

PACS numbers: 61.72.Ff, 61.72.Mm, 61.72.Nn, 68.37.Lp, 68.55.Jk, 81.20.Wk, 81.65.Ps

## Послойная эволюция микроструктуры в сплаве Cu–Zn после пескоструйной обработки

Ю. Н. Петров, М. А. Васильев, Л. Н. Трофимова, В. С. Филатова

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,  
бульв. Акад. Вернадского, 36,  
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) высокого разрешения изучены структурные изменения в сплаве Cu–37 Zn (масс.%) после двухсторонней пескоструйной поверхностной обработки (ППО). Установлено, что в приповерхностных слоях этого сплава с низкой энергией дефекта упаковки и ближним порядком образуется нанокристаллическая (НК) структура. Приведены параметры, характеризующие изменение размеров НК-зерен и полигональных структур. Обсуждена роль множественного двойникования (микродвойникования) в измельчении зеренной структуры сплава.

Методом ПЕМ високої роздільної здатності вивчено структурні зміни в стопі Cu–37 Zn (мас.%) після двосторонньої піскоструминного поверхневого оброблення (ППО). Встановлено, що в приповерхневих шарах цього стопу з низькою енергією дефекту пакування та близьким порядком утворюється нанокристалічна (НК) структура. Наведено параметри, які характеризують зміни розмірів НК-зерен та полігональних структур. Обговорено роль багатовимірної двійниковання (мікродвійниковання) у подрібненні зернуватості структури стопу.

The structural changes in a Cu–37 Zn (wt.%) alloy after bilateral surface sandblasting is studied by TEM. As revealed in near-surface layers of this alloy with low stacking-faults energy and short-range order, the nanocrystalline structure is formed. The parameters characterizing a change of the sizes of nanograins and polygonal structures are presented. The role of the many-dimensional twinning (microtwinning) in milling grain structure of an alloy is discussed.

**Ключевые слова:** ПЭМ, поверхностная обработка, зерна, двойники, ближний порядок, дефекты упаковки.

*(Получено 10 февраля 2006 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Известно, что многие эксплуатационные свойства металлических материалов зависят от структуры и свойств их приповерхностной области. Поэтому оптимизация поверхностной структуры имеет большое значение для улучшения срока службы материалов. В связи с этим большой интерес представляют новые технологии обработки металлических поверхностей, в частности, при которых в поверхностных слоях формируются нанокристаллические структуры. Исследования нанокристаллических (НК) материалов [1–6], которым в последнее время уделяется повышенное внимание, показали, что их свойства существенно отличаются от свойств соответствующих крупнокристаллических материалов, что обусловлено их специфической структурой. К нанокристаллическим (НК) металлам и сплавам принято относить материалы с размерами зерен  $\leq 100$  нм, к ультрамикрокристаллическим (УМК) — в пределах 100–1000 нм и микрокристаллическим (МК) — с размерами порядка микрона и более. Одним из способов создания таких нанокристаллических поверхностных слоев (НКПС) является измельчение зерен в поверхностном слое массивного образца до нанометрового размера путем интенсивной механической обработки [2]. Недавние исследования показали, что НКПС можно сформировать, в частности, пескоструйной обработкой поверхности [7].

Целью настоящей работы является детальный анализ механизма эволюции микро структурных состояний по глубине модифицированного слоя в пластинах латуни после ППО.

## 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Для проведения исследования был использован ГЦК-сплав Cu–37 Zn (мас. %), энергия дефекта упаковки (ЭДУ) которого порядка  $15 \text{ мДж} \cdot \text{м}^{-2}$  и который склонен к ближнему упорядочению.

Поверхности пластин толщиной 245 мкм, подвергались двухсторонней пескоструйной обработке. Порошок  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , размером 250 мкм, подавался на поверхности пластины под давлением 4 атм. в течение 20 с. Средняя шероховатость после пескоструйной обработки (ПОП) была в пределах 2,2–3 мкм.

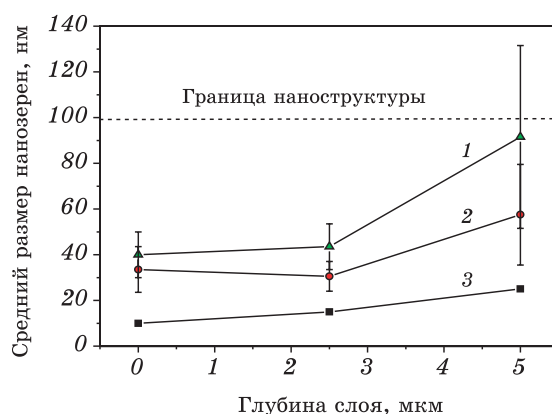
Структуру сплава исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), используя электронный микроскоп JEM-2000FXII при ускоряющем напряжении 200 кВ. Эволюцию дислокационной структуры по глубине пластины изучали путем послойного анализа структуры сечений фольги, параллельных обработанной поверхности, на глубинах: 2,5, 5, 15, 30 и 60 мкм. Слой удаляли электролитической полировкой в электролите: уксусная

кислота — 800 мл,  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  — 160 г при температуре 20°C на приборе Tenipol-3. Когда в процессе утонения фольги достигалась необходимая толщина удаляемого слоя, одна из ее сторон закрывалась тефлоновой пленкой, и полировка продолжалась до появления отверстия. Кристаллическая структура выбранных областей определялась методом электронной дифракции, полученной с применением селекторных диафрагм разного диаметра. Средние параметры дислокационной структуры определяли непосредственным измерением длины и ширины НК-, УМК- и МК-зерен (ячеек) на 50 разных участках исследуемого образца.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Электронно-микроскопическое исследование фольг сплава, полученных на разном расстоянии от обработанной поверхности, показало существование трех структурных слоев. Наиболее близкий к обработанной поверхности слой, протяженность которого по глубине составляет примерно 5 мкм, соответствует НК-состоянию; второй, состоящий из смеси НК-, УМК- и МК-структур, залегает глубже 5 мкм и достигает 30 мкм. И, наконец, внутренний слой, состоящий из элементов УМК- и МК-структур, простирается в глубь образца от 60 мкм до срединных слоев. Изменение параметров нанозерен по толщине пластины латуни в нанокристаллическом слое после двухсторонней ППО представлено на рис. 1.

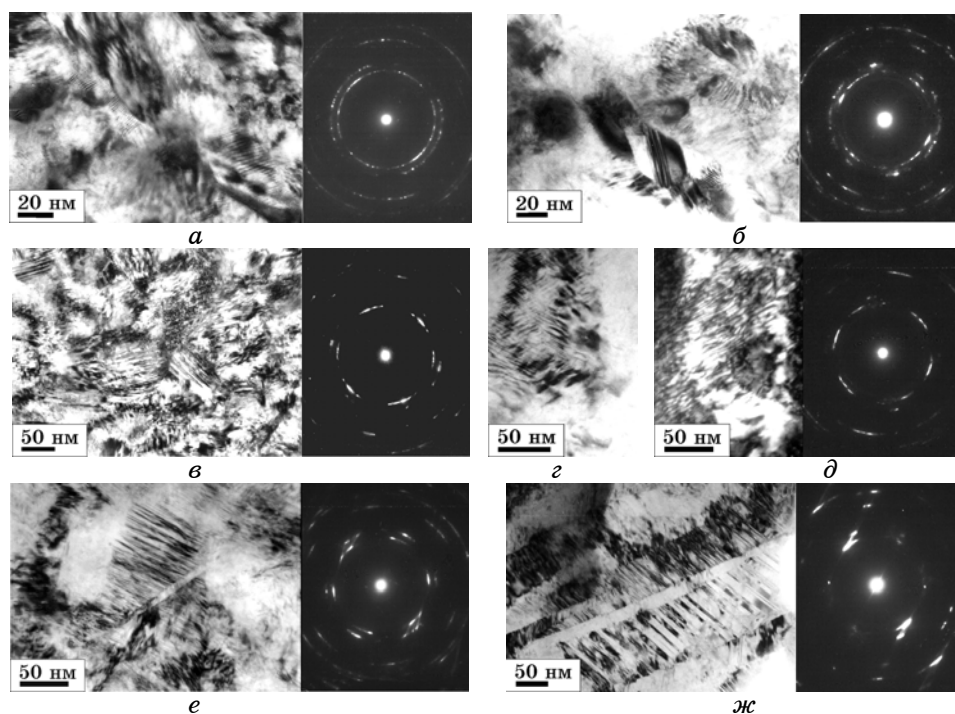
Результаты электронно-микроскопического исследования влияния ППО на дислокационную структуру сплава Cu–Zn в слое с НК-структурой представлены на рис. 2. Типичная микроструктура по-



**Рис. 1.** Распределение размеров нанозерен и стандартного распределения  $s$  по глубине пластины сплава Cu–Zn: 1 — максимальный размер нанозерен; 2 — минимальный размер нанозерен; 3 — размер картин муара.

верхности пластины показана на рис. 2, *а*. Зерна имеют преимущественно равноосную форму. Соответствующая дифракционная картина отвечает поликристаллической структуре и состоит из сплошных дифракционных колец с большим числом точечных рефлексов, которые относительно равномерно распределены по окружности. Нанозерна в этом слое разориентированы на большие углы [8]. В менее деформированных областях сплава (на глубине порядка 2,5 мкм) степень равноосности нанозерен меньше (рис. 1), а внутри их иногда наблюдаются тонкие двойники (рис. 2, *б*).

Структура сплава в слое на глубине 5 мкм неоднородна по размеру зерен (рис. 1). Участкам с нанозеренной структурой соответствуют кольцевые микродифракции. Внутри НК-зерен наблюдаются



**Рис. 2.** Микроструктуры и соответствующие им электронограммы сплава Cu–Zn после ППО в поверхностном слое (*а*), на глубине 2,5 мкм (*б*) и 5 мкм (*в–ж*): *а* — нанозерна; *б* — совершенные ультратонкие двойники в нанозерне; *в* — три нанозерна с разными системами двойникования; *г* — светлопольное изображение внутренней структуры УМК-зерна; *д* — темнопольное изображение расщепленных дислокаций в УМК-зерне, полученное в сегменте дифракционного кольца (111) (плоскость ОР (110)); *е* — фрагментация ультратонкими двойниками УМК-зерен; *ж* — УМК-двойников с внутренними микродвойниками.

ультратонкие двойники деформации разной толщины, расстояние между которыми находится в интервале от  $\sim 2,5$  до 30 нм (рис. 2, *в*). Стандартное отклонение  $s$  максимального среднего размера зерен оказалось в интервале размеров, соответствующих УМК-зернам, которые дают точечно-кольцевую дифракционную картину и сложный дифракционный контраст в светлом поле (рис. 2, *г*), который был изучен с помощью темнопольного метода. На рис. 2, *д* представлена темнопольная микрофотография дислокационной структуры одного из УМК-зерен, полученная во фрагменте дифракционного кольца (111). На снимке виден один из наборов расщепленных дислокаций, расстояние между которыми составляет  $\sim 2,5$ –5 нм. Следовательно, дифракционный контраст в УМК-зерне, наблюдаемый в светлом поле, обусловлен двумя наборами расщепленных дислокаций с разными векторами Бюргерса, но принадлежащими одной плоскости скольжения.

Следует отметить, что в структуре слоя, глубиной до  $\sim 5$  мкм, на фоне НК-зерен присутствуют округлой формы картины муара, которые обычно возникают на межзеренной поверхности двух тонких кристаллов при их наложении от границ наклона и границ кручения, отличающихся небольшим углом разориентировки до  $\sim 10^\circ$ . Размеры картин муара оказались как сопоставимыми с размерами нанозерен, так и меньше их (см. рис. 1). Муаровые узоры отмечены также в местах пересечения микродвойников и по границам перекрывающихся тонких зерен, которые возможно имеют линзовидную форму.

Структура областей, имеющих точечно-кольцевую микродифракцию, как правило, характеризует стадию дробления УМК-двойников, которые содержат внутренние двойники, НК-размеров. Процесс осуществляется путем прохождения через них ультратонких двойников в поперечном и продольном направлениях (рис. 2, *е*, *ж*). Толщина ультратонких двойников зависит от размеров УМК-двойников и изменяется в интервале от  $\sim 7$  до  $\sim 20$  нм. Интенсивное многократное двойникование, вызывающее дробление двойников, сопровождается образованием двойников деформации разного масштаба. Так внутри двойников толщиной 100 нм наблюдаются ультратонкие двойники, толщиной 8 нм, на расстоянии 1,5–30 нм, которые принадлежат другой системе двойникования (рис. 2, *ж*). Полученные от структур (рис. 2, *е*, *ж*) микродифракции имеют плоскости ОР (110), на дифракционном кольце (111) которых выделяется симметричная пара очень интенсивных структурных рефлексов типа (111), размытых по азимуту в угловом интервале  $\sim 5$ – $7^\circ$ . От этих рефлексов по направлению к ближайшему двойниковому рефлексу идут короткие тяжи. Видно, что тяжи расщеплены, а двойниковые рефлексы размыты по азимуту в угловом интервале от  $\sim 7,5$  до  $13^\circ$ . В общей размытости двойникового рефлекса можно

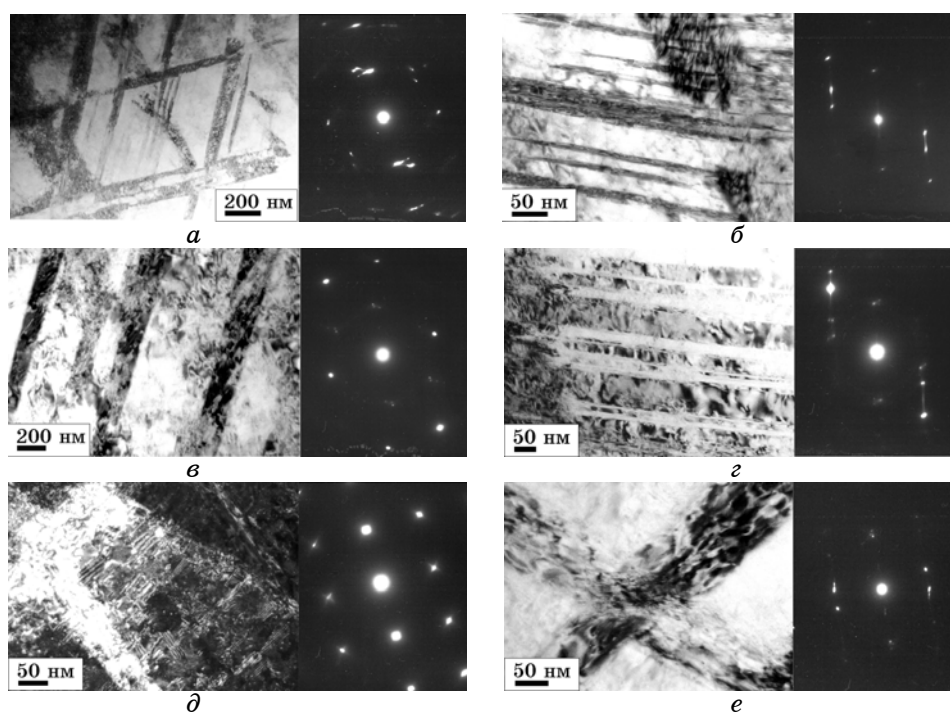
выделить отдельные рефлексы, соответствующие азимутальной разориентировке  $\sim 3-5^\circ$ . Следовательно, механизм измельчения совершенных УМК-двойников в НК-слое, очевидно, состоит в прохождении через них ультратонких двойников или многократном микродвойниковании внутри них. В результате между фрагментами двойника, оказавшихся по разные стороны ультратонкого двойника, появляются малоугловые разориентировки, что сопровождается расщеплением тяжей и сильным размытием по азимуту структурных и двойниковых рефлексов.

Установлено, что на глубине слоя до 5 мкм все дифракционные картины соответствуют плоскости ОР (110), а в интервале от 2,5 до 5 мкм на дифракционных кольцах (111) наблюдается неравномерное распределение точечных рефлексов по окружности. Большая часть рефлексов группируется по дугам с азимутальным размытием до  $\sim 25^\circ$ . Число пар симметричных дуг варьируется от 1 до 3. Изучение НК-микроструктур и соответствующих им кольцевых электронограмм в слое на глубине 5 мкм показало, что число пар симметричных дуг на дифракционных картинах зависит от числа различных систем двойникования, действующих в соседних зернах. Например, если двойникование в соседних нанозернах идет по трем разным системам двойникования, то на микродифракции первого наиболее интенсивного дифракционного кольца (111) наблюдаются три пары симметричных дуг (см. рис. 2, в). Преобладание в зернах ориентировки ОР {110} и группирование рефлексов вдоль определенных кристаллографических направлений, которое проявляется в виде дуг сплошной интенсивности, могут свидетельствовать о наличии аксиальной текстуры и образовании малоугловых разориентировок, а большая интенсивность рефлексов — о высоких локальных внутренних напряжениях [9]. Наблюдаемая в НК-слое аксиальная текстура с осью зоны ОР [110], возможно, является следствием того, что в ГЦК-кристаллах вдоль направления типа [110] пересекаются четыре плоскости двойникования и скольжения типа {111}. Очевидно, при двухсторонней ППО эти плоскости разворачиваются так, чтобы стать параллельно направлению действия деформации и таким образом облегчить процессы скольжения расщепленных дислокаций и образования двойников в сплаве Cu-37% Zn, который имеет низкую ЭДУ и ближний порядок.

Анализ всех электронограмм показал, что на окружности дифракционного кольца (111) имеются отдельные ближайшие рефлексы, которые соответствуют азимутальной разориентировке в интервале  $\sim 5-30^\circ$ , а на кольце (200) —  $\sim 10-20^\circ$ . В том случае, когда соседями оказываются зерна, образовавшиеся в двойниках из разных систем двойникования, разориентировка между ними достигает  $\sim 40-45^\circ$ . «Пятнистый» контраст на изображениях микроструктуры, полученных в светлом и в темном полях, наблюдается вслед-

ствие того, что соседние нанозерна имеют горизонтальную составляющую разориентировки в пределах  $\omega \approx 10\text{--}25^\circ$ . Таким образом, в НК-слое на глубине 5 мкм, путем последовательного процесса скольжения расщепленных дислокаций и образования двойников, которые фрагментируются после прохождения через них ультратонких двойников, происходит дробление первичной МК-структуры. В результате образуется НК-структура из мало- ( $\sim 7^\circ$ ), средне- ( $15\text{--}20^\circ$ ) и сильно- ( $40\text{--}45^\circ$ ) азимутально разориентированных зерен, которые имеют горизонтальную составляющую разориентировки порядка  $10\text{--}25^\circ$ . Структуре также присуща аксиальная текстура с осью зоны ОР [110].

На глубине пластины от 15 до 30 мкм находится УМК- и МК-слой, дислокационная структура которого отличается от структуры



**Рис. 3.** Микроструктуры и соответствующие им микроэлектронogramмы сплава Cu–Zn после ППО на глубине 15 мкм (*a–г*) и 30 мкм (*д, е*): *a* — полигональная двойниковая структура, плоскость ОР (110); *б* — микродвойникование в объеме полигонов, плоскость ОР (110); *в* — микродвойникование в теле толстых двойников, плоскость ОР (130); *г* — полигональная стенка из пакета совершенных двойников, плоскость ОР (110); *д* — темнопольное изображение ДУ в структурном рефлексе (020), видны диффузные эффекты; *е* — нанозерно в месте пересечения двух двойников, плоскость ОР (110).

НК-слоя. Так в слое на глубине 15 мкм, наблюдается ячеистая (полигональная) азимутально разориентированная в пределах  $25\text{--}30^\circ$  структура, которая является результатом многократного двойникования (рис. 3, а). Наблюдаемые двойники имеют совершенную и несовершенную структуру, которая подробно рассмотрена в работе [10]. Количественные параметры двойниковой структуры приведены в табл. 1. Измельчение полигональной УМК-структуры происходит при образовании внутри полигонов тонких двойников деформации, толщиной примерно 1–6 нм (рис. 3, б). На поверхности толстых совершенных двойников при больших увеличениях можно наблюдать двойники толщиной 10 нм одной или двух систем двойникования и блоки, свободные от дислокаций размером около  $20\times 50$  нм, которые образованы ультратонкими двойниками нескольких систем двойникования (рис. 3, в). Среди стенок полигонов встречаются такие, которые представляют собой пачку совершенных двойников, толщиной от 40 до 130 нм, по краям которых располагаются прослойки сдвойникованной и несдвойникованной матрицы (рис. 3, г) [10].

Структура образца на глубине 30 мкм свидетельствует о неоднородности деформации, т.к. фиксируются области с однократным и многократным двойникованием. Внутренние объемы отдельных полигонов представляют собой чередование сдвойникованной и матричной решеток. В структуре матрицы в светлом поле наблюдается сетка из равномерно распределенных дислокационных скоплений. На участке фольги с плоскостью ОР (100) в темном поле можно наблюдать наклонные ДУ с полосчатым контрастом, которые образовались при скольжении расщепленных дислокаций, принадлежащих одной плоскости скольжения, но с разными векторами Бюргерса. Отличительная черта этого слоя состоит в том, что на электронограммах вблизи структурных рефлексов наблюдаются диффузные эффекты, характерные для сплавов с ближним порядком (рис. 3, д).

Известно [10], что в концентрированных твердых растворах с ближним порядком и невысокими значениями ЭДУ, в которых движущиеся дислокации должны не только преодолевать силы трения  $\sigma_F$ , но и разрушать ближний порядок,  $\sigma_0$  оказывается больше  $\sigma_F$ , где  $\sigma_F$  — напряжение трения, а  $\sigma_0$  — напряжение сопротивлению началу пластической деформации. Таким образом, ближний порядок вызывает сопротивление движению дислокаций, в том числе и двойниующих. По этой причине в структуре слоя, на глубине 30 мкм имеются области с однократным двойникованием и несовершенными двойниками, что приводит к общей неоднородности дислокационной структуры. Однако разрушение ближнего порядка на глубине 15 мкм, о чем свидетельствует отсутствие диффузных эффектов вблизи структурных рефлексов, не вызывает значительного уменьшения



размеров вторичных или внутренних полигонов и может служить косвенным подтверждением неполного разрушения ближнего порядка внутри полигонов (см. табл. 1). Следовательно, деформация на глубине 15 мкм является недостаточной для локализованного скольжения расщепленных дислокаций внутри полигонов и протекает, в основном, вблизи двойников, вызывая уширение стенок первичных (вторичных) полигонов, а также внутри несовершенных двойников, разрушая ближний порядок в прослойках несдвойникованной матрицы и облегчая этим процесс образования ДУ.

В слое 15–30 мкм изучали также структуру мест пересечения относительно совершенных двойников толщиной ~60–120 нм, при-

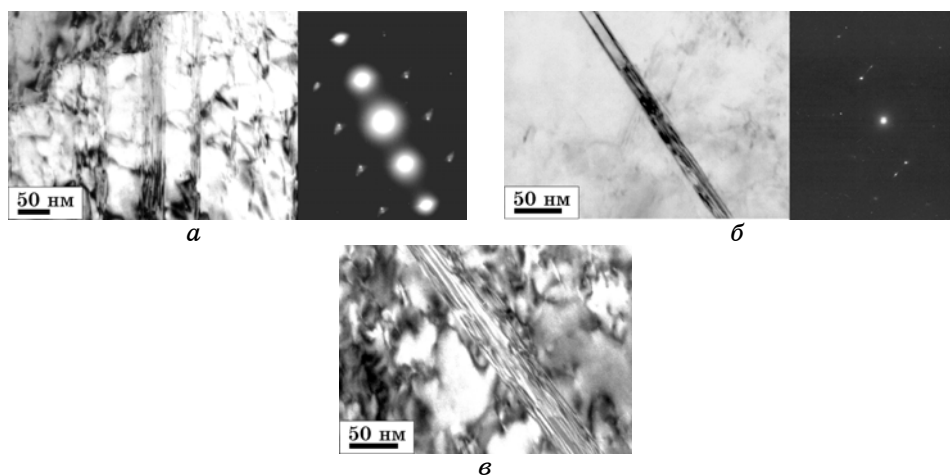
**ТАБЛИЦА 1.** Параметры дислокационной структуры в сплаве Cu–Zn на различной глубине слоя с УМК- и МК-структурой после двухсторонней ППО.

Характеристики дислокационной структуры		Глубина слоя от поверхности, мкм			
		15	30	60	130
Размеры полигонов	Первичные	Образованы ДВ: 0,6×0,6 мкм; 0,8×0,9 мкм	Образованы ДВ: 0,1–1,3× ×2–2,5 мкм	Образованы ДУ: 0,25×0,35 мкм; 0,1×1–2 мкм	Образованы ДУ: 0,25×0,25 мкм; 0,5×1,5 мкм
	Вторичные	Образованы ДВ: 0,1×0,6 мкм	Образованы ДВ: 0,15×0,55 мкм		
Толщина стенок полигонов, перпендикулярных поверхности фольги	Первичные	100–140 нм	65–135 нм	145 нм — ДУ	10–45 нм
	Вторичные	ДВ: 40–100 нм МКДВ: 1–20 нм	20–45 нм	75 нм — ДВ	
Расстояние между ДУ, ДВ и МКДВ в полигонах		ДВ: 40–160 нм МКДВ: 15–85 нм	80–260 нм	1 мкм — ДВ	50–70 нм
Размеры наноблоков в местах пересечения двойников разных систем		20×60 нм (4 ДВ)	25–50×120 нм (2 ДВ)		
Угол разориентировки между наноблоками		5° — внутри одного ДВ 15° — из разных ДВ	6,5° — внутри одного ДВ		
Микродифракция — плоскости зон ОР: (110), (100), (130)		Ближний порядок отсутствует	Есть ближний порядок	Есть ближний порядок	Есть ближний порядок

\* ДУ — двойники упаковки; ДВ — двойники; МКДВ — микродвойники; ДВ/нДВм — сдвойникованная и несдвойникованные; ОР — обратная решетка.

надлежащим разным системам двойникования, и обнаружили нанозерна. Их образование сопровождается появлением на электронограммах дополнительных рефлексов вблизи структурных, которые соответствуют азимутальному углу разориентировки нанозерен (рис. 3, *e*). Размер нанозерен зависит от числа действующих систем двойникования, причем, чем их больше, тем он меньше (табл. 1). Если зерна появляются в объеме одного двойника, то угол разориентировки между ними не превышает  $\sim 6,5^\circ$ , а если в разных, то этот угол достигает  $\sim 15^\circ$ . Вероятно в местах пересечения совершенных двойников, тело которых фрагментировано на блоки ультратонкими двойниками, действуют высокие локальные напряжения, достаточные для разориентировки соседних блоков в объеме одного или нескольких двойников.

Слой на глубине  $\sim 60$  мкм, состоящий из УМК- и МК-зерен, согласно классификации дислокационных субструктур, предложенной в работе [11], можно отнести к разориентированной ячеистой структуре с многослойными ДУ. Электронно-микроскопический анализ дислокационной структуры свидетельствует о локализации деформации в полосах скольжения, которая приводит к формированию полигональной структуры из трех семейств пересекающихся полос скольжения, с высокой плотностью ДУ в полосах и азимутальной составляющей разориентировки  $\alpha \approx 8^\circ$ . Сильную локализацию деформации в полосах скольжения обычно связывают с разрушением ближнего порядка, который после прохождения первых



**Рис. 4.** Микроструктуры и соответствующие им микроэлектронограммы сплава Cu–Zn после ППО на глубине 60 мкм: *a* — структура полигональной стенки с многослойными ДУ, плоскость ОР (110); *б* — структура двойника вблизи края фольги, плоскость ОР (110); *в* — структура того же двойника вдали от края фольги.

дислокаций в плоскости скольжения, полностью разрушается и сопротивление движению последующих дислокаций падает. Для дислокационной структуры такого слоя характерно присутствие как относительно равноосных полигонов, так и неравноосных. Количественные параметры этой структуры приведены в табл. 1. Внутренняя структура одной из полигональных стенок, практически нормальной поверхности фольги:  $(-1 -1 1)$ ,  $[-2 1 -1]$ , представлена на рис. 4, а. Видно, что она представляет собой пакет из пачек, каждая из которых состоит из чередующихся светлых и темных относительно параллельных слоев. Слои извилисты, имеют внутренние обрывы и толщину, равную в среднем  $\sim 2,5$  нм. Пачки в пакете расположены друг от друга на расстоянии примерно 60 нм.

Субструктура с многослойными ДУ представляет собой незавершенное двойникование, т.к. достаточное количество ДУ может служить местами зарождения двойника [11]. Вследствие скольжения расщепленной дислокации Шокли, которая в ГЦК-структуре является двойнивающей дислокацией, на каждой плоскости в последовательности атомных слоев  $\{111\}$  оказываются ДУ типа вычитания. Они получаются путем сдвига каждой последующей плотноупакованной плоскости на вектор Бюргерса типа  $a/6\langle 112 \rangle$ , в результате такая последовательность приходит в двойниковое соответствие с матричной последовательностью, т.е. появляется деформационный двойник [12]. Внутри тела полигонов фиксируется 3-мерная сетка из однородно распределенных волнистых ДУ, тройных дислокационных узлов, диполей и сплетений из них. Наблюдаемая структура указывает на возможность взаимодействия дислокаций разных систем скольжения.

Отличительной особенностью дислокационной структуры данного слоя является малая плотность двойников. Изучение их структуры при большом увеличении показало, что эти двойники представляют собой пакет из ультратонких двойников толщиной от 3,5 до 13,5 нм. Структура их по длине неодинакова, поскольку участки совершенного двойника чередуются с участками несовершенного двойника (рис. 4, б), контраст от которого очень схож с контрастом от дислокационной стенки, образованной многослойными ДУ. Наблюдаемые в несовершенных двойниках пачки, состоящие из чередующихся светлых и темных относительно параллельных слоев, представляет собой прослойки сдвойникованной и несдвойникованной матрицы соответственно (рис. 4, в) [10]. Эти прослойки извилисты, имеют внутренние обрывы, а их толщина колеблется в интервале примерно 4–10 нм. Следовательно, интенсивное локализованное скольжение расщепленных дислокаций в стенках полигонов, разрушая ближний порядок, облегчает процесс образования ДУ на каждой плоскости типа  $\{111\}$ , что приводит к появлению мест зарождения деформационных двойников. В результате поли-

гональная структура, стенки которой состоят из многослойных пачек ДУ, расположенных в локализованных плоскостях скольжения  $\{111\}$ , сменяется полигональной двойниковой с азимутальной разориентировкой  $\sim 20\text{--}30^\circ$ .

В серединном слое пластины из сплава Cu–Zn на глубине 130 мкм отмечена неразориентированная, ячеистая структура, образованная тонким однородным, нелокализованным скольжением расщепленных дислокаций по нескольким системам скольжения типа  $\{111\}$ . Стенки полигонов отличаются несколько повышенной плотностью ДУ. Дислокационная структура в теле полигонов состоит из ДУ и плоской одномерной сетки с равномерно распределенными дислокационными сплетениями. Отмечено, что многие наклонные ДУ не имеют характерного полосчатого контраста. Согласно работе [13] условие возникновения дифракционного контраста выражается как  $\alpha = 2\pi(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$ , где  $\alpha$  — угол наклона между вектором обратной решетки  $\mathbf{g}$  и вектором смещения  $\mathbf{R}$ . Если угол  $\alpha = 0$  или  $2\pi$ , полосы исчезают и тогда ДУ может выглядеть темнее или светлее фона. На всех электронограммах с разными плоскостями ОР: (100), (110) и (130), полученных от структур в слое на глубине 30–130 нм, вблизи матричных рефлексов наблюдаются диффузные эффекты, которые свидетельствуют о наличии в сплаве ближнего порядка. Исходное (без ППО) состояние сплава Cu–Zn имеет типичную для материалов с низкой энергией дефекта упаковки структуру, для которой характерно присутствие внутри зерен двойников отжига, дефектов упаковки, расщепленных тройных узлов и планарного скольжения расщепленных дислокаций.

Таким образом, деформация при двухсторонней ППО сплава Cu–Zn распространяется неоднородно по толщине пластины. Сильнодеформированные слои вблизи поверхности сменяются средне- и слабодеформированными слоями по мере продвижения к центру пластины. Слой на глубине  $\sim 60\text{--}130$  мкм, например, можно отнести к слабодеформированному. Деформация в сплаве Cu–Zn, с низкой ЭДУ и ближним порядком, из-за трудности поперечного скольжения протекает путем локализованного скольжения расщепленных дислокаций в полосах скольжения, расположенных по сопряженным плоскостям скольжения  $\{111\}$ , вероятно, действующие системы скольжения связаны одна с другой как системы поперечного скольжения. Полосы скольжения в результате такой особенности процесса деформации образуют полигональную структуру, стенки которой состоят из пачек многослойных ДУ, представляющих собой незавершенное двойникование.

Для средне деформированного слоя на глубине 30 мкм при наличии ближнего порядка характерным является разориентированная полигональная структура, образованная совершенными и несовершенными двойниками деформации, состоящими из прослоек

сдвойникованной и несдвойникованной матрицы. Для того чтобы двойники стали совершенными, необходимо разрушить ближний порядок в слоях несдвойникованной матрицы для появления ДУ на каждой плоскости типа  $\{111\}$ , что достигается при локализованном скольжении расщепленных дислокаций в теле несовершенных двойников при более высокой степени деформации. Дислокационную структуру среднедеформированного слоя на глубине 15 мкм можно отнести к переходному состоянию. В нем уже нет ближнего порядка, но размеры полигональной структуры превышают максимальный размер НК-структуры, для образования которой необходимо пересечение двойников разных систем двойникования на расстоянии менее 100 нм. В теле совершенных двойников с увеличением степени деформации наблюдаются многомерные ультратонкие двойники, толщиной  $\sim 10$  нм. Эти двойники фрагментируют тело двойника на наноразмерные блоки, которые в местах пересечения двойников разных систем двойникования, где действуют сильные локальные напряжения, приобретают азимутальные составляющие разориентировок, становясь при этом отдельными нанозернами. Угол азимутальной разориентировки между нанозернами больше, если они появились в двойниках, которые принадлежат разным системам двойникования.

#### 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Электронно-микроскопическое исследование структуры сплава с низкой ЭДУ и ближним порядком Cu–37 Zn (мас. %) показало, что применение двухсторонней ППО приводит к значительным изменениям дислокационной структуры по толщине пластины, в которой можно выделить три структурных уровня:

1. Полигональная азимутально разориентированная на  $\sim 8-10^\circ$ , ячеистая структура, размеры которой соответствуют УМК- и МК-состояниям. Деформация сплава Cu–Zn начинается с однородного нелокализованного скольжения расщепленных дислокаций и образования ДУ. Увеличение степени деформации приводит к ее сильной локализации в полосах скольжения вследствие разрушения ближнего порядка. С активизацией сопряженных систем скольжения возникает полигональная дислокационная структура, стенки которой состоят из пакетов с пачками многослойных толщиной порядка 20 нм ДУ, которые представляют собой незавершенное двойникование.

2. Двойниковая полигональная структура с азимутальной разориентировкой  $\sim 15-20^\circ$  и размерами, соответствующими УМК- и МК-состояниям. Слаборазвитая полигональная структура, наблюдаемая в 1-ом структурном состоянии, свидетельствует о том, что доминирующим механизмом деформации в сплаве Cu–Zn является

двойникование. Предшествующее скольжение необходимо для разрушения ближнего порядка, которое препятствует началу скольжения расщепленных дислокаций, образованию ДУ, а также несовершенных и совершенных двойников. Измельчение УМК полигональной двойниковой структуры происходит вследствие генерации вторичных (внутренних) ультратонких двойников источниками, действующими на двойниковых границах, стенках первичных полигонов. Затем доминирующим механизмом деформации становится полисистемное ультрамикродвойникование, наблюдаемое в теле совершенных наноразмерных двойников, которое разделяет их на наноблоки.

3. НК-структура на глубине до 5 мкм, которая с глубиной укрупняется и становится менее равноосной. Формирование наноструктуры обусловлено высокой степенью деформации и высокой ее скоростью. Эти факторы способствуют возникновению высокой плотности полисистемных наноразмерных совершенных и несовершенных двойников деформации. По мере того как скольжение расщепленных дислокаций с образованием ДУ и двойникование перестают обеспечивать релаксацию высоких напряжений, в поверхностном слое активизируются ротационные моды деформации. Их действием можно объяснить: появление НК-структуры с большеугловыми границами, которые имеют азимутальные и горизонтальные составляющие разориентировок; наблюдаемую аксиальную текстуру с осью зоны ОР [110], которая в сплаве Cu-Zn является следствием влияния ближнего порядка и невысокой ЭДУ.

Установлено, что образование нанозерен при пескоструйной поверхностной обработке происходит двумя путями. В области существования ближнего порядка путем дробления двойниковой полигональной структуры в местах пересечения двойников, где действуют высокие локальные напряжения. Образующиеся при этом нанозерна испытывают азимутальную разориентировку. Фрагментирование в пределах одного двойника сопровождается появлением малоугловых азимутальных разориентировок в интервале  $\sim 3-6,5^\circ$ . Азимутальная разориентировка в  $\sim 8-15^\circ$  наблюдается для нанозерен, образовавшихся в двойниках разных кристаллографических систем двойникования. При втором способе, который выявлен в НК-слое, тело УМК-двойника фрагментируется при прохождении через него ультратонких двойников, что сопровождается появлением малоугловых азимутальных разориентировок в интервале  $\sim 3-6,5^\circ$ .

## ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. G. Gleiter, *Acta Mater.*, **48**: 1 (2000).
2. М. А. Васильев, Г. И. Прокопенко, В. С. Филатова, *Успехи физ. мет.*, **5**, № 2: 345 (2005).

3. Р. Э. Валиев, И. В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией* (Москва: ЛОГОС: 2000).
4. А. П. Шпак, Ю. А. Куницкий, В. И. Лысов, *Кластерные и наноструктурные материалы* (Киев: Академперіодика: 2002).
5. K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, *Acta Mater.*, **5**: 5743 (2003).
6. В. В. Горский, А. Н. Грипачевский, В. В. Тихонович, В. Н. Уваров, *Успехи физ. мет.*, **4**: 271 (2003).
7. L. Wang and D. Y. Li, *Surface Coat. Tech.*, **167**: 188 (2003).
8. A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, В.-К. Kim et al., *Acta Mater.*, **51**: 753 (2003).
9. И. П. Семенова, Л. Р. Сайтова, Р. К. Исламгалиев и др., *ФММ*, **100**, № 1: 77 (2005).
10. В. Е. Панин, Е. Ф. Дударев, Л. С. Бушнев, *Структура и механические свойства твердых растворов замещения* (Москва: Металлургия: 1971).
11. *Структурные уровни пластической деформации разрушения* (Ред. В. Е. Панин) (Новосибирск: Наука: 1990).
12. Я. Д. Вишняков, *Дефекты упаковки в кристаллической структуре* (Москва: Металлургия: 1970).
13. П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон и др., *Электронная микроскопия тонких кристаллов* (Москва: Мир: 1968).