

PACS: 62.20.Fe

Ю.Н. Подрезов

## СТРУКТУРНАЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Институт проблем материаловедения НАН Украины  
ул. Кржижановского, 3, г. Киев, 03142, Украина  
E-mail: podrezov@materials.kiev.ua

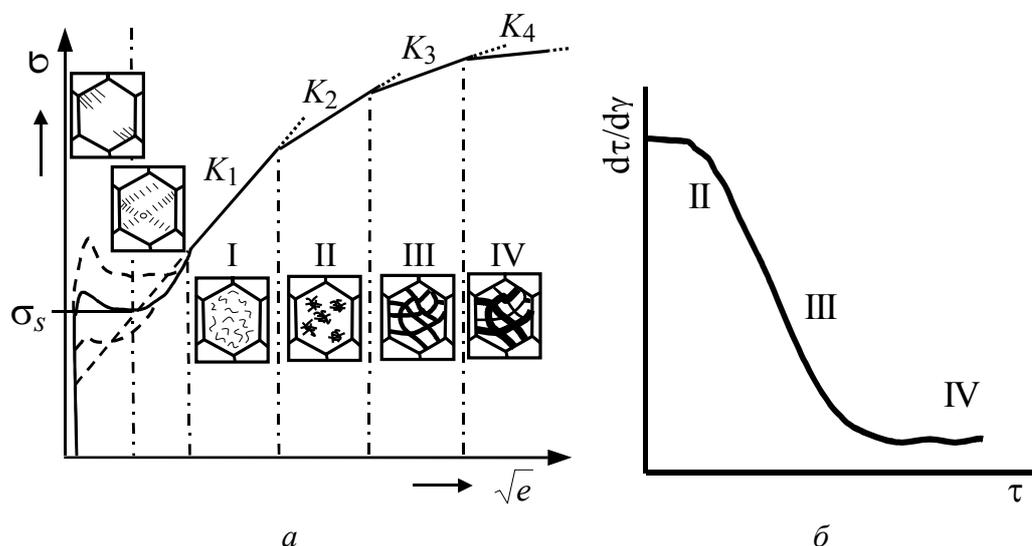
*Предложена методология анализа структурной чувствительности механического поведения предварительно деформированных материалов. Использован комплексный метод исследований механических свойств, включающий испытания на одноосное растяжение, 4-точечный изгиб и одноосное сжатие. Продемонстрирована стадийность кривых деформационного упрочнения, которая связывается со структурными изменениями материалов, подвергнутых интенсивной пластической деформации (ИПД).*

### 1. Введение

Развитые в последние годы методы ИПД [1,2] позволили существенно продвинуться в решении проблемы создания наноструктур деформационного происхождения и реализации за счет них значительного деформационного упрочнения. Характерной особенностью этих методов деформирования является принципиальная возможность за одну технологическую операцию получить сильнодеформированный материал с нанозеренной субструктурой. Это открывает большие перспективы в управлении деформационной наноструктурой на последующих этапах деформирования. Однако целенаправленное решение проблемы управления структурой возможно лишь при условии глубокого понимания законов структурообразования в сильнодеформированных наноматериалах.

Существующие теории деформационного упрочнения устанавливают связь между структурными перестройками, происходящими в материале в процессе деформации, и механическими свойствами. Важным моментом этих теорий являются представления о характерных структурных состояниях, существующих в определенном интервале деформаций. Структурно-чувствительная теория деформационного упрочнения подробно разработана для малых и средних степеней деформации, когда кривая нагружения, полученная по результатам непрерывного деформирования образца одноосным растяжением, пересчитыва-

ется в истинную кривую деформационного упрочнения. Для простых структурных состояний кривая деформационного упрочнения может быть аппроксимирована серией прямых линий, если данные перестроены в координатах истинное напряжение  $\sigma$ –корень из истинной деформации  $\sqrt{e}$  [3,4] (рис. 1,а).



**Рис. 1.** Схемы стадийности деформационного упрочнения металлов в областях малых и средних [4] (а) и больших [5] (б) деформаций

Моисеев с сотрудниками [4] продемонстрировали структурную природу стадийности упрочнения (линейные участки соответствуют различным интервалам на диаграмме структурных состояний). Формально каждая стадия соответствует интервалу деформаций с новым коэффициентом в выражении

$$\Delta\sigma = \alpha G b \sqrt{\rho}, \quad (1)$$

где  $G$  – модуль сдвига,  $b$  – вектор Бюргерса,  $\rho$  – плотность дислокаций,  $\Delta\sigma$  – упрочнение. Отметим, что параболическое упрочнение имеет место, как правило, при малых и средних степенях деформации ( $e < 0.5$ ).

Для больших степеней деформации связь между структурными перестройками и параметрами упрочнения более сложная, поскольку здесь резко активизируются процессы возврата. Экспериментальное исследование параметров упрочнения при больших деформациях затруднено, так как процессы локализации деформации ограничивают использование простых схем, создающих однородную деформацию (одноосное растяжение и сжатие). Наиболее благоприятной схемой испытания сильнодеформированного материала считается испытание образца на скручивание, когда удается реализовать непрерывную деформацию материала до больших степеней ( $e \sim 10$ ).

В отличие от стандартных схем нагружения в этом случае кривые упрочнения строятся в координатах  $\tau$ – $\gamma$  (где  $\tau$  – сдвиговое напряжение,  $\gamma$  – сдвиговая деформация), анализ же структурной чувствительности упрочнения ведется в координатах  $d\tau/d\gamma$ – $\tau$  [5], т.е. изучается изменение скорости упрочнения с уве-

личением деформирующего напряжения. Структурно-механические модели, обосновывающие существование перечисленных стадий и связанные с ними механизмы структурообразования в сильнодеформированных материалах, предложены в работах Муграби [6], Принса [7], Естрина [8] и других [9,10].

При анализе больших деформаций выделяют три стадии упрочнения (II–IV) с момента образования ячеистой структуры (рис. 1,б), две из которых – II и IV – демонстрируют слабое изменение коэффициента упрочнения с ростом напряжения течения, тогда как на стадии III наблюдается резкое замедление скорости деформации с ростом напряжения. Обычно это замедление описывают линейным законом  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0(1 - \tau/\tau_0)$  (где  $\dot{\gamma}_0$  и  $\tau_0$  – соответственно скорость упрочнения и напряжение сдвига на начале III стадии) и связывают с процессами динамического возврата.

Переход от III к IV стадии упрочнения обычно происходит при деформациях  $e \sim 1$ . Этот интервал деформации важен для решения практических задач обработки металлов давлением. Использование методов ИПД предполагает достижение больших разовых деформаций ( $e \sim 1$ ) за одну операцию. Поэтому уже после первого прохода структура и свойства материала соответствуют концу III и началу IV стадий. При повторном нагружении характерные особенности упрочнения, присущие III и IV стадиям, следует ожидать на начальном участке диаграмм нагружения. Целесообразно исследовать параметры упрочнения предварительно деформированных материалов, используя простые схемы испытаний: одноосные растяжение и сжатие.

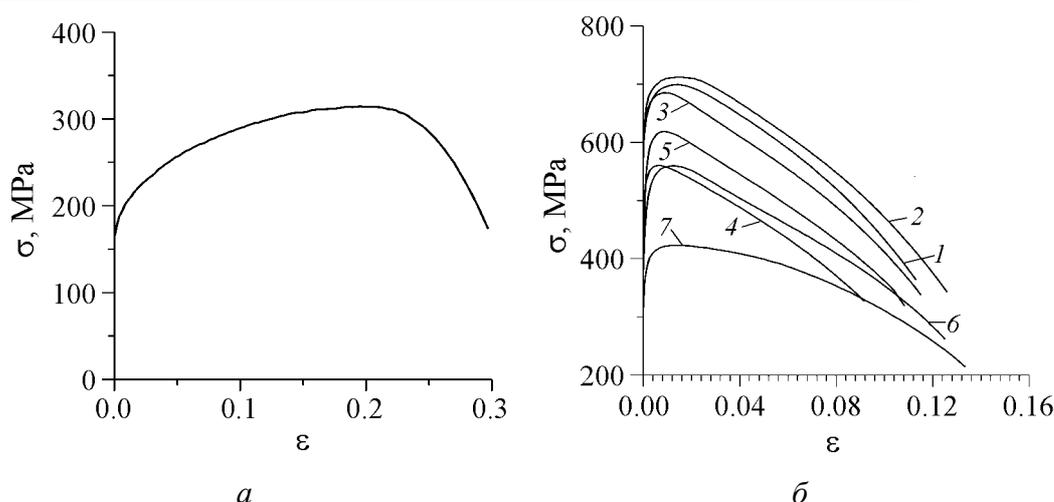
## 2. Материалы и методика

Для анализа процессов упрочнения сильнодеформированного титана технической чистоты нами использованы результаты испытания образцов, продеформированных прокаткой до различных степеней деформации. Заготовки с разной начальной толщиной (от 16 до 3.5 mm) прокатывали до толщины 3.2 mm, что позволило получить набор деформации от 0.1 до 1.8. Из всех пластин вытачивали стандартные образцы для испытаний на одноосное растяжение диаметром 3 mm. Для всестороннего анализа механического поведения деформированного материала наряду с испытаниями на одноосное растяжение мы провели прецизионные исследования начальной части кривой упрочнения путем испытания на четырехточечный изгиб, а также изучили процессы упрочнения при испытаниях на сжатие в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Эксперименты проводили на испытательной машине «Сeramtest» с автоматической записью диаграммы нагружения.

## 3. Результаты исследований и их обсуждение

### 3.1. Одноосное растяжение

Отметим некоторые особенности первичных диаграмм нагружения деформированного титана, представленных на рис. 2,б. Эти диаграммы имеют



**Рис. 2.** Особенности первичных диаграмм нагружения титана: *a* – исходное состояние; *б* – предварительно деформированное до различных степеней деформации  $e$ : 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.7, 5 – 0.5, 6 – 0.35, 7 – 0.2

очень короткий участок интенсивного упрочнения, столь же короткий участок слабого упрочнения с выходом нагрузки на насыщение, в связи с чем в материале реализуется малая равномерная деформация. С другой стороны, стадия шейкообразования и участок локализации деформации несколько растянуты по сравнению с рекристаллизованными материалами, диаграмма нагружения которых показана на рис. 2, *a*.

Стандартные механические характеристики образцов титана, предварительно деформированного прокаткой до степеней деформации  $e_{roll}$ , представлены в табл. 1. Обратим внимание на достаточно резкое изменение пределов текучести  $\sigma_{ysl}$  и прочности  $\sigma_{uts}$  при малых и средних степенях деформации, а также на относительно слабое изменение при больших предварительных деформациях ( $e > 0.6$ ). Величина равномерной деформации  $\epsilon$  резко уменьшается уже на ранних стадиях пластической деформации и, начиная с деформации  $e = 0.2$ , стабилизирует свое значение на уровне  $\epsilon = 1.0$ – $1.5\%$ . Величина общей деформации  $\epsilon_{tot} = 10$ – $15\%$  из-за длительной стадии шейкообразования. Предельные механические характеристики, измеряемые в момент

Таблица 1

**Механические свойства предварительно деформированного титана**

№ п/п	$e_{roll}$	$\sigma_{ysl}$	$\sigma_{uts}$	$\sigma_{futs}$	$e_{fr}$	$\psi, \%$	$N, \text{MPa}$	$\epsilon_{unif}$	$\epsilon_{tot}$
1	1.6	655	700	1442	1.378	74.79	544	1.6	11.3
2	1.25	675	712	1521	1.489	77.46	546.2	1.7	12.6
3	1.0	660	685	1489	1.482	77.3	558.8	1.0	11.5
4	0.7	585	590	1403	1.409	75.56	604.1	0.85	9.2
5	0.5	575	619	1254	1.371	74.6	465.8	1.0	10.8
6	0.35	507	548	1342	1.495	77.6	531.5	1.5	12.5
7	0.2	393	423	1298	1.801	83.5	485.9	1.8	13.4

разрушения (истинное разрушающее напряжение  $\sigma_{futs}$ , истинная деформация в момент разрушения  $e_{ff}$  и относительное сужения  $\psi$ ), слабо зависят от степени деформации во всем исследованном диапазоне деформаций. Более того, эти характеристики в исходных недеформированных образцах лишь незначительно превосходят аналогичные характеристики предварительно деформированных материалов.

По данным, представленным на рис. 2,б, были рассчитаны истинные кривые упрочнения предварительно деформированных материалов. Предполагали, что начальная точка линейной стадии истинной кривой упрочнения совпадет с максимальным напряжением на условной диаграмме деформирования, а конечная может быть рассчитана по истинным значениям напряжения и деформации в шейке образца в момент разрушения. Линейный участок на диаграмме растяжения называют модулем пластичности, его величина характеризует скорость упрочнения на IV стадии  $N = d\sigma/d\varepsilon$ .

Результаты расчетов (табл. 1) показывают, что величина коэффициента упрочнения слабо зависит от степени предварительной деформации, значения модуля пластичности у всех исследованных образцов лежат в диапазоне 450–600 МПа. Следует, однако, отметить, что величина модуля пластичности существенно зависит от температуры испытаний. При этом температурная зависимость модуля пластичности наиболее сильно деформированного образца практически совпадает с зависимостью предела текучести от температуры, что свидетельствует о единых механизмах влияния температуры на упрочнение на начальных и конечных этапах повторного нагружения (рис. 3).

По результатам расчета истинных кривых деформации была проанализирована зависимость скорости упрочнения от деформирующего напряжения. Пересчет истинных кривых упрочнения в координатах  $d\sigma/d\varepsilon - \sigma$  выявляет стадии линейного упрочнения и резкого падения скорости упрочнения (рис. 4).

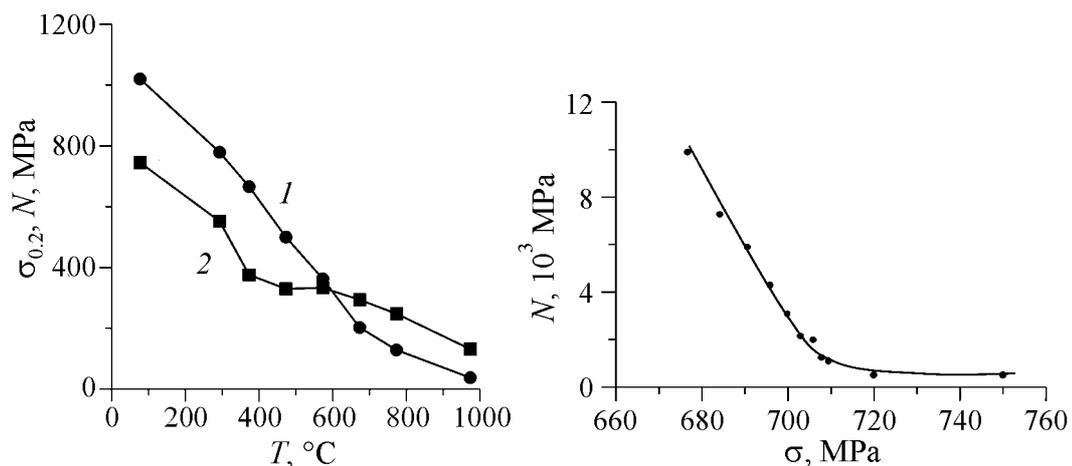


Рис. 3. Зависимость предела текучести (1) и модуля пластичности (2) от температуры испытаний сильнодеформированного титана ( $e = 1.6$ )

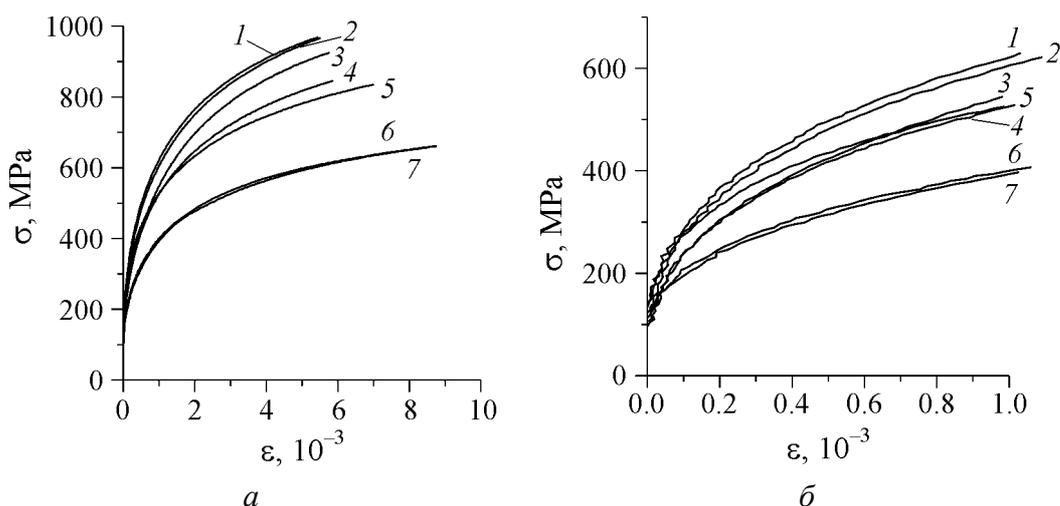
Рис. 4. Зависимость скорости упрочнения от деформирующего напряжения

### 3.2. Испытания на четырехточечный изгиб

К сожалению, при одноосном растяжении стадия возврата начинается при очень малых деформациях (меньше деформации на пределе текучести), и поэтому провести прецизионный сравнительный анализ параметров упрочнения по результатам испытаний на одноосное растяжение не представляется возможным. Для более тщательного анализа процесса упрочнения на начальных стадиях деформации сильнодеформированных материалов был использован метод испытаний на четырехточечный изгиб с прецизионной записью кривой микродеформации в интервале деформаций  $10^{-5}$ – $10^{-2}$ .

Подробная методика таких испытаний описана нами в работе [11]. Результаты исследований представлены на рис. 5,а. Обращает на себя внимание тот факт, что при малых степенях деформации ( $10^{-5}$ – $10^{-3}$ ) величина деформирующего напряжения практически не зависит от степени предварительной деформации (рис. 5,б). Лишь начиная с деформации, примерно соответствующей пределу текучести, наблюдается увеличение значений деформирующего напряжения с ростом величины предварительной деформации.

Очевидно, что кривая упрочнения, полученная на уровне микродеформации, не может быть объяснена в рамках традиционных структурных моделей упрочнения, характерных для рекристаллизованных материалов. Описанный характер кривых микродеформации свидетельствует о том, что на ранних стадиях дислокации движутся в теле ячеек. По мере развития деформации активизируются процессы в стенках ячеек с постепенным развитием процессов возврата.



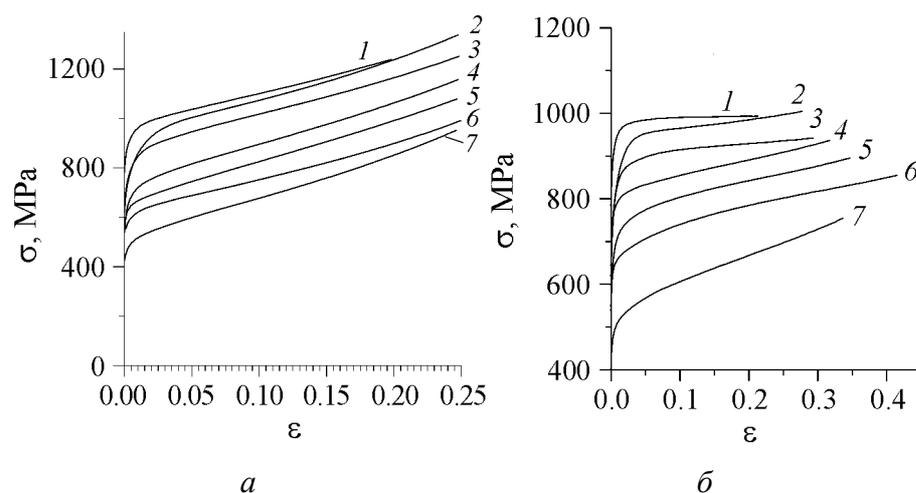
**Рис. 5.** Кривые микропластичности титана, продеформированного в диапазонах 0–0.01 (а) и 0–0.001 (б) до различных степеней деформации  $e$ : 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.72, 5 – 0.52, 6 – 0.38, 7 – 0.18

### 3.3. Испытания на одноосное сжатие

Метод одноосного сжатия менее востребован, чем растяжение при определении стандартных механических свойств металлов, поскольку этот тип испытаний не позволяет исследовать процессы разрушения. Однако для анализа кривых деформационного упрочнения данные методы можно считать практически равноправными, поскольку кривые упрочнения на стадии равномерной деформации, полученные обоими методами, практически совпадают (исключая случай SD-эффекта, когда при растяжении в материале зарождаются и растут поры). При анализе упрочнения сильнодеформированных материалов одноосное сжатие, пожалуй, следует признать более перспективным методом, поскольку образцы не обнаруживают склонность к локализации до достаточно больших (~ 30%) степеней повторной деформации, что позволяет прецизионно изучить стадию линейного упрочнения.

На рис. 6,*а* представлены первичные диаграммы сжатия образцов с различной степенью предварительной деформации, испытанных в трех взаимно перпендикулярных направлениях, а на рис. 6,*б* – истинные кривые деформационного упрочнения. На всех кривых наблюдается ярко выраженная стадия линейного упрочнения. Переход от III к IV стадии происходит при сравнительно малых (2–10%) деформациях. В отличие от изгиба и растяжения этот переход фиксируется достаточно надежно.

Пересчет истинных кривых упрочнения в координатах  $d\sigma/d\varepsilon - \sigma$  показал (рис. 7), что у сильнодеформированных материалов с  $e > 1$  переход от III к IV стадии происходит резко при вполне определенных значениях напряжений и деформаций, тогда как у менее деформированных образцов этот переход размыт. По результатам обработок были определены параметры упрочнения исследованных образцов, в том числе коэффициент упрочнения на линейной стадии и деформация, соответствующая переходу на IV стадию.



**Рис. 6.** Первичные (*а*) и истинные (*б*) кривые деформационного упрочнения титана, продеформированного до разных степеней деформации  $e$ : 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.72, 5 – 0.52, 6 – 0.38, 7 – 0.18

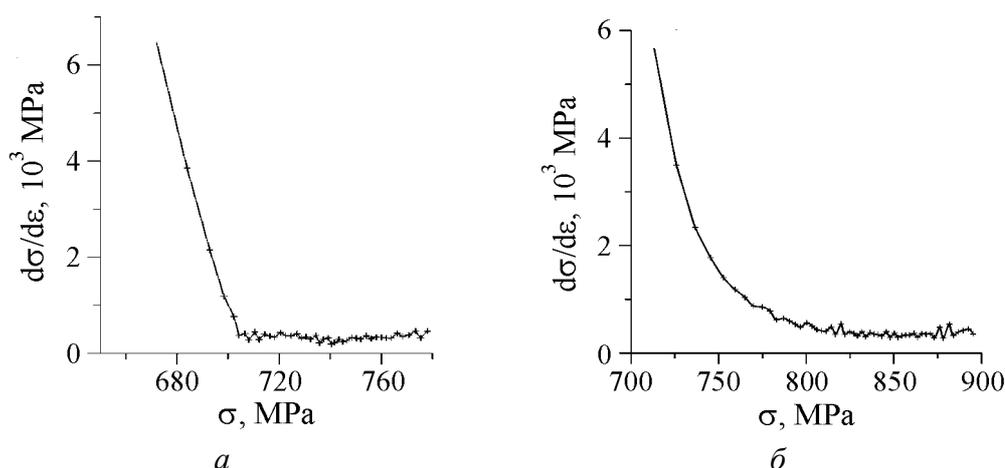


Рис. 7. Кривые упрочнения, пересчитанные в координатах  $d\sigma/d\varepsilon$ – $\sigma$ :  $a - e = 1.25$ ,  $b - e = 0.5$

В данной работе исследовалась анизотропия параметров упрочнения для трех взаимно перпендикулярных направлений прокатки ( $X$  – направление прокатки,  $Y$  – направление, перпендикулярное направлению прокатки,  $Z$  – направление редукции прокатанного образца) и изучалась их скоростная чувствительность. Данные о пределе текучести  $\sigma_{0.2}$ , деформирующем напряжении при 10% деформации  $\sigma_{10}$ , коэффициенте упрочнения на линейной стадии  $N_{iv}$  представлены в табл. 2.

Таблица 2

**Параметры упрочнения (в направлениях  $X, Y, Z$ ) предварительно деформированного титана, испытанного на одноосное сжатие**

$e$	$\sigma_{0.2}$ , МПа			$\sigma_{10}$ , МПа			$N_{iv}$ , МПа		
	$X$	$Y$	$Z$	$X$	$Y$	$Z$	$X$	$Y$	$Z$
0.18	418	395	470	575	540	605	827	514	722
0.36	565	647	595	750	660	735	867	44	428
0.5	570	630	610	690	675	810	430	224	428
0.7	640	620	573	745	705	677	595	194	427
1.0	615	655	730	745	798	970	274	398	208
1.25	607	705	760	635	815	930	354	351	156
1.6	705	700	860	705	800	980	0	440	36

Как и в случае одноосного растяжения, значение деформирующего напряжения растет с увеличением степени предварительной деформации. В зависимости от направления сжатия эти значения, как правило, увеличиваются в последовательности  $X$ – $Y$ – $Z$ . Однако если при малых степенях деформации направление сжатия незначительно влияет на величину деформирующего напряжения, то при больших степенях деформации ( $e > 1$ ) упрочнение в направлении  $Z$  больше, чем в направлениях  $X$  и  $Y$ , соответственно на 15 и 20%. Это может быть обусловлено структурной анизотропией ячеек, стенки которых являются большеугловыми границами. Коэффициенты уп-

рочнения изменяются в пределах 50–500 МПа, причем их значения уменьшаются с ростом деформации.

### Выводы

1. Обработка кривых деформационного упрочнения предварительно деформированного титана в координатах  $d\sigma/d\varepsilon$ – $\sigma$  позволяет выявить стадии динамического возврата и линейного упрочнения.

2. Коэффициенты линейного упрочнения при одноосном растяжении слабо зависят от степени предварительной деформации. Характер температурной зависимости этих коэффициентов повторяет характер температурной зависимости предела текучести.

3. При одноосном сжатии переход от стадии возврата к стадии линейного упрочнения происходит резко в сильнодеформированных материалах и плавно – в образцах, продеформированных до малых и средних степеней деформации. Коэффициенты линейного упрочнения уменьшаются с ростом пластической деформации.

1. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Нанокристаллические материалы, полученные путем интенсивной пластической деформации, Логос, Москва (2000).
2. *Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, D. Orlov, B. Efros, A. Salimgareyev, V. Stolyarov*, Microstructural Evolution of Titanium under Twist Extrusion Ultrafine Grained Materials: Processing and Structure, Washington (2002), p. 137–142.
3. *J. Bell*, Experimental Bases of the Mechanics of Deformed Bodies, Part 1, London (1984), p. 456.
4. *В.И. Трефилов, В.Ф. Мусеев, Э.П. Печковский и др.*, Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов, В.И. Трефилов (ред.), Наукова думка, Киев (1987).
5. *W. Nix, J. Gibeling, D. Hugher*, Met. Trans. **A16**, 2215 (1985).
6. *H. Mughrabi*, Mater. Sci. Eng. **85**, 15 (1987).
7. *F.B. Prinz, A.S. Argon*, Acta metall. **32**, 1021 (1984).
8. *Y. Estrin*, Acta metall. **46**, 5509 (1998).
9. *M. Zehetbauer, T. Ungar* (1997) (private communication).
10. *J. Gil Sevillano, P. Van Houtte, E. Aernoudt*, Prog. Mater. Sci. **25**, 69 (1980).
11. *S. Firstov, M. Brodnikovskiy, M. Danylenko, Yu. Podrezov*, RAMS (2003), p. 155–162.

*Yu.N. Podrezov*

### STRUCTURAL SENSITIVITY OF MECHANICAL PROPERTIES OF NANOMATERIALS

A methodology of the analysis of structural sensitivity of preformed materials mechanical behaviour is proposed. A complex method of investigating the mechanical properties, which includes uniaxial-tension tests, 4-point bending and uniaxial compression, is

used. A stage-like character of deformation hardening is demonstrated. It is related to structural changes of materials subject to severe plastic deformation (SPD).

**Fig. 1.** Schemes of stage-like hardening of materials in regions of low and medium [4] (*a*) and high [5] (*b*) deformations

**Fig. 2.** Features of primary diagrams for titanium loading: *a* – initial state; *b* – state pre-deformed to different degrees of deformation *e*: 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.7, 5 – 0.5, 6 – 0.35, 7 – 0.2

**Fig. 3.** Dependence of the yield strength (1) and modulus of plasticity (2) on temperature of testing the high-deformed titanium (*e* = 1.6)

**Fig. 4.** Dependence of the rate of hardening on deforming stress

**Fig. 5.** Curves for microplasticity of titanium deformed in ranges of 0–0.01 (*a*) and 0–0.001 (*b*) to different degrees of deformation *e*: 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.72, 5 – 0.52, 6 – 0.38, 7 – 0.18

**Fig. 6.** Primary (*a*) and real (*b*) curves of the deformation hardening of titanium deformed to different degrees *e*: 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.72, 5 – 0.52, 6 – 0.38, 7 – 0.18

**Fig. 7.** Hardening curves recalculated within the  $d\sigma/d\varepsilon$ – $\sigma$  coordinates: *a* – *e* = 1.25, *b* – *e* = 0.5