

УДК: 539.27:669.3

ДИСЛОКАЦИОННАЯ СТРУКТУРА И ЕЕ КОМПОНЕНТЫ В СТАЛИ МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА*

Козлов Э.В., д. ф.-м. н., профессор, зав. кафедрой физики (kozlov@tsuab.ru)

Попова Н.А., к.т.н., старший научный сотрудник

Конева Н.А., д. ф.-м.н., профессор

Томский государственный архитектурно-строительный университет

(634003, Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2)

Аннотация. На основании электронно-микроскопического исследования получены закономерности накопления дислокаций при формировании дислокационной структуры деформированной мартенситной стали 34ХНЗМФА. Выявлены факторы, определяющие интенсивность накопления дислокаций. Скалярная плотность дислокаций разделена на две компоненты: плотность геометрически необходимых и плотность статистически запасенных дислокаций. Особое внимание уделено геометрически необходимым дислокациям. Установлено их накопление с деформацией в различных субструктурных образованиях стали. Выделены критические размеры зерен, при которых изменяются закономерности накопления дислокаций.

Ключевые слова: деформированная мартенситная сталь, фрагмент, дислокационная субструктура, скалярная плотность дислокаций, геометрически необходимые и статистически запасенные дислокации, критический размер зерна.

Компоненты дислокационной структуры. В течение многих лет дислокационную структуру принято характеризовать скалярной плотностью дислокаций ρ . Развитие дислокационной науки привело к подразделению величины ρ на различные по физическому смыслу компоненты [1, 2]. Накопленные в объеме материала дислокации сначала испускаются их источниками, а потом тормозятся в результате реакций с другими дислокациями. Размножение дислокаций и их реакции являются случайными процессами. Поэтому эта группа дислокаций называется статистически запасенными (СЗД), а их плотность – ρ_s . Статистически запасенные дислокации тормозятся относительно слабыми барьерами – другими дислокациями. В том случае, когда в материале присутствуют более прочные барьеры – частицы вторых фаз и границы зерен, имеют место градиенты пластической деформации. Если такие градиенты присутствуют, то дополнительно к плотности дислокаций ρ_s происходит накопление геометрически необходимых дислокаций (ГНД) с плотностью ρ_G [1], тогда

$$\rho = \rho_s + \rho_G. \quad (1)$$

Наличие геометрически необходимых дислокаций часто связано с изгибом кристаллической решетки [2].

Существует также естественное для теории дислокаций разделение дислокаций на положительно заряженные (ρ_+) и отрицательно заряженные (ρ_-) [3]. Сумма их дает общую скалярную плотность дислокаций:

$$\rho = \rho_+ + \rho_-, \quad (2)$$

а их разность – избыточную плотность дислокаций ρ_{\pm} :

$$\rho_{\pm} = \rho_+ + \rho_-. \quad (3)$$

Избыточная плотность дислокаций непосредственно связана с кривизной-кручением кристаллической решетки [4, 5]:

$$\rho_{\pm} = \frac{1}{b} \frac{\partial \varphi}{\partial l} = \frac{\chi}{b} = (Rb)^{-1}, \quad (4)$$

где b – вектор Бюргерса; φ – угол наклона кристаллографической плоскости; l – расстояние на плоскости; $\frac{\partial \varphi}{\partial l}$ – градиент кривизны-кручения кристаллической решетки; χ – кривизна-кручение кристаллической решетки; R – радиус изгиба кристаллической решетки.

Градиент деформации, плотность ГНД и плотность избыточных дислокаций. Плотность геометрически необходимых дислокаций можно выразить через радиус изгиба кристаллической решетки R [6]:

$$\rho_G = (Rb)^{-1}. \quad (5)$$

Если сравнить (4) и (5), то очевидно, что

$$\rho_G = \rho_{\pm}. \quad (6)$$

Избыточная плотность дислокаций оказывается равной плотности геометрически необходимых дислокаций. Последние представляют собой запасенные дислокации, которые требуются для аккомодации кривизны кристаллической решетки, возникающей из-за неоднородности пластической деформации, т.е. из-за наличия градиента деформации [7]. Изгиб кристалли-

* Работа выполнена в рамках гос. задания Минобрнауки России № 3.295.2014/К.

ческой решетки можно представлять как в единицах ρ_{\pm} , так и в единицах χ [8 – 10].

Размер зерна и плотность геометрически необходимых дислокаций. Для описания упрочнения поликристаллического агрегата были сделаны попытки связать плотность геометрически необходимых дислокаций ρ_G со средним размером зерна d . В работах [1, 2] было предложено, что

$$\rho_G = \frac{\varepsilon}{4bd}, \quad (7)$$

где ε – степень деформации. Этой схеме удовлетворяет модель Конрада [11], где общая плотность дислокаций ρ обратно пропорциональна среднему размеру зерна d :

$$\rho \approx \frac{\varepsilon}{0,4bd}. \quad (8)$$

Формулы (7) и (8) совпадают с точностью до коэффициента, поэтому $\rho > \rho_G$ (примерно на порядок). Это означает, что при обычных размерах зерен, относящихся к мезоуровню, $\rho_s > \rho_G$. Для нанозерен соотношение может быть обратным. Теоретическая оценка коэффициентов в уравнениях (7) и (8) не является строгой, поэтому необходимо дальнейшее рассмотрение этой проблемы.

Накопление дислокаций в деформированных материалах. Проблема накопления дислокаций в деформированных материалах по-прежнему остается сложной и нерешенной. Это утверждение относится как к исследованию чистых металлов и твердых растворов с относительно простыми дислокационными субструктурами, так и к материалам, имеющим сложную субструктуру. В этих материалах перед или при пластической деформации происходят фазовые превращения [12, 13]. Типичным примером являются субструктуры, формирующиеся в мартенситных сталях, в которых наряду с зернами присутствуют дислокационные ячейки, фрагменты, пакеты и пластины. Подобные структуры, когда одни границы расположены внутри других субструктурных образований, могут возникать в ходе пластической деформации в ультрамелкозернистых (УМЗ) поликристаллах, особенно в условиях динамической рекристаллизации и при других процессах [14, 15].

В микрообласти размеров зерен d и фрагментов $D_{\text{фр}}$ проявляются другие закономерности в накоплении дислокаций по сравнению с закономерностями в мезообласти размеров. Это явление характерно как для УМЗ поликристаллов, так и для малых фрагментов, наблюдаемых в деформированных мартенситных сталях [16 – 20]. Количественные исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) позволили установить некоторые аналитические зависимости скалярной плотности дислокаций ρ от размера зерен d и фрагментов $D_{\text{фр}}$. Известно, что соотношение между размерами зерен, дислокационных ячеек, фраг-

ментов и плотностью дислокаций играет важную роль в теории дислокационных субструктур и в концепциях дислокационного упрочнения [21, 22].

Целью настоящей работы является экспериментальное изучение методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии накопления при пластической деформации скалярной плотности дислокаций и ее компонент в стали мартенситного класса.

Материал и методы исследования. Объектом исследования являлась сталь мартенситного класса 38ХНЗМФА. Сталь подвергалась двойной закалке (1050 °С, 5 ч. + 840 °С, 3 ч.), затем проводился отпуск (600 °С, 7,5 ч). Образцы, изготовленные из отпущенной стали, деформировались растяжением при комнатной температуре до различных степеней деформации в интервале 0 – 90 %. Из деформированных образцов на электроискровом станке вырезались пластинки толщиной 0,2 мм, которые затем химически утонялись с последующей электрополировкой до необходимой толщины для просмотра в электронном микроскопе. Приготовленная таким образом фольга изучалась на электронном микроскопе ЭМ-125 К, снабженном гониометром, при ускоряющем напряжении 125 кВ. По полученным электронно-микроскопическим снимкам проводилась идентификация типов субструктур, наблюдаемых в исследуемой стали. Методом секущей измерялась скалярная плотность дислокаций как средняя в объеме материала, так и в различных составляющих субструктуры. Особое внимание было уделено дислокационным фрагментам с различным типом субструктур в них. Статистическую обработку результатов выполняли по непрерывным участкам образцов площадью ~80 мкм², содержащих 500 – 1000 дислокационных фрагментов, наблюдаемых в стали.

В ходе исследования измеряли плотность ГНД и СЗД. Способ измерения плотности ГНД базируется на уравнении (6), т.е. на равенстве ρ_G и ρ_{\pm} . Техника измерения ρ_{\pm} подробно описана авторами в работах [4, 5, 9]. Величина ρ_G (или ρ_{\pm}) измеряется по электронно-микроскопическим изображениям с использованием изгибных экстинкционных контуров и рассчитывается в соответствии с уравнением (4), используя параметр χ (амплитуду кривизны-кручения кристаллической решетки). После определения ρ и ρ_G величина ρ_s может быть вычислена из соотношения (1).

Геометрически необходимые дислокации. Сопоставление параметров микро- и мезоуровня. На рис. 1 представлены зависимости ρ , ρ_s и ρ_G от размера фрагментов в деформированной стали. Эти зависимости весьма интересны. Все три компонента дислокационной структуры с уменьшением размера фрагментов уменьшаются. Экстраполяционные линии (см. пунктирные линии на рис. 1) указывают на критический размер фрагментов, равный примерно 100 нм, при котором плотность дислокаций становится равной нулю. Это очень важный результат, свидетельствующий об

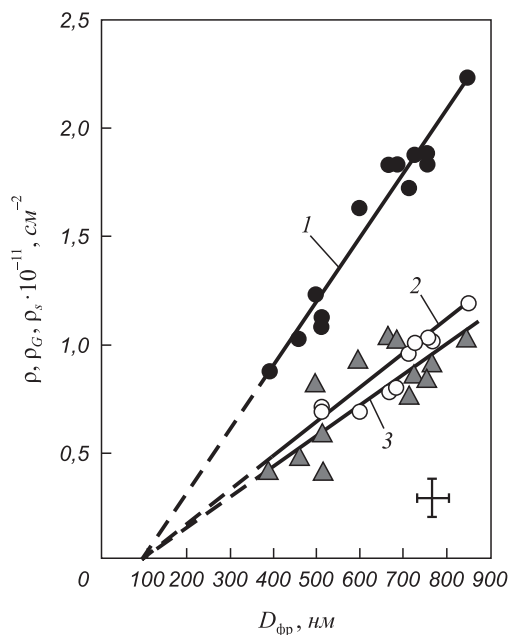


Рис. 1. Зависимости ρ (1), ρ_s (2) и ρ_G (3) от размера фрагментов D_{fr} в деформированной мартенситной стали 34ХН3МФА

Fig. 1. Dependences of ρ (1), ρ_s (2) and ρ_G (3) from the size of the fragments D_{fr} in deformed martensitic steel 34KhN3MFA

интенсивном взаимодействии дислокаций с границами фрагментов. Следует отметить, что в деформированной стали присутствуют три типа фрагментов: бездислокационные, с хаотической дислокационной структурой и с ячеистой дислокационной субструктурой (рис. 2). Было установлено [16 – 19], что структура дислокационных фрагментов в мартенситной стали и микрозернах УМЗ металлов во многом аналогична. Зависимости плотности дислокаций от размера фрагментов и размера микрозерен также аналогичны. Критические размеры зерен (средние размеры зерен, в окрестности которых происходят значительные изменения свойств поликристаллического агрегата [23]) и нанофрагментов оказываются близкими. Несомненно, размер фрагментов, как и размер зерен микроуровня, должен обуславливать одинаковое поведение параметров дислокационной структуры в них. Было установлено [24], что если на микроуровне измельчение размера зерна приводит к уменьшению плотности дислокаций, то на мезоуровне эффект противоположный: с измельчением зерна плотность дислокаций увеличивается. Различное поведение плотности дислокаций от размера зерна принципиально отличает микроуровень (или наноуровень) от мезоуровня. На взгляд авторов, такое различие характеризует критическое поведение дислокационной структуры в поликристаллах микро- и мезоуровня.

Величина плотности ГНД, прежде всего, связана с третьим критическим размером зерна d_3^{kp} [16, 23]. Первый критический размер зерна ($d_1^{kp} \approx 10 - 20$ нм) связан с обнулением коэффициента Холла-Петча. Второго критический размер зерна ($d_2^{kp} \approx 100$ нм) соответствует

деформированному состоянию в ультрамелкозернистом поликристаллическом агрегате, когда внутри зерен дислокации практически отсутствуют [25]. Третий критический размер зерен d_3^{kp} связан со сменой роли параметров дислокационной структуры. Если $d > d_3^{kp}$, то в дислокационном ансамбле преобладают статистически запасенные дислокации с плотностью ρ_s . Их больше, чем геометрически необходимых дислокаций ρ_G ($\rho_s > \rho_G$). Величина d_3^{kp} близка к 1000 нм. Прохождение через этот размер зерен ($d < d_3^{kp}$) изменяет происхождение большей части дислокаций, условия экранировки дислокациями концентраторов напряжений, уровень внутренних полей напряжений. В этих условиях плотность ГНД становится больше плотности СЗД, так что $\rho_G > \rho_s$.

Как показали проведенные исследования, плотность ГНД ρ_G может быть много меньше скалярной плотности дислокаций, а может быть с ней соизмерима. В первом случае плотность СЗД ρ_s составляет основной вклад в дислокационную структуру. Это характерно для поликристаллов мезоуровня. Микро- или наноуровень отличается от мезоуровня значительный вклад в ρ величины ρ_G . Измельчение размера зерен, фрагментов, ячеек ведет к росту плотности ГНД. Рост плотности наночастиц также ведет к росту плотности ГНД. Есть основания полагать, что относительно большая величина ρ_G – характерное отличие микро- и нанополикристаллов от поликристаллов мезоуровня. Третий критический размер зерна соответствует равенству обеих компонент дислокационной структуры $\rho_s = \rho_G$. Когда $\rho_s > \rho_G$, это поликристаллы мезоуровня. Когда $\rho_s < \rho_G$, то реализуется случай поликристаллов микро- или наноуровня. На рис. 3 приведены соответствующие данные, позволяющие сопоставить величины ρ , ρ_s и ρ_G в широком интервале размеров зерен и фрагментов. Из рис. 3 видно, что третий критический размер зерна находится в интервале 5 – 10 мкм. Если $d < d_3^{kp}$, то решающую роль в дислокационной структуре играют ГНД.

Переход от мезоуровня к микроуровню практически во всем интервале размеров зерен и фрагментов может быть представлен с использованием ГНД. Как видно из данных, представленных на рис. 4, на мезоуровне ρ_G составляет 10 – 20 % от величины ρ . При приближении к размеру зерна 200 – 300 нм дислокационная структура полностью реализуется ГНД ($\rho \approx \rho_G$). Формируется градиентная дислокационная структура, обеспеченная полями напряжений от дисклинаций, расположенных в ГЗ и тройных стыках зерен [26].

Зависимость скалярной плотности дислокаций от размера фрагментов с сетчатой дислокационной субструктурой в мартенситной стали. Типичная картина фрагментов с сетчатой дислокационной субструктурой деформированной стали представлена на рис. 2, а. Четкие соотношения между плотностью дислокаций и размером фрагментов установлены для фрагментов с сетчатой дислокационной субструкту-

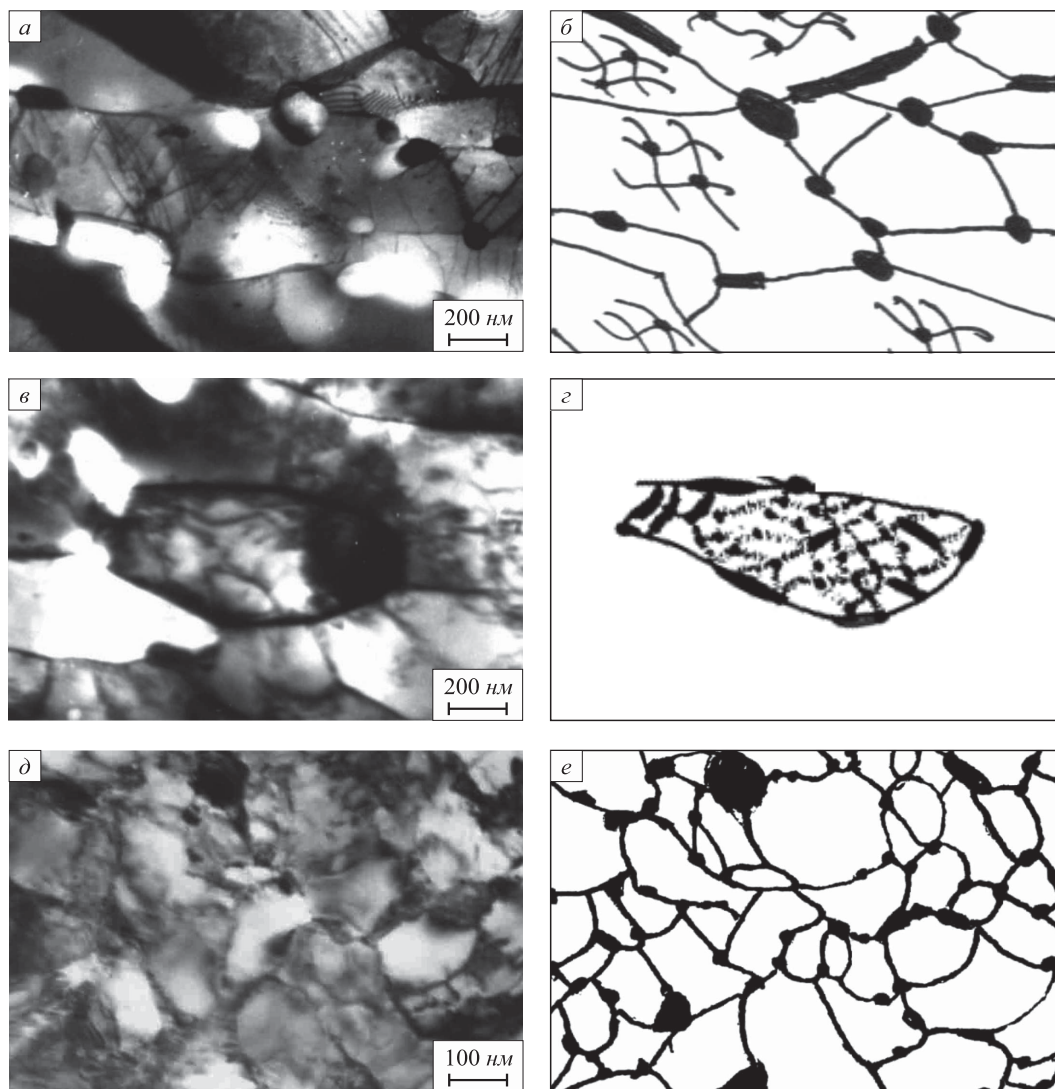


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение трех типов фрагментов и их схемы в деформированной мартенситной стали 34ХН3МФА:

a, б – фрагменты с хаотической дислокационной структурой; *в, г* – с ячейковой субструктурой; *д, е* – бездислокационные фрагменты. На схемах указаны наночастицы специальных карбидов (●) и цементита (■)

Fig. 2. Electron microscopic image of three types of fragments and their schemes in the deformed martensitic steel 34KhN3MFA: *a, б* – fragments with chaotic dislocation structure; *в, г* – with cellular substructure; *д, е* – dislocation-free fragments. The diagrams are given for nanoparticles of special carbide (●) and cementite (■)

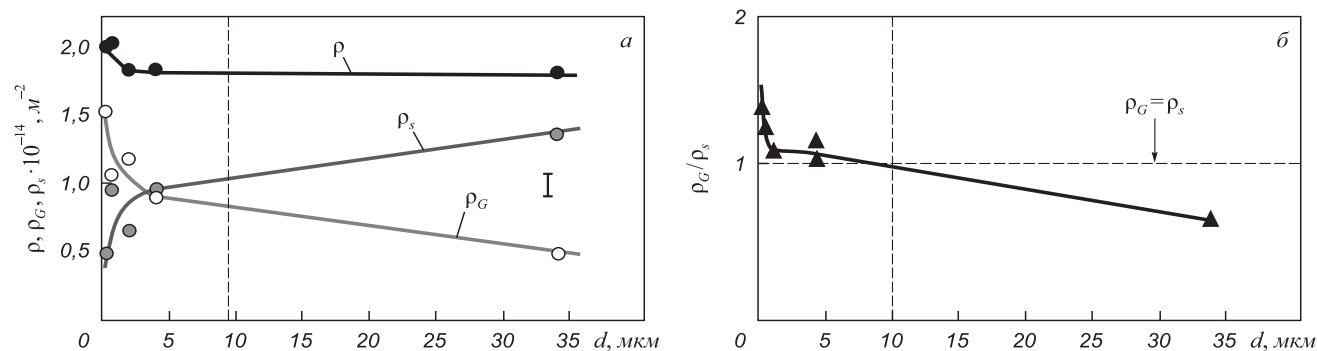


Рис. 3. Влияние размера зерен и фрагментов d на величину различных компонент дислокационной структуры ρ , ρ_s и ρ_G для деформированной мартенситной стали 34ХН3МФА. Вертикальным пунктиром указан третий критический размер зерен и дислокационных фрагментов

Fig. 3. Effect of grain size d on the value of the various components of the dislocation structure ρ , ρ_s and ρ_G for deformed martensitic steel 34KhN3MFA. Vertical dotted line shows third critical size of grain and dislocation fragments

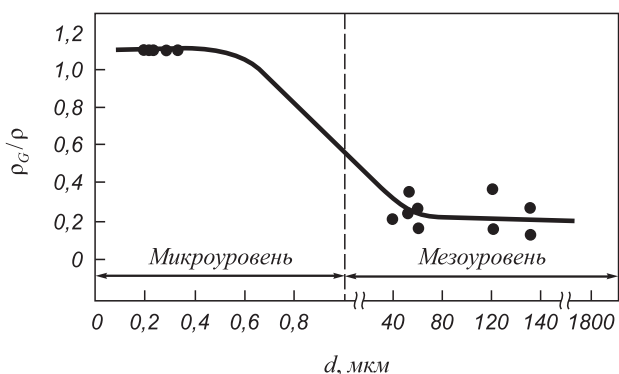


Рис. 4. Отношение плотности геометрически необходимых дислокаций ρ_G к скалярной плотности дислокаций ρ в широком интервале размеров зерен. Деформированная мартенситная сталь 34ХН3МФА

Fig. 4. The ratio of the density of geometrically necessary dislocations ρ_G to the scalar dislocation density ρ in a wide range of grain sizes. Deformed martensitic steel 34KhN3MFA

рой (рис. 5). Скалярная плотность дислокаций и размер фрагментов $D_{фр}$ в стали связывает соотношение

$$\rho = C'D_{фр}, \quad (9)$$

где C' – константа. Зависимость скалярной плотности дислокаций от размера фрагментов отпущенной деформированной мартенситной стали подчиняется тем же закономерностям, что и зависимость скалярной плотности дислокаций от размера зерен УМЗ чистых металлов Cu и Ni [19, 20]. Такое подобие в поведении свидетельствует о наличии основополагающих зависимостей, связывающих скалярную плотность дислокаций с размером зерен или фрагментов, в которых дислокации накапливаются с деформацией. Из рис. 5 видно, что соотношение (9) строго выполняется. Одновременно рис. 5 демонстрирует критический размер фрагментов, при котором скалярная плотность дислокаций становится равной нулю, $\rho = 0$. Этот критический размер бли-

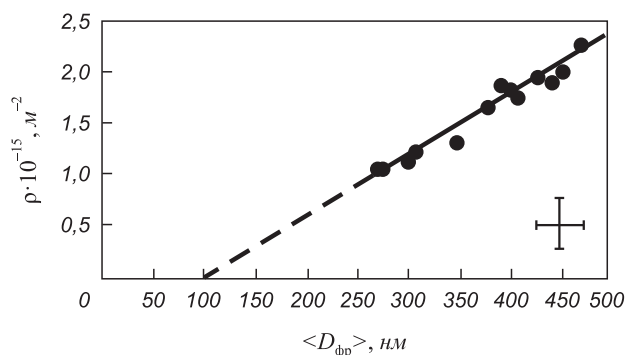


Рис. 5. Зависимость скалярной плотности дислокаций ρ от среднего размера фрагментов $\langle D_{фр} \rangle$ с сетчатой дислокационной структурой. Деформированная мартенситная сталь 34ХН3МФА

Fig. 5. Dependence of the scalar dislocation density ρ from the average size of fragments $\langle D_{фр} \rangle$ with mesh dislocation structure. Deformed martensitic steel 34KhN3MFA

зок к размеру $D_{фр}^{кр} \approx 100$ нм. Тем самым установлено, что второй критический размер зерна в микрообласти оказывается равным критическому размеру фрагментов в дислокационной структуре мартенситной стали, формирующейся при деформации. На взгляд авторов, равенство критических размеров микрочерен и дислокационных фрагментов полностью обусловлено подобием механизмов взаимодействия скользящих дислокаций с границами микрочерен и фрагментов.

Зависимость плотности дислокаций от размера фрагментов с ячеистой дислокационной субструктурой. При наличии ячеистой дислокационной субструктуры картина закономерностей накопления дислокаций в стали усложняется. Дислокационная ячеистая субструктура, возникающая внутри фрагментов деформированной мартенситной стали, представлена на рис. 2, в. В этом случае с уменьшением размера фрагментов плотность дислокаций не убывает, а наоборот растет. Несомненно, это связано с тем фактом, что скользящие дислокации взаимодействуют со стенками ячеек, находящимися внутри фрагментов, иначе, чем с дислокациями сетчатой дислокационной субструктуры. Барьерное торможение [27] стенками ячеек является более сильным фактором, и с уменьшением размера фрагментов, содержащих ячеистую субструктуру, скалярная плотность дислокаций возрастает. Соответствующие данные представлены на рис. 6. Как видно, здесь реализуется соотношение

$$\rho = AD_{фр}^{-1}, \quad (10)$$

где A – константа. Несомненно, реализация соотношения (10) связана с интенсивным взаимодействием дислокаций со стенками ячеек, содержащихся внутри фрагментов деформированной стали. Это подтверждают данные, приведенные на рис. 7. Здесь представлена

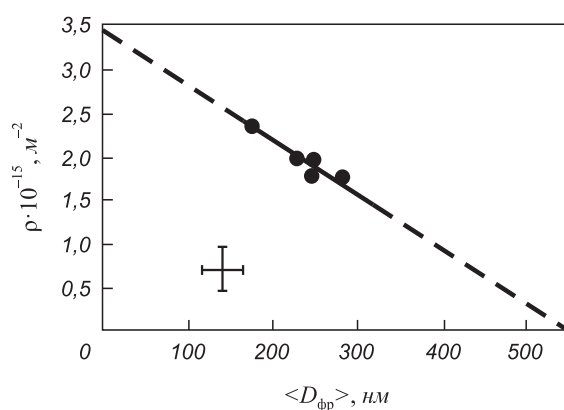


Рис. 6. Зависимость скалярной плотности дислокаций ρ от среднего размера фрагментов $\langle D_{фр} \rangle$ с ячеистой дислокационной структурой. Деформированная мартенситная сталь 34ХН3МФА

Fig. 6. Dependence of the scalar dislocation density ρ of the average size of fragments $\langle D_{фр} \rangle$ with cellular dislocation structure. Deformed martensitic steel 34KhN3MFA

зависимость плотности дислокаций от размера ячеек $D_{яч}$ в исследуемой стали. Видно, что в этом случае выполняется соотношение

$$\rho = A'D_{яч}^{-1}, \quad (11)$$

где A' – константа. Сравнение рис. 6 и 7 показывает, что зависимость плотности дислокаций от размера ячеек более сильная, чем от размера фрагментов ($A' > A$). Это означает, что основной эффект заключается в барьерном торможении скользящих дислокаций стенками ячеек. Экстраполяция зависимости, представленной на рис. 7, показывает предельное значение $\rho \geq 5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Такая высокая скалярная плотность дислокаций, близкая к $\rho \approx 10^{12} \text{ см}^{-2}$, свидетельствует о том, что торможение дислокаций стенками дислокационных ячеек необходимо отнести к максимальному торможению скользящих дислокаций в дислокационной структуре.

Таким образом, на основе прямых экспериментальных данных, установлены аналитические зависимости скалярной плотности дислокаций от размера фрагментов и ячеек в деформированной мартенситной стали. Обнаружено, что тип дислокационной структуры во фрагментах стали решающим образом определяет зависимость скалярной плотности дислокаций от их размера. Если внутри фрагментов присутствует сетчатая дислокационная субструктура, то скалярная плотность дислокаций убывает с уменьшением размера фрагментов. Напротив, если дислокационная субструктура во фрагментах ячеистая, то с уменьшением размера фрагментов скалярная плотность дислокаций растет. С измельчением размера ячеек плотность дислокаций также интенсивно возрастает. Такое поведение обусловлено различными механизмами торможения скользящих дислокаций в сетчатой и ячеистой дислокационных

субструктурах. Установленные в работе соотношения между различными параметрами дислокационной субструктуры являются основополагающими для дальнейшего развития физики дислокационного упрочнения твердого тела [27]. Дислокационная парадигма [24] субструктурного упрочнения получает в таких соотношениях, во-первых, прямое подтверждение важности физики дислокаций в упрочнении материалов и, во-вторых, раскрывает основополагающую роль субструктурных образований в дислокационной концепции физики упрочнения.

Зависимости ρ_G и ρ от степени деформации. Роль границ различного типа. Рассмотрим роль структурных составляющих стали в поведении скалярной плотности дислокации ρ и ее компонент ρ_s и ρ_G в зависимости от степени деформации. Эти результаты представлены на рис. 8. При анализе субструктурных элементов в стали учитывались главным образом их поперечные размеры. Из таблицы хорошо видно, что в перечисленном интервале структурных образований от зерна до ячейки их размер убывает на три порядка. При этом средняя скалярная плотность дислокаций несколько возрастает (см. рис. 8). Значительные изменения происходят с вкладами ρ_s и ρ_G . Данные рис. 8 свидетельствуют, что с измельчением размера субструктурного элемента компонента ρ_s убывает, а компонента ρ_G возрастает. Рассмотрение последовательностей рис. 8, а → рис. 8, д показывает, что с измельчением структурного элемента несколько возрастает скалярная плотность дислокаций ρ и значительно увеличивается компонента ρ_G , которая в итоге становится доминирующей над ρ_s . При этом компонента ρ_s остается значительной до $\varepsilon \approx 10\%$, а при дальнейшей деформации вклад ρ_s с измельчением структурного элемента уменьшается. Чем больше плотность определенного типа границ, тем больше их вклад в ρ_G и меньше в ρ_s .

Можно проследить относительную роль этих вкладов в зависимости от длины пробега дислокаций L с увеличением плотности границ, препятствующих сдвигу. Длину пробега дислокаций L можно оценить, используя данные о размере структурного элемента l (см. таблицу): с уменьшением размера структурного элемента величина L убывает, поскольку она может

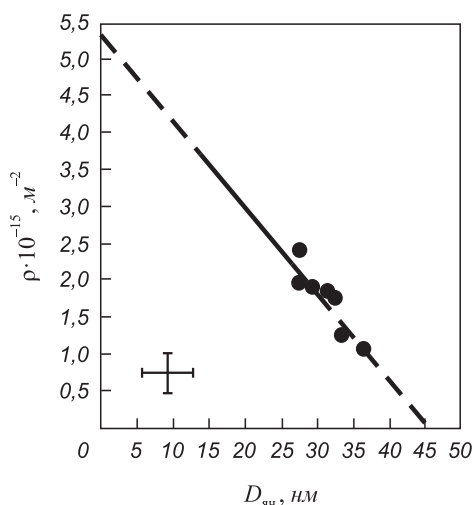


Рис. 7. Зависимость скалярной плотности дислокаций ρ от размера ячеек в деформированной мартенситной стали 34ХН3МФА

Fig. 7. Dependence of the scalar dislocation density ρ of the size of the cells in the deformed martensitic steel 34KhN3MFA

Средние размеры структурных элементов в исследованной стали

Структурный элемент	Размер
Зерно	34 мкм
Пластина	0,9×2,4 мкм
Пакет реек	4×6 мкм
Рейка	0,2×6 мкм
Фрагмент с сетчатой субструктурой	92×640 нм
Фрагмент с ячеистой субструктурой	60×370 нм
Ячейка	30 нм

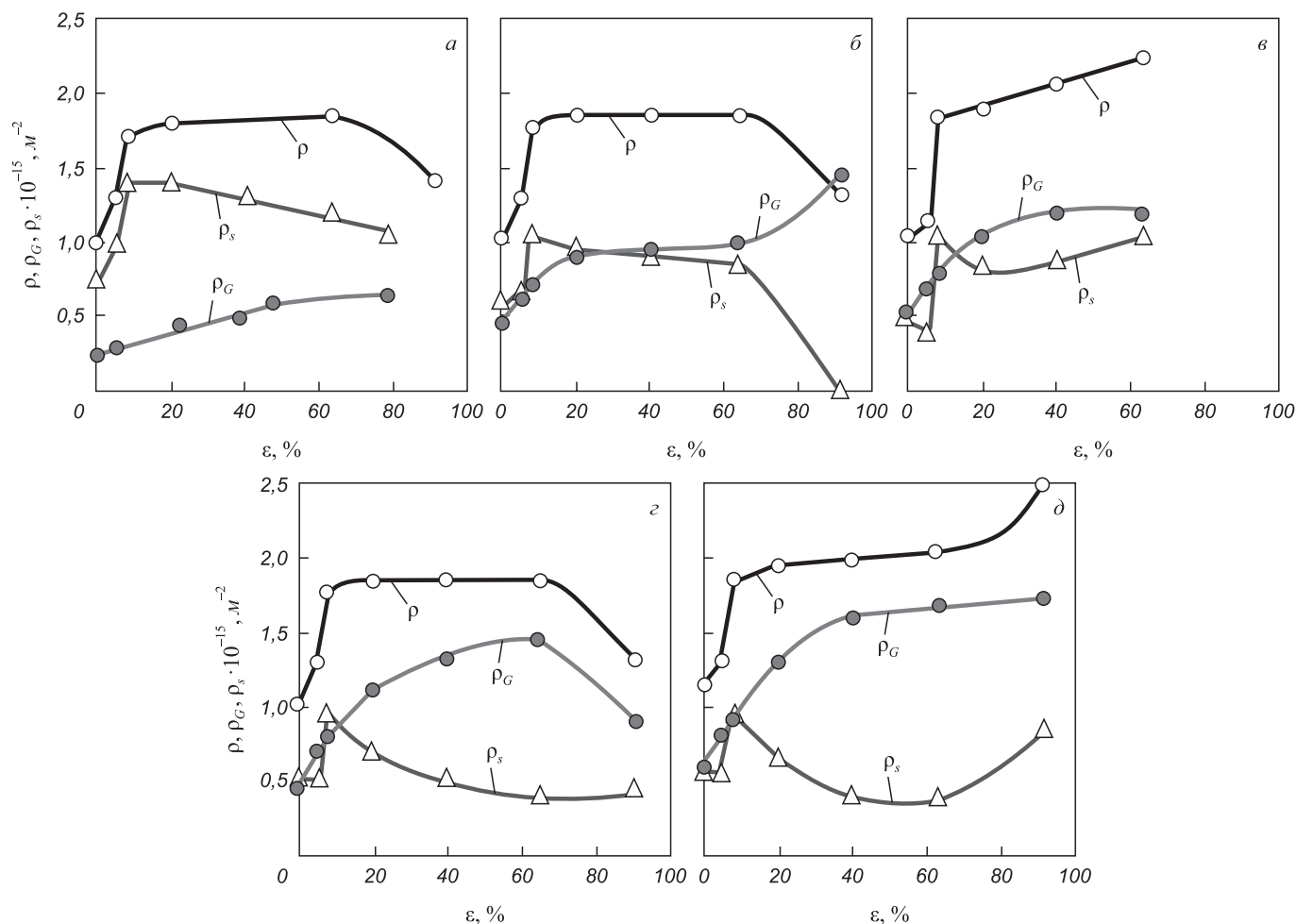


Рис. 8. Зависимости средней скалярной плотности дислокаций ρ и ее компонент ρ_G и ρ_s от степени деформации для разных структурных составляющих деформированной мартенситной стали 34ХНЗМФА:

a – зерно; $б$ – мартенситный пакет; $в$ – первичный фрагмент; $з$ – мартенситная рейка; $д$ – вторичный фрагмент

Fig. 8. The dependence of the average scalar dislocation density ρ and its components ρ_G and ρ_s from the degree of deformation for different structural components of the deformed martensitic steel 34KhN3MFA:

a – grain; $б$ – martensitic package; $в$ – primary fragment; $з$ – martensite lath; $д$ – secondary fragment

превышать этот размер не более чем в 3 – 5 раз. Основной результат здесь заключается в том, что чем меньше структурное образование, в котором тормозится сдвиг, и одновременно меньше длина пробега дислокаций L , тем больше вклад ρ_G и меньше вклад ρ_s . Хотя этот результат является предсказываемым, поскольку ρ_G – плотность геометрически необходимых дислокаций, однако он получен экспериментально впервые. Тем самым установлена зависимость плотности ГНД от размера области, в которой тормозится сдвиг. Этот эффект имеет место, несмотря на то, что с уменьшением размера структурного элемента изменяется тип его границ, и торможение дислокаций на этих границах ослабевает.

Отношение ρ_G/ρ_s и критический размер структурного элемента. Отношение ρ_G/ρ_s в зависимости от размера структурного элемента в исследуемой стали представлено на рис. 9. Из него видно, что отношение ρ_G/ρ_s в зависимости от размера структурного элемен-

та l состоит из двух ветвей. Первая ветвь при малых l круто сходит вниз, значения ρ_G/ρ_s на второй ветви в интервале значений $l = 100$ нм – 40 мкм медленно убывают. Значительная зависимость ρ_G/ρ_s от l простирается в интервале 30 – 150 нм и заканчивается вблизи 100 – 150 нм. После этого размера зависимость ρ_G/ρ_s почти горизонтальная. Пунктиром на рис. 9, a указан второй критический размер замкнутого субструктурного образования – ~100 нм. Как уже отмечалось, он соответствует критическому размеру зерна 100 нм в ультрамелкозернистых поликристаллах [25]. При размере зерен $d < 100$ нм они становятся бездислокационными. При этом плотность дислокаций ρ_G становится условной величиной. Она отражает наличие дислокаций и дисклинаций в границах зерен и дисклинаций в тройных стыках зерен [28].

На рис. 9, $б$ представлено поведение ρ_G/ρ_s при больших размерах структурного элемента, относящихся к мезообласти. При $l \sim 10$ мкм $\rho_G = \rho_s$ и отношение

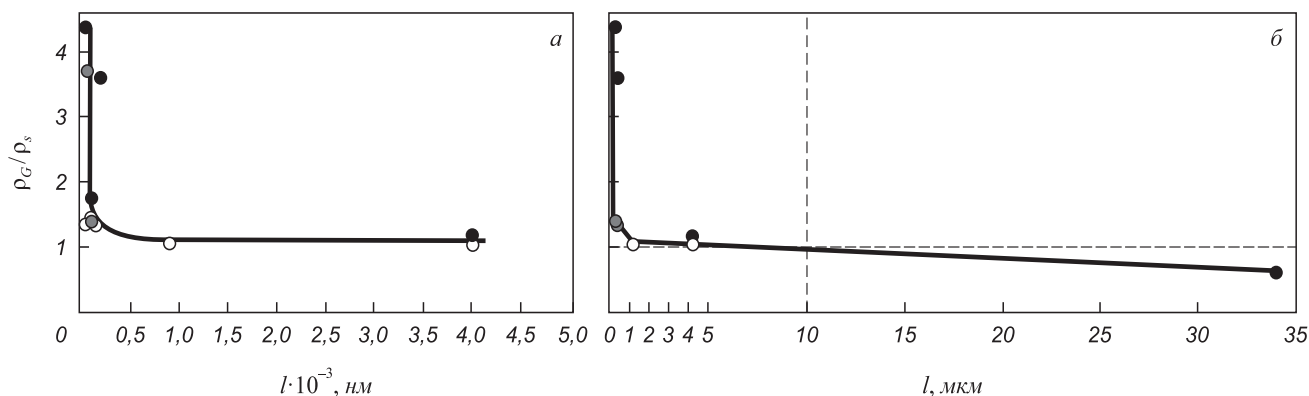


Рис. 9. Отношение ρ_G/ρ_s для разных структурных элементов деформированной мартенситной стали 34ХНЗМФА: а – для интервала размеров 0 – 1000 нм, б – для интервала 0 – 40 мкм. Масштаб рисунков а и б по оси размеров отличается в 5 раз

Fig. 9. Ratio ρ_G/ρ_s for different structural elements of the deformed martensitic steel 34KhN3MFA: а – for a size range 0 – 1000 nm, б – for a size range 0 – 40 microns. Scale of patterns а and б differs for sizes axis 5 times

$\rho_G/\rho_s = 1$. Это третий критический размер, больше которого компонента ρ_s становится больше, чем ρ_G . Соотношение $\rho_G/\rho_s < 1$ является типичным для компонент дислокационной структуры в мезообласти.

Выводы. В настоящей работе представлены данные прямых электронно-микроскопических измерений, в которых была определена общая плотность дислокаций ρ . С использованием результатов измерения кривизны-кручения кристаллической решетки χ определена плотность геометрически необходимых дислокаций ρ_G . Плотность статистически запасенных дислокаций определялась как $\rho_s = \rho - \rho_G$. Была измерена величина ρ_G , обусловленная торможением дислокаций на границах зерен, мартенситных пакетов, мартенситных реек, дислокационных фрагментов и ячеек. Установлено, что соотношение ρ_G/ρ_s зависит от величины структурного элемента, на границах которого тормозится сдвиг. С уменьшением последнего ρ_G/ρ_s возрастает. Определен критический размер субструктурного элемента, равный 100 нм, при достижении которого зависимость ρ_G/ρ_s резко изменяет свой характер. Важным является тот факт, что величина 100 нм одновременно соответствует размеру бездислокационных зерен в наноматериалах.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous materials // *Phil. Mag.* 1970. Vol. 21. P. 399 – 424.
2. Courtney T.H. Mechanical behavior of materials. Boston – Toronto: McGraw – Hill International Editions, 2000. – 732 p.
3. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. – М.: Атомиздат, 1972 – 599 с.
4. Конева Н.А., Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Лычагин Д.В. Дальнействующие поля напряжений, кривизна-кручение кристаллической решетки и стадии пластической деформации. Методы измерения и результаты // *Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. Ч. I.* / Под ред. В.Е. Панина. – Томск: Изд-во ТГУ, 1990. С. 83 – 93.
5. Koneva N.A. Internal long-range stress fields in ultrafine grained materials // *Severe plastic deformation. Toward bulk production*

- of nanostructured materials. Ed. B.S. Altan. – N.-Y.: Nova Science Publishers, Inc., 2005. P. 249 – 274.
6. Kubin L.P., Mortcusen A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues // *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48. P. 119 – 125.
7. Gao H., Huang Y. Geometrically necessary dislocations and size-dependent plasticity // *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48. P. 113 – 118.
8. Конева Н.А., Жуковский С.П., Лапскер И.А. и др. Роль внутренних поверхностей раздела в формировании дислокационной структуры и механических свойств в однофазных поликристаллах // *Физика дефектов поверхностных слоев материалов* / Подред. А.Е. Романова – Л.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 1989. С. 113 – 131.
9. Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I. Internal field sources, their screening and the flow stress // *Mat. Sci. Eng.* 2001. Vol. A319– 321. P. 156 – 159.
10. El-Dasher B.S., Adams B.L., Rollet A.D. Viewpoint: experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals // *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48. P. 141 – 145.
11. Конрад Х. Модель деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения металлов // *Сверхмелкое зерно в металлах* / Пер. с англ. Под ред. Л.И. Гордиенко. – М.: Металлургия, 1973. С. 206 – 219.
12. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. – М.: Наука, 1977. – 236 с.
13. Bhadesia H.K. Bainite in steels. – London: The Institute of Materials, 1992. – 451 p.
14. Мулюков Р.Р., Носкова Н.И. Субмикроструктурные металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279 с.
15. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // *Progr. Mat. Sci.* 2006. Vol. 51. P. 881 – 981.
16. Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А. Зеренная структура, геометрически необходимые дислокации и частицы вторых фаз в поликристаллах микро- и мезоуровня // *Физическая мезомеханика.* 2009. Т. 12. № 4. С. 93 – 106.
17. Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. Размерный эффект в дислокационных субструктурах металлических материалов // *Фундаментальные проблемы современного металловедения.* 2009. Т. 6. № 2. С. 14 – 24.
18. Конева Н.А., Козлов Э.В., Попова Н.А. Влияние размера зерен и фрагментов на плотность дислокаций в металлических материалах // *Фундаментальные проблемы современного металловедения.* 2010. Т. 7. № 1. С. 64 – 70.
19. Koneva N.A., Kozlov E.V., Popova N.A. et al. Effect of a grain size on defects density and internal stresses in submicrocrystals // *Mat. Sci. Forum.* 2010. Vol. 633 – 634. P. 121 – 128.

20. Koneva N.A., Popova N.A., Kozlov E.V. Critical grain sizes of micro- and mezolevel polycrystals // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences; Physics*. 2010. Vol. 74. No 5. P. 592 – 596.
21. Kubin L.P., Fressengeas C., Ananthakrishna G. Collective behaviour of dislocations in plasticity // *Dislocations in Solids*. – Amsterdam – Tokyo: Elsevier, 2002. Vol. 11. P. 101– 192.
22. Kuhlmann–Wilsdorf D. The theory of dislocation-based crystal plasticity // *Phil. Mag.* 1999. Vol. 79. No 4. P. 955 – 1008.
23. Конева Н.А., Попова Н.А., Козлов Э.В. Критические размеры зерен поликристаллов микро- и мезоуровня // *Изв. РАН. Серия физическая*. 2010. Т. 74. № 5. С. 630 – 634.
24. Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Попова Н.А., Конева Н.А. Место дислокационной физики в многоуровневом подходе к пластической деформации // *Физическая мезомеханика* 2011. Т. 14. № 3. С. 95 – 110.
25. Козлов Э.В., Конева Н.А., Жданов А.Н. и др. Структура и сопротивление деформированию ГЦК ультрамелкозернистых металлов и сплавов // *Физическая мезомеханика*. 2004. Т. 7. № 4. С. 93 – 113.
26. Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А., Жданов А.Н. Интенсивная пластическая деформация меди, состояние границ зерен и их тройных стыков // *Деформация и разрушение материалов*. 2009. № 6. С.22 – 27.
27. Kozlov E.V., Koneva N.A., Teplyakova L.A. et al. Contact and barrier dislocation resistance and their effect on characteristics of slip and work hardening // *Mat. Sci. Eng.* 2001. Vol. A319 – 321. P. 261 – 265.
28. Koneva N.A., Kozlov E.V., Popova N.A. Fedorisheva M.V. et al. Structure of triple junctions of grains, nanoparticles in them and bending-torsion in metal nanopolycrystals // *Mat. Sci. Forum*. 2008. Vol. 584 – 586. P. 269 – 274.

© 2015 г. Козлов Э.В., Попова Н.А.,
Конева Н.А.

Поступила 2 сентября 2014 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA – FERROUS METALLURGY. 2015. VOL. 58. No. 1, pp. 61–70.

DISLOCATION STRUCTURE AND ITS COMPONENTS IN STEEL OF MARTENSITE CLASS

Kozlov E.V., Dr. Sci. (Phys.-math), Professor, Head of the Chair of Physics (kozlov@tsuab.ru)

Popova N.A., Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher

Koneva N.A., Dr. Sci. (Phys.-math), Professor

Tomsk State University of Architecture and Building (TSUAB)
(2, Solyanaya sqr., Tomsk, 634003, Russia)

Abstract. The regularities of dislocation accumulation at forming dislocation structure of deformed martensitic steel are established on the base of electron microscopy. The factors determining an intensity of dislocation accumulation are revealed. Scalar dislocation density is divided into two components: density of geometrically necessary dislocations and density of statistically stored dislocations. The specific attention is given to geometrically necessary dislocations. Their accumulation in different substructure formations of the deformed steel is revealed. Critical grain sizes, when regularities of dislocation accumulation are changed, are determined.

Keywords: deformed martensitic steel, fragment, dislocation substructure, scalar dislocation density, geometrically necessary dislocations, statistically stored dislocations, critical grain size.

REFERENCES

1. Ashby M.F. *Phil. Mag.* 1970. Vol. 21, pp. 399–424.
2. Courtney T.H. *Mechanical behavior of materials*. Boston, Toronto: McGraw – Hill International Editions, 2000. 732 p.
3. Hirth D., Lothe I. *Theory of dislocations*. Oxford. 1972. (Russ.ed.: Hirth D., Lothe I. *Teoriya dislokatsii*. Moscow: Atomizdat, 1972. 600 p.).
4. Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I., Lychagin D.V. The long-range stress field, the curvature-torsion of the crystal lattice and the stage of plastic deformation. Measurement methods and results. In: *Novye metody v fizike i mekhanike deformiruemogo tverdogo tela* [New methods in physics and mechanics of deformable solids. Part I]. Panin V.E. ed. Tomsk: Izd-vo TGU, 1990, pp.83-93. (In Russ.).
5. Koneva N.A. *Severe plastic deformation. Toward bulk production of nanostructured materials*. Altan B.S. Ed. New York: Nova Science Publishers, Inc., 2005, pp. 249–274.
6. Kubin L.P., Mortcusen A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48, pp. 119–125.
7. Gao H., Huang Y. Geometrically necessary dislocations and size-dependent plasticity. *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48, pp. 113–118.
8. Koneva N.A., Zhukovskii S.P., Lapsker I.A. etc. The role of internal interfaces in the formation of dislocation structure and mechanical properties of single-phase polycrystalline. In: *Fizika defektov poverkhnostnykh sloev materialov* [Physics of defects of the surface layers of materials]. Romanov A.E. ed. Leningrad: FTI im. A.F. Ioffe, 1989, pp. 113–131. (In Russ.).
9. Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I. Internal field sources, their screening and the flow stress. *Mat. Sci. Eng.* 2001. Vol. A319–321, pp. 156–159.
10. El-Dasher B.S., Adams B.L., Rollet A.D. Viewpoint: experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals. *Scr. Mat.* 2003. Vol. 48, pp. 141–145.
11. Conrad H. *Ultrafine-Grain Metals*, Syracuse Univ. Press, New York: 1970. (Russ.ed.: Conrad H. *Sverkhmelkoe zerno v metallakh*. Gordienko L.I. ed. Moscow: Metallurgiya, 1973, pp. 206–219.)
12. Kurdyumov G.V., Utevkii L.M., Entin R.I. *Prevrashcheniya v zheleze i stali* [Transformations in iron and steel]. Moscow: Nauka, 1977. 236 p. (In Russ.).
13. Bhadeshia H.K. *Bainite in steels*. London: The Institute of Materials, 1992. 451 p.
14. Mulyukov R.R., Noskova N.I. *Submikrokristallicheskie metally i splavy* [Submicrocrystalline metals and alloys]. Ekaterinburg UrO RAN, 2003. 279 p. (In Russ.).
15. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progr. Mat. Sci.* 2006. Vol. 51, pp. 881–981.
16. Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A. Grain structure, geometrically necessary dislocations and second-phase particles in polycrystals of micro- and mesolevels. *Physical Mesomechanics*. 2009. Vol. 12, no. 5–6, pp. 280–292.
17. Kozlov E.V., Popova N.A., Koneva N.A. Size effect in the dislocation substructure of metal materials. *Fundamental'nye problemy sovremennogo metallovedeniya*. 2009. Vol. 6, no. 2, pp. 14–24. (In Russ.).
18. Koneva N.A., Kozlov E.V., Popova N.A. Influence of grain size and fragments on the dislocation density in metallic materials. *Fundamental'nye problemy sovremennogo metallovedeniya*. 2010. Vol. 7, no. 1, pp. 64–70. (In Russ.).
19. Koneva N.A., Kozlov E.V., Popova N.A. etc. Effect of a grain size on defects density and internal stresses in submicrocrystals. *Mat. Sci. Forum*. 2010. Vol. 633–634, pp. 121–128.

20. Koneva N.A., Popova N.A., Kozlov E.V. Critical grain sizes of micro- and mezolevel polycrystals. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences; Physics*. 2010. Vol. 74, no. 5, pp. 592–596.
21. Kubin L.P., Fressengeas C., Ananthakrishna G. Collective behavior of dislocations in plasticity. In: *Dislocations in Solids*. Vol. 11. Nabarro F.N.R. and Duesbery M.S. Eds. Amsterdam, Tokyo: Elsevier, 2002, pp. 101–192.
22. Kuhlmann–Wilsdorf D. *Phil. Mag.* 1999. Vol. 79, no. 4, pp. 955–1008.
23. Koneva N.A., Popova N.A., Kozlov E.V. Critical grain sizes of micro- and mezolevel polycrystals. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2010. Vol. 74, no. 5, pp. 592–596
24. Kozlov E.V., Trishkina L.I., Popova N.A., Koneva N.A. Dislocation physics in the multilevel approach to plastic deformation. *Physical Mesomechanics*. 2011. Vol. 14, no. 5–6, pp. 283–296.
25. Kozlov E.V., Koneva N.A., Zhdanov A.N. etc. Structure and deformation resistance of fcc of ultrafine-grained metals and alloys. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2004. Vol. 7, no. 4, pp. 93–113. (In Russ.).
26. Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Zhdanov A.N. Severe plastic deformation of copper: The state of grain boundaries and their triple junctions. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2010, no. 10, pp. 867–873.
27. Kozlov E.V., Koneva N.A., Teplyakova L.A. etc. Contact and barrier dislocation resistance and their effect on characteristics of slip and work hardening. *Mat. Sci. Eng.* 2001. Vol. A319–321, pp. 261–265.
28. Koneva N.A., Kozlov E.V., Popova N.A., Fedorisheva M.V. etc. Structure of triple junctions of grains, nanoparticles in them and bending-torsion in metal nanopolycrystals. *Mat. Sci. Forum*. 2008. Vol. 584–586, pp. 269–274.

Acknowledgements. The work was performed as part of the state tasks of the Russian Ministry no. 3.295.2014/K.

Received September 2, 2014