* **32**, 3060 (1990).
20. В.С. Бобров, М.А. Лебедкин, *ФТТ* **31**, 120 (1989).
21. Н.В. Исаев, С.Э. Шумилин, П.А. Забродин, В.Г. Гейдаров, Т.В. Григорова, В.С. Фоменко, И.С. Брауде, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **39**, 818 (2013) [*Low Temp. Phys.* **39**, 633 (2013)].
22. В.В. Пустовалов, *ФНТ* **34**, 871 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 683 (2008)].
23. A. Seeger, *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*, Wiley, New York (1957).
24. B. Skoczen, J. Bielski, S. Sgobba, and D. Marcinek, *Int. J. Plasticity* **26**, 1659 (2010).
25. S.E. Shumilin, N.V. Isaev, P.A. Zabrodin, V.S. Fomenko, T.V. Grigorova, and V.G. Geidarov, *Acta Phys. Polonica A* **128**, 536 (2015).
26. V. Spuskanyuk, O. Davydenko, A. Berezina, O. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, and D. Spiridonov, *J. Mater. Proc. Technol.* **210**, 1709 (2010).
27. Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, О.В. Мендюк, А.А. Давиденко, С.С. Полищук, В.Г. Гейдаров, *ФНТ* **42**, 1053 (2016) [*Low Temp. Phys.* **42**, 825 (2016)].
28. С.В. Добаткин, Г.А. Салищев, А.А. Кузнецов, А.В. Решетов, А.С. Сынков, Т.Н. Конькова, *ФТВД* **16**, №4, 23 (2006).
29. P. Dies, *Kupfer und Kupferlegierungen in Technik*, Springer, Berlin, Heidelberg (1967), 858 p.
30. И.Н. Кузьменко, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ПТЭ* **1**, 196 (1988).
31. D. Balzar, *Voigt-Function Model in Diffraction Line-Broadening Analysis in Defect and Microstructure Analysis from Diffraction*, Oxford University Press, New York (1999).
32. N. Armstrong and P. Lynch, *Determining the Dislocation Contrast Factor for x-ray Line Profile Analysis*, in book. *Diffraction Analysis of Microstructure of Materials*, E.J. Mittemeijer and P. Scardi (eds.) (2004), p. 249.
33. T. Ungar and A. Borbely, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3173 (1996).
34. T. Ungar, I. Dragomir, A. Revesz, and A. Borbely, *J. Appl. Cryst.* **32**, 992 (1999).
35. T. Rzychoń and K. Rodak, *Archives Mater. Sci. Eng.* **28**, 605 (2007).
36. Q. Yu, X. Liu, and D. Tang, *Sci. Rep.* **3**, 3556 (2013).
37. F. Dalla Torre, R. Lapovok, J. Sandin, P.F. Thomson, C.H.J. Davies, and E.V. Pereloma, *Acta Materialia* **52**, 4819 (2004).
38. G.I. Taylor, *Proc. R. Soc. Lond. Ser. A* **145**, 362 (1934).
39. E.O. Hall, *Proc. Phys. Soc. Lond. Sect. B* **64**, 747 (1951); N.J. Petch, *J. Iron Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
40. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
41. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
42. G.A. Malygin, *Phys. Status Solidi A* **119**, 423 (1990).
43. A.V. Granato, *Phys. Rev. B* **4**, 2196 (1971).
44. М.И. Каганов, В.Я. Кравченко, В.Д. Нацик, *УФН* **111**, 655 (1973).

Unstable plastic deformation of ultrafine-grained copper at temperature of 0.5 K

N.V. Isaev, T.V. Grigorova, S.E. Shumilin, S.S. Polishchuk, and O.A. Davydenko

It was studied the relation between the strain hardening rate and the flow stress instability in Cu–OF polycrystals deformed by tension at constant strain rate in the liquid ³He atmosphere. Microstructures of the samples after equal-channel angular hydro-extrusion processing and after annealing at recovery or recrystallization temperatures were controlled by x-ray diffraction. It is shown that the unstable plastic deformation revealed as macroscopic stress jumps (busts) on the tension curves appears at some threshold stress assumed sufficient for activate a dynamic recovery which give rise to decrease the coefficient of strain hardening. The effect of grain size and initial dislocation density on the scale and statistics of the low temperature unstable flow is discussed.

PACS: 62.20.F– Deformation and plasticity;
62.20.–x Mechanical properties of solids.

Keywords: work hardening, unstable flow, low temperature, copper polycrystals.