

УДК 53.098; 539.376

DOI 10.17073/0021-3438-2015-3-64-70

## ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СУБСТРУКТУРЫ МЕДИ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ В МАГНИТНОМ ПОЛЕ

© 2015 г. **С.В. Коновалов, Д.В. Загуляев, Н.Г. Ярополова,  
И.А. Комиссарова, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов**

Сибирский государственный индустриальный университет (СибГИУ), г. Новокузнецк  
Институт сильноточной электроники (ИСЭ) СО РАН, г. Томск

*Статья поступила в редакцию 30.12.13 г., доработана 24.01.14 г., подписана в печать 20.03.14 г.*

Объектом исследования являлась поликристаллическая медь марки М006. Методами дифракционной электронной микроскопии проведены исследования дислокационной субструктуры (ДСС), формирующейся в меди при разрушении в условиях ползучести в магнитном поле 0,35 Тл. Субструктура исходного состояния меди характеризуется наличием следующих типов ДСС: хаотически распределенные дислокации (56 %); ячеистая субструктура различной степени совершенства (36 %); сетчатая субструктура (5 %); полосовая субструктура (3 %); дислокационные сгущения (3 %); оборванные субграницы (2 %). Установлено, что при разрушении в магнитном поле выявляются особенности в количественном отношении типов ДСС. А именно, вблизи зоны разрушения основным типом ДСС в меди, деформированной в условиях ползучести без магнитного поля, является субзеренная структура. Наложение магнитного поля приводит к снижению относительно содержания в меди субзеренной структуры практически в 2 раза. Показано, что воздействие магнитного поля замедляет скорость перестройки дислокационной субструктуры при ползучести меди, что приводит к увеличению прочностных характеристик.

**Ключевые слова:** дислокационная субструктура, ползучесть, магнитное поле, скалярная плотность дислокаций, субзерна.

The object of the study was polycrystalline copper of the M006 brand. The dislocation substructure (DSS), which is formed in copper during the destruction in creep conditions in the magnetic field of 0,35 T, is investigated by diffraction electron microscopy. The substructure of the starting state of copper is characterized by the presence of the following DSS types: chaotically distributed dislocations (56 %), cellular substructure of various degrees of perfection (36 %), net-like substructure (5 %), striated substructure (3 %), dislocation bundles (3 %), and torn subgrains (2 %). It is established that the features in the quantitative ratio of DSS types are revealed during the destruction in the magnetic field. Notably, a subgrain structure is the main DSS type near the destruction zone in copper deformed under creep conditions without the magnetic field. The imposition of the magnetic field leads to a decrease in the relative content of the subgrain structure by a factor of almost 2. It is shown that the effect of the magnetic field retards the reconstruction of the dislocation substructure under the creep of copper, which improves strength characteristics.

**Keywords:** dislocation substructure, creep, magnetic field, scalar dislocation density, subgrains.

**Коновалов С.В.** – докт. техн. наук, доц., профессор кафедры физики СибГИУ (654007, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42).  
Тел.: (3843) 46-26-29. Факс: (3843) 46-57-92. E-mail: [konovalon@physics.sibsiu.ru](mailto:konovalon@physics.sibsiu.ru).

**Загуляев Д.В.** – канд. техн. наук, доцент этой кафедры. Тел.: (3843) 78-43-85. Факс: (3843) 46-57-92.  
E-mail: [zagulyaev\\_dv@physics.sibsiu.ru](mailto:zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru).

**Громов В.Е.** – докт. физ.-мат. наук, проф., зав. этой кафедрой. Тел.: (3843) 78-43-66. Факс: (3843) 46-57-92.  
E-mail: [gromov@physics.sibsiu.ru](mailto:gromov@physics.sibsiu.ru).

**Ярополова Н.Г.** – аспирантка этой кафедры. Тел.: (3843) 78-43-66. Факс: (3843) 46-57-92.  
E-mail: [Lng\\_2007\\_85@mail.ru](mailto:Lng_2007_85@mail.ru).

**Комиссарова И.А.** – студентка СибГИУ. Тел.: (3843) 78-43-66. Факс (3843) 46-57-92. E-mail: [I.R.I.SS@yandex.ru](mailto:I.R.I.SS@yandex.ru).

**Иванов Ю.Ф.** – докт. физ.-мат. наук, проф., гл. науч. сотр. ИСЭ СО РАН (634000, г. Томск, пр. Академический, 2/3).  
Тел.: (3822) 49-17-13. E-mail: [yufi55@mail.ru](mailto:yufi55@mail.ru).

## Введение

Исследования методами электронной дифракционной микроскопии особенностей формирования дислокационной субструктуры при пластическом деформировании реальных материалов во внешнем магнитном поле способны дать важную информацию о физических процессах в подсистеме структурных дефектов, недоступную другим методам исследования. В настоящее время установлено, что воздействие магнитным полем приводит к ступенчатому снижению скорости ползучести в зависимости от его индукции. Зависимость времени до разрушения образца меди от индукции магнитного поля имеет пороговый характер. Выявлено, что использование магнитного поля с индукцией до 0,3 Тл обуславливает увеличение микротвердости с последующей ее релаксацией. Обнаружено, что эффект магнитной обработки зависит не только от индукции магнитного поля, но и от времени выдержки в нем. Показано, что скорость нарастания эффекта влияния магнитного поля определяется временем выдержки в нем [1].

Анализ теоретических и экспериментальных работ по пластической деформации в условиях воздействия магнитными полями позволяет сформулировать ряд гипотез о механизмах их влияния на процесс пластической деформации. Все они сводятся к тому, что воздействие магнитных полей приводит к спиновой конверсии в примесных центрах, вызывающей перестройку их электронной структуры и соответствующее снижение их взаимодействия с дислокациями, — это облегчает перемещение дислокаций (пластифицирует материал), уменьшая связанные со средним пробегом между препятствиями характеристики деформации [2–4].

Однако большая часть гипотез базируется на исследованиях, выполненных на чистых металлах и твердых растворах, находящихся в монокристаллическом состоянии, тогда как большинство используемых на практике материалов являются поликристаллическими. Соответственно, и разработанные гипотезы влияния внешних энергетических воздействий на деформационное поведение металлических материалов в большинстве случаев нельзя обобщить на поликристаллы.

Цель настоящей работы — изучение влияния магнитного поля на тонкую структуру поликристаллических материалов, подвергнутых процессу пластической деформации в условиях ползучести.

Она является продолжением научных исследований, проводимых на кафедре физики СибГИУ, направленных на раскрытие физических механизмов влияния магнитных полей на металлические материалы с различной кристаллической структурой.

## Материалы и методика исследований

Материалом исследования служила поликристаллическая медь марки М006. Она применяется для изготовления кабельно-проводниковой продукции, наиболее подверженной процессу ползучести. Были использованы плоские образцы с размером рабочей части  $150 \times 5 \times 0,46$  мм, полученные деформированием прокаткой при комнатной температуре из цилиндрических образцов диаметром 1,2 мм. Степень деформации составляла 58 % (конечная толщина 0,5 мм).

Перед испытаниями на ползучесть структуру материала приводили в равновесное состояние путем рекристаллизационного отжига в течение 2 ч при температуре 700 °С с последующим охлаждением в воде, которое необходимо для снятия окалины, возникающей при отжиге [5]. Испытания в режиме ползучести осуществляли при постоянном растягивающем напряжении  $\sigma = 130$  МПа и температуре 25 °С до разрушения образцов. Первая половина из них деформировалась в условиях внешнего магнитного поля с индукцией 0,35 Тл, вторая — в обычных условиях.

Для исследования процессов пластической деформации металлов в условиях ползучести использовали модернизированную испытательную машину. Она работает совместно с программным комплексом, предназначенным для записи данных удлинения образца в процессе эксперимента, а также имеет возможность анализа стадий ползучести и аппроксимации кривых ползучести [6, 7].

Источником магнитного поля служил постоянный электромагнит, имеющий возможность регулирования индукции магнитного поля. Индукцию магнитного поля контролировали миллитесламетром ТПУ с точностью до  $1 \cdot 10^{-3}$  Тл.

Исследования дислокационной субструктуры (ДСС) образцов осуществляли методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии фольг на просвет при помощи электронного микроскопа ЭМ-125. Фольги готовили из объема материала, прилегающего к зоне разрушения. Для получения фольг, пригодных для анализа в электронном

микроскопе, образцы разрезали на пластинки толщиной 0,3 мм на электроискровом станке. Режим резки образцов был подобран таким образом, что не вносил дополнительной деформации и, следовательно, не влиял на структуру образца. Затем эти пластинки механически шлифовали на наждачной бумаге (зернистость — 0) до толщины 0,1 мм и полировали электролитически в растворе кислот. Окончательная толщина мест, пригодных для просвечивающего электронно-микроскопического анализа, составляла 150—200 нм. Изображения тонкой структуры материала были использованы для классификации морфологических признаков структуры [8].

Скалярную плотность дислокаций измеряли методом секущих с поправкой на невидимость дислокаций [8, 9]. В качестве испытательной линии применялась прямоугольная сетка. Тогда скалярную плотность дислокаций на микрофотографиях, полученных при электронно-микроскопическом исследовании, можно определить следующим образом:

$$\langle \rho \rangle = \frac{M}{t} \left( \frac{n_1}{l_1} + \frac{n_2}{l_2} \right),$$

где  $M$  — увеличение микрофотографии;  $n_1$  и  $n_2$  — число пересечений дислокациями горизонтальных и вертикальных линий;  $l_1$  и  $l_2$  — суммарная длина соответственно горизонтальных и вертикальных линий;  $t$  — толщина фольги.

Скалярную плотность дислокаций устанавливали отдельно для каждого типа ДСС. Ее среднюю величину рассчитывали с учетом объемной доли каждого из типов присутствующих дислокационных субструктур по следующей формуле:

$$\langle \rho \rangle = \sum_i P_{V_i} \rho_i,$$

где  $\rho_i$  — скалярная плотность дислокаций в определенном типе дислокационной субструктуры;  $P_{V_i}$  — объемная доля материала, занятого этим типом ДСС.

Для обработки данных применяли стандартные методы математической статистики [10]. Ошибка измерения плотности дислокаций не превышала 20 %. Представленные ниже значения скалярной плотности дислокаций получены по результатам усреднения и статистической обработки не менее 10 измерений из разных областей фольги с использованием не менее 3 фольг на каждый образец и не менее 5 образцов для каждого режима испытаний.

## Результаты исследований и их анализ

### Исходная дислокационная структура поликристаллической меди

В объеме зерен меди выявлена разнообразная ДСС, характерные электронно-микроскопические изображения которой представлены на рис. 1 и 2. Наблюдаются следующие особенности ДСС: хао-

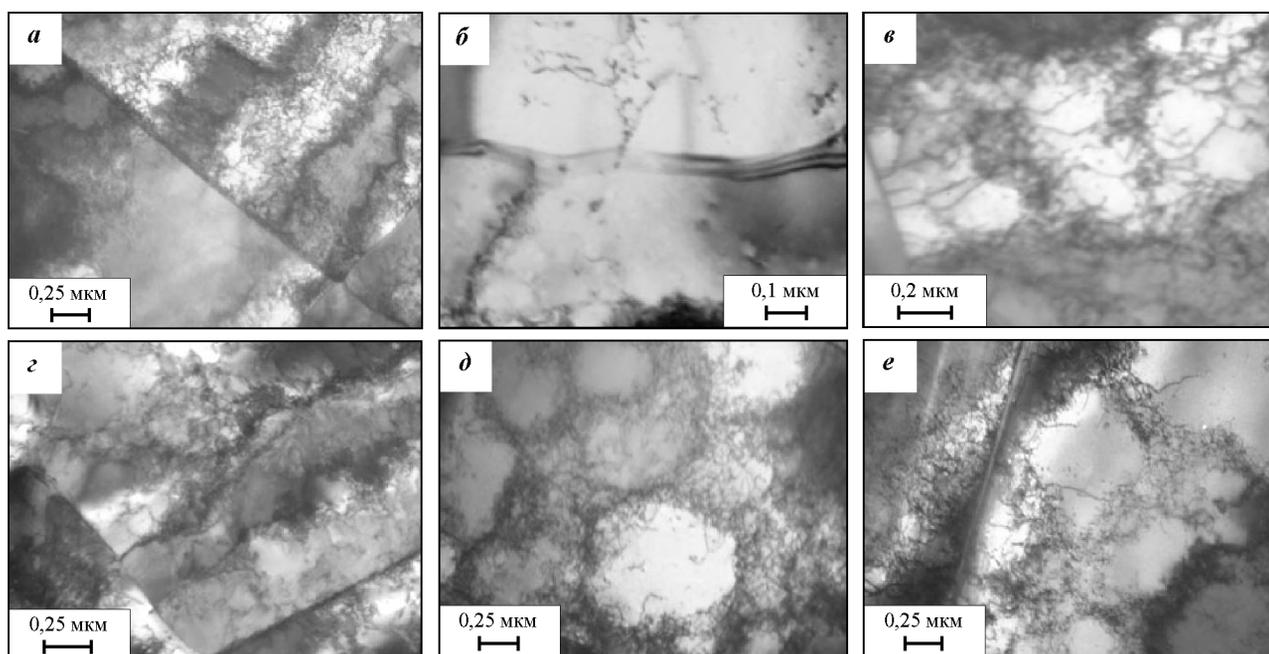


Рис. 1. ДСС, присутствующая в меди исходного состояния

*a, б* — структура дислокационного хаоса; *в* — дислокационные сгущения; *г* — оборванные субграницы; *д, е* — ячеистая субструктура

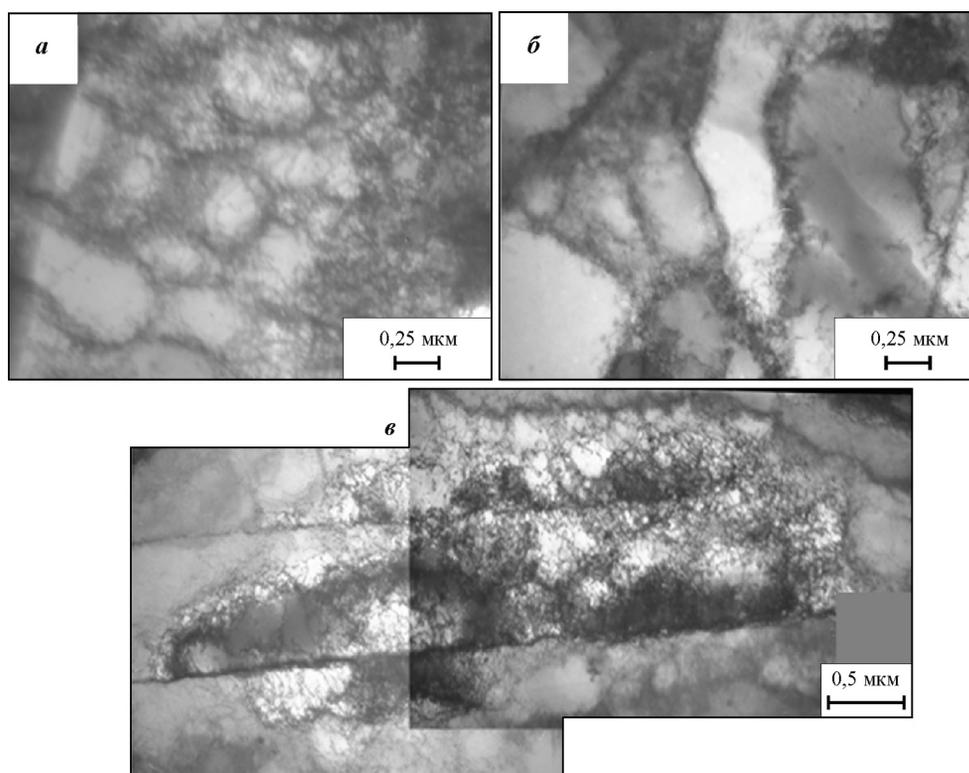


Рис. 2. Различные стадии формирования полосовой субструктуры в меди исходного состояния

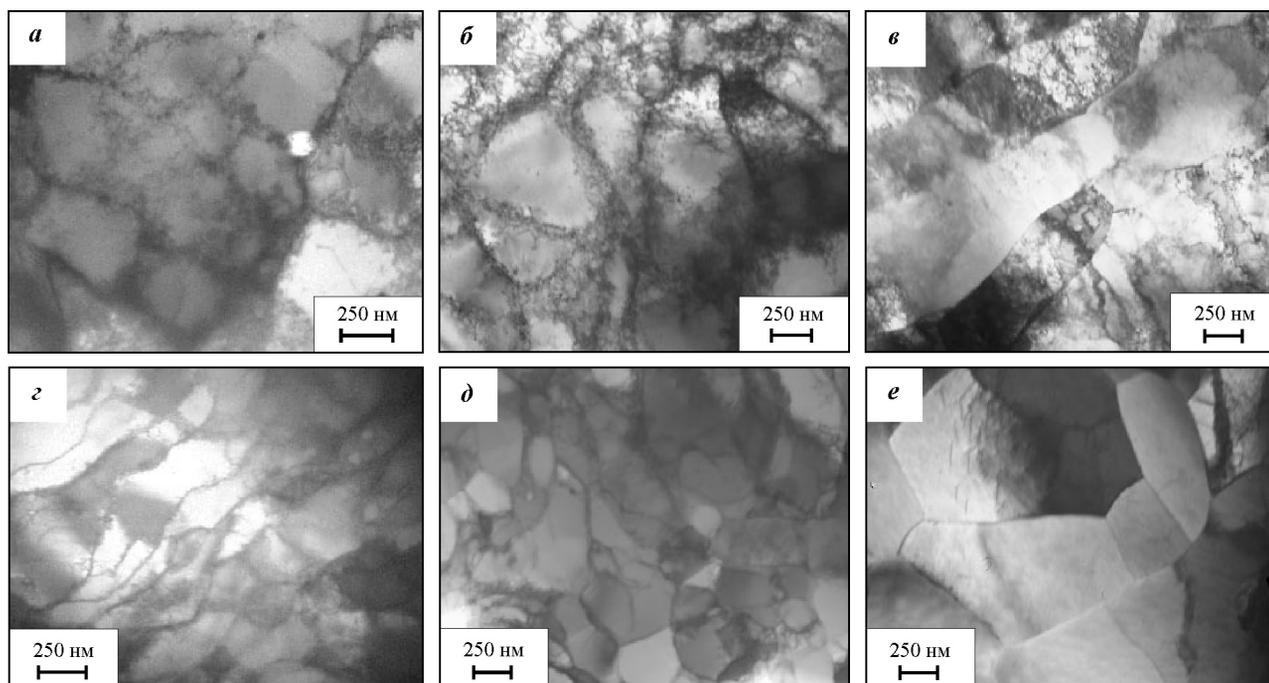
тически распределенные дислокации (рис. 1, *a, б*); дислокационные сгущения (рис. 1, *в*); ячеистая субструктура различной степени совершенства (рис. 1, *г, д*); оборванные субграницы (рис. 1, *е*); полосовая субструктура на различных этапах формирования (рис. 2). Основным типом ДСС являются дислокации, распределенные хаотически, их относительное содержание  $\sim 56\%$ . Несколько меньший объем материала занимает ячеистая дислокационная субструктура —  $36\%$ . Относительные объемы материала, занятые сгущениями, сетчатой, полосовой субструктурами и оборванными субграницами, невелики и составляют 3, 5, 3 и 2 % соответственно. Следует отметить, что в объеме ячеек и в полосовой субструктуре выявляются сетчатая дислокационная субструктура и дислокации, распределенные хаотически. Размеры ячеек изменяются в пределах от 0,5 до 1,0 мкм.

Величина скалярной плотности дислокаций, являющаяся количественной характеристикой субструктуры, зависит от типа ДСС. Так, в структуре дислокационного хаоса  $\langle \rho \rangle$  изменяется в пределах от  $(0,5 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$  до  $(1,0 \pm 0,2) \cdot 10^{10}$  см $^{-2}$ ; в сетчатой ДСС — от  $(3,0 \pm 0,5) \cdot 10^{10}$  до  $(5,0 \pm 0,9) \cdot 10^{10}$  см $^{-2}$ . В среднем по материалу (с учетом относительного содержания типов ДСС) скалярная плотность дислокаций в

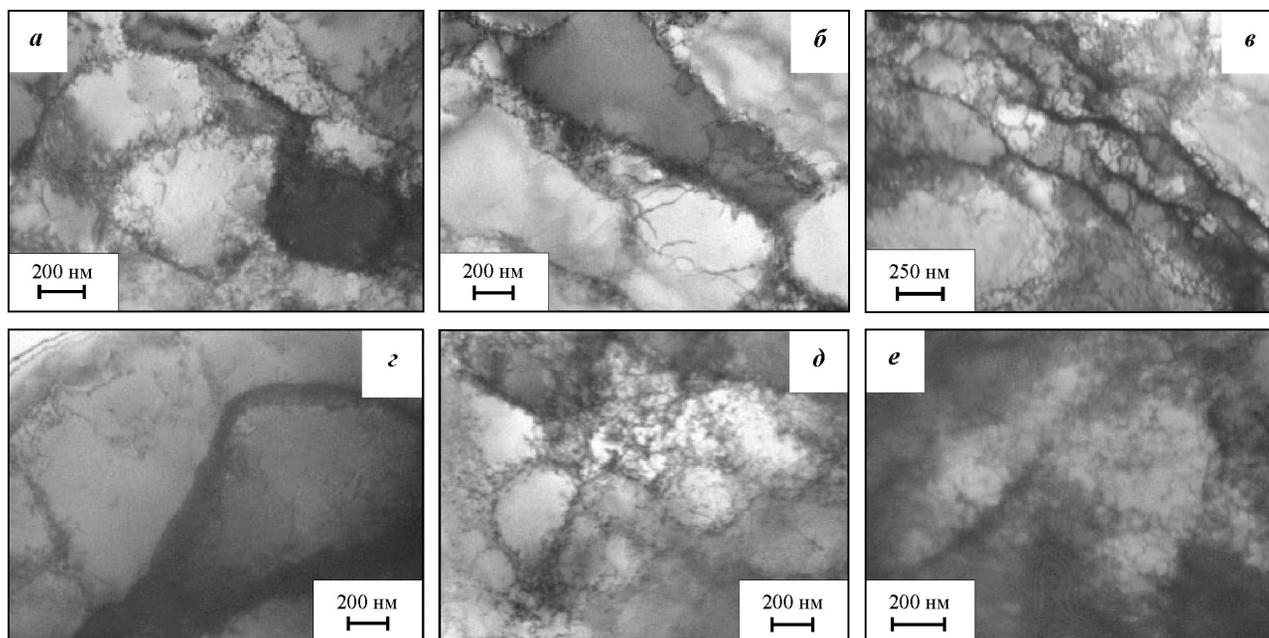
меди перед испытаниями на ползучесть составляет  $\sim (1,7 \pm 0,3) \cdot 10^{10}$  см $^{-2}$ .

### ДСС меди, формирующиеся при разрушении в условиях ползучести

Испытания меди на ползучесть вплоть до разрушения (независимо от условий проведения испытаний — с магнитным полем или без него) привели к формированию в материале спектра ДСС, характерные электронно-микроскопические изображения которых представлены на рис. 3. Выявлены зерна, содержащие хаотически распределенные дислокации и дислокации, формирующие сетчатую субструктуру, ячеистую субструктуру различной степени совершенства (рис. 3, *a, б*), полосовую субструктуру (рис. 3, *в, г*) и субзерна (рис. 3, *д, е*). В незначительном количестве (единицы процентов) наблюдаются также дислокационные сгущения и оборванные субграницы. Субструктура дислокационного хаоса обнаружена в ячейках, полосах и субзернах (фрагментах); исключительно в ячейках присутствует сетчатая дислокационная субструктура (рис. 4). Очевидно, что разнообразие ДСС обусловлено как различной ДСС зерен исходного состояния, так и различным уровнем деформации зерен



**Рис. 3.** ДСС, присутствующая в меди, разрушенной в результате ползучести  
*a, б* – ячеистая субструктура; *в, г* – полосовая; *д, е* – субзеренная



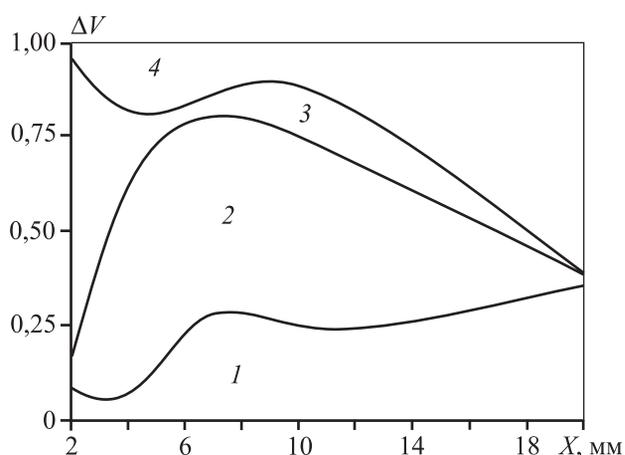
**Рис. 4.** ДСС, формирующаяся в меди при ползучести  
*a–г* – хаотически распределенные дислокации; *д, е* – сетчатая дислокационная субструктура

вследствие их разной ориентации по отношению к оси деформации (мягкая и жесткая ориентация).

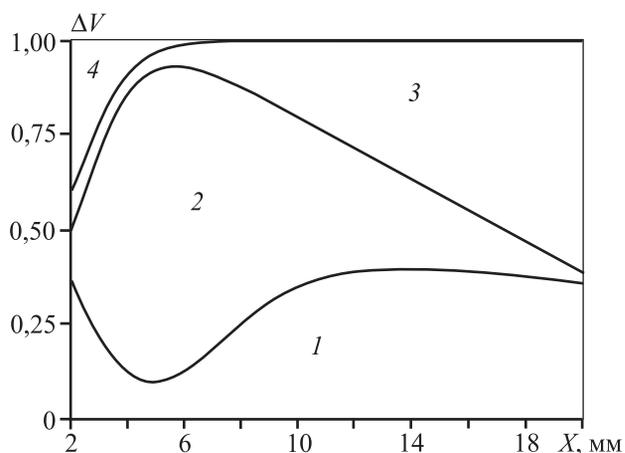
Выполненные исследования показывают, что выявленные ДСС определенным образом распределены по объему образца в зависимости от расстояния

до поверхности разрушения и условий проведения испытаний на ползучесть (отсутствие или наличие магнитного поля) (рис. 5, 6).

Анализируя результаты, представленные на рис. 5, можно отметить, что при ползучести меди без



**Рис. 5.** Диаграмма ДСС, выявленных в меди, разрушенной в условиях ползучести (испытания без магнитного поля)  
 1 — ячеистая субструктура; 2 — полосовая; 3 — субзерна;  
 4 — другие типы ДСС зерна (хаотическая + сетчатая + сгущения)



**Рис. 6.** Диаграмма ДСС, выявленных в меди, разрушенной в условиях ползучести при наложении магнитного поля  
 1 — ячеистая субструктура; 2 — полосовая;  
 3 — зеренная (хаотическая + сетчатая + сгущения); 4 — субзеренная

наложения магнитного поля основным типом ДСС вблизи от зоны разрушения является субзеренная. По мере удаления от зоны разрушения объемная доля материала, занятого ячеистой субструктурой и зернами, содержащими хаотически распределенные дислокации, дислокационные сетки и сгущения, увеличивается; субзернами — уменьшается, а полосовой субструктурой — изменяется по кривой с максимумом, достигаемым на расстоянии 4–10 мм от поверхности разрушения.

Из данных рис. 6 следует, что основными типами ДСС вблизи от зоны разрушения являются субзеренная и ячеистая. По мере удаления от зоны разрушения объемная доля материала, занятого

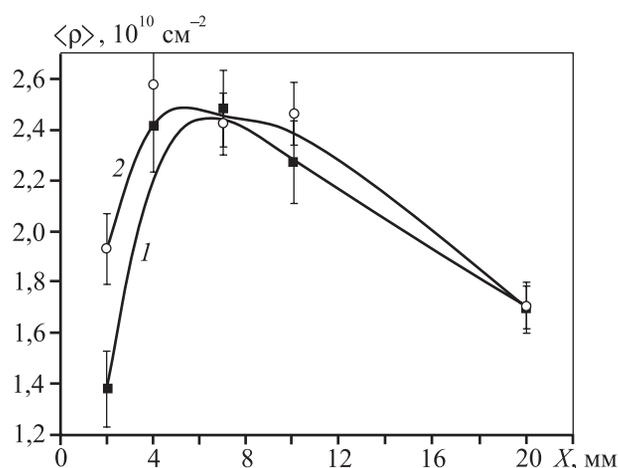
ячеистой субструктурой, изменяется незначительно; занятого зеренной, содержащей хаотически распределенные дислокации, дислокационные сетки и сгущения, — возрастает; субзернами — снижается, а полосовой субструктурой — изменяется по кривой с максимумом, достигаемым на расстоянии 4–7 мм от поверхности разрушения.

Сопоставляя полученные результаты (см. рис. 5 и 6), можно отметить, что условия ползучести (с магнитным полем или без него) не оказывают влияния на градиент дислокационной субструктуры материала.

Одной из основных количественных характеристик дислокационной субструктуры является скалярная плотность дислокаций  $\langle \rho \rangle$ , определяемая при электронно-микроскопических исследованиях методом случайно брошенных секущих [9]. В анализируемом нами материале этот показатель оценивали для субструктур, содержащих хаотически распределенные дислокации и дислокации, формирующие сетчатую субструктуру. Выполненный таким образом количественный анализ ДСС меди, разрушенной в условиях ползучести, показал, что величина скалярной плотности хаотически распределенных дислокаций зависит от типа ДСС, в которой она располагается. Так, в зернах меди и в ячеистой субструктуре плотность хаотически распределенных дислокаций  $\langle \rho \rangle \sim (2,1 \pm 0,4) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , в полосовой субструктуре  $\langle \rho \rangle \sim (2,6 \pm 0,4) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , в субзернах  $\langle \rho \rangle \sim (1,1 \pm 0,2) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Величина скалярной плотности дислокаций, формирующих сетчатую ДСС, составляет  $\langle \rho \rangle \sim (4,4 \pm 0,6) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Сопоставление соответствующих величин скалярной плотности дислокаций, расположенных в структуре меди, не выявило зависимости данной характеристики материала от расстояния до поверхности разрушения и от условий проведения испытаний (с магнитным полем или без него).

Зависимости средней по материалу скалярной плотности дислокаций от расстояния до поверхности разрушения для меди, испытанной на ползучесть в условиях наложения магнитного поля и без него, приведены на рис. 7. Анализируя представленные результаты, можно отметить, что значимое различие показателя  $\langle \rho \rangle$  при разрушении меди в магнитном поле и без него выявляется лишь в объеме материала, прилегающем к поверхности разрушения.

Таким образом, установлено, что в количественном отношении типов ДСС выявляются особенности при разрушении в магнитном поле. А именно — вблизи зоны разрушения основным типом ДСС



**Рис. 7.** Зависимость скалярной плотности дислокаций, усредненной с учетом субструктурных составляющих меди, от расстояния до поверхности разрушения

1 – ползучесть без магнитного поля

2 – ползучесть в условиях наложения магнитного поля

в меди, деформированной в условиях ползучести без магнитного поля, является субзеренная структура, относительное содержание которой при наложении магнитного поля снижается практически в 2 раза. Это позволяет заключить, что магнитное поле замедляет скорость перестройки дислокационной субструктуры при ползучести меди.

Следует также констатировать, что скалярная плотность дислокаций существенно выше в образце, разрушенном в условиях наложения магнитного поля. Это приводит к выводу, что наложение магнитного поля обеспечивает торможение процессов перестройки дислокационной субструктуры, не позволяя дислокациям выйти на границы и субграницы из объема зерен, субзерен и ячеек. Данное заключение хорошо согласуется с выводами, вытекающими из анализа изменения дислокационной субструктуры, разрушенной при ползучести в магнитном поле.

Таким образом, при деформации меди в присутствии магнитного поля снижается подвижность дислокаций и, как следствие, происходит замедление процессов перестройки дислокационных субструктур, что незамедлительно приводит к повышению прочностных характеристик. В частности, увеличивается микротвердость и снижается скорость ползучести [1].

## Выводы

1. Установлено, что субструктура исходного состояния меди характеризуется наличием большого спектра типов ДСС.

2. Выявлено, что вблизи зоны разрушения основным типом ДСС в меди, деформированной в условиях ползучести без магнитного поля, является субзеренная структура.

3. Определено, что наложение магнитного поля приводит к снижению в 2 раза относительного содержания субзеренной структуры в меди.

4. Показано, что воздействие магнитного поля замедляет скорость перестройки дислокационной субструктуры при ползучести меди, что приводит к увеличению ее прочностных характеристик.

*Работа выполнена при финансовой поддержке*

*РФФИ (проект № 14-08-00506а),*

*гранта Президента Российской Федерации*

*для государственной поддержки молодых российских*

*ученых — докторов наук (проект МД-2920.2015.8)*

*и государственного задания № 3.1496.2014/К.*

## Литература

1. Загуляев Д.В., Литвиненко Н.Г., Комисарова И.А. и др. Особенности и закономерности изменения кинетики ползучести меди в магнитном поле // Цв. металлы. 2013. № 4. С. 74—77.
2. Урусовская А.А., Альшиц В.И., Смирнов А.Е. и др. Эффекты магнитного воздействия на механические свойства и реальную структуру немагнитных кристаллов // Кристаллография. 2003. № 5. С. 855—872.
3. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Колдаева М.В. и др. Магнитопластический эффект: основные свойства и физические механизмы // Кристаллография. 2003. № 5. С. 826—854.
4. Головин Ю.И. Магнитопластичность твердых тел: Обзор // Физика тв. тела. 2004. № 5. С. 769—803.
5. Захаров Б.П. Термическая обработка металлов. Свердловск: Машгиз, 1957.
6. Коновалов С.В., Данилов В.И., Зуев Л.Б. и др. Автоматизированная установка для регистрации и анализа ползучести металлов и сплавов // Завод. лаборатория. Диагностика материалов. 2007. № 8. С. 64—66.
7. Дружилов А.С., Коновалов С.В., Филиппев Р.А. и др. Исследовательский комплекс изучения ползучести // Загот. пр-ва в машиностроении. 2007. № 2. С. 25—27.
8. Фрактография и атлас фрактограмм: Справ. изд. / Пер. с англ. Под ред. Дж. Феллоуза. М.: Металлургия, 1982.
9. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973.
10. Митропольский А.К. Техника статистических вычислений. М.: Физматлит, 1961.