

05

Упруго-пластические свойства микро- и субмикроструктурных металлов и сплавов

© Б.К. Кардашев, В.И. Бетехтин, М.В. Нарыкова

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: B.Kardashev@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 18 мая 2015 г.)

На примере микро- и субмикроструктурных материалов (Be, Al, Ti, сплав Al–Se, ламинат Cu–Nb) изучен вопрос о применении методов физической акустики для исследования механизмов, управляющих процессами пластической деформации и разрушения. Рассмотрено влияние границ зерен на акустические (упругие и неупругие) свойства поликристаллических микро- и наноструктурированных металлических материалов. Приведены экспериментальные результаты исследований в широком диапазоне амплитуд колебательных напряжений от 0.2 до 50 МПа. Экспериментальные данные обсуждены в рамках теоретических представлений о колебательной подвижности дислокаций, на которую оказывают влияние как короткодействующие поля напряжений вокруг точечных дефектов, так и дальнедействующие поля внутренних напряжений. Показано, что различные виды несплошностей, такие как поры и микротрещины, оказывают заметное влияние на акустические свойства. Обсуждены различные аспекты взаимосвязи, сходства и различий акустических и механических (пластичность, прочность) испытаний поликристаллических материалов с микро- и наноразмерными структурными элементами.

Введение

Практический интерес к микрокристаллическим и наноструктурированным металлам и сплавам обусловлен, прежде всего тем, что они обладают по отношению к крупнозернистым поликристаллам существенно иными механическими свойствами. Изучение этих свойств и особенностей дефектной структуры, их определяющих, является предметом многочисленных исследований, представленных в обзорах [1–5]. В этих исследованиях обычно изучаются и анализируются традиционные характеристики механических свойств, такие как микротвердость, предел текучести, предел прочности и макропластичность, т. е. удлинение образца при растяжении до разрыва.

В то же время на акустические (упругие и микропластические свойства, включая внутреннее трение) характеристики таких материалов до недавнего времени обращалось мало внимания. О модуле Юнга упоминается лишь в обзоре [2] в связи методикой наноиндентирования. Однако, несмотря на достаточную простоту и практичность этого метода, следует иметь в виду, что для его надежного применения большое значение имеет выбор оптимальной нагрузки и состояние поверхности исследуемого объекта. Кроме того, при наноиндентировании сложно оценить влияние на модуль Юнга таких факторов, как пористость и фазовый состав.

Имеющиеся в литературе акустические данные опубликованы в различных научных журналах и материалах конференций. Настоящий обзор представляет собой попытку собрать имеющиеся экспериментальные данные по микропластическим свойствам мелкозернистых (вплоть до наноразмерных) поликристаллических метал-

лов и сплавов с соответствующим анализом результатов на базе существующих теоретических моделей.

В обзоре представлены экспериментальные возможности применения методов физической акустики для изучения механизмов, управляющих пластичностью и прочностью микро- и субмикроструктурных металлов и сплавов.

1. Об изучении механических свойств акустическими методами

Существующие дислокационные представления, которые дают адекватное описание механических и акустических свойств моно- и крупнозернистых поликристаллов, возникли давно [6–9] и разрабатываются уже более восьмидесяти лет. При этом сопоставлению акустических (действующий модуль упругости и поглощение энергии упругих колебаний или внутреннее трение) и механических (пластичность, прочность) свойств посвящен целый ряд работ, например [9–17].

В исследованиях с применением неразрушающей акустической методики достаточно ярко проявляются физические дислокационные механизмы, которые в той или иной степени контролируют процессы пластической деформации и разрушения.

Обычно колебательные напряжения, вызывающие определенный уровень нелинейного, амплитудно-зависимого внутреннего трения (АЗВТ), в зависимости от температуры сравнивают с пределом текучести или характерным напряжением пластического течения [11–14]. По существу речь в этом случае идет о сравнении микро- и макропластических характеристик, отражающих поведе-

ние кристаллических материалов на начальной стадии пластической деформации.

Недавно выяснилось [15–19], что, как и пластические свойства, некоторые аспекты разрушения, например, хрупко-вязкий переход металлов и сплавов [15–17] и особенности деформации при разрушении [18,19] можно изучать неразрушающим акустическим методом. Главными параметрами в акустических исследованиях выступают в данном случае либо амплитудно-независимое внутреннее трение (АНЗВТ), уровень которого предопределяется вязким торможением быстро движущихся краевых дислокаций [15–17], либо нелинейное АЗВТ [18,19].

Сравнение микро- и макропластических свойств ведется, как правило, в области умеренно низких температур, где можно говорить о существовании так называемого закона подобия [13,14]. Подобие обнаруживается между зависимостями от температуры характерных колебательных напряжений в акустическом эксперименте (при изучении АЗВТ в достаточно широком диапазоне амплитуд это так называемый условный предел микротекучести) и обычного предела текучести, который получается из диаграмм упруго-пластического деформирования в испытательных машинах типа „Instron“. Температурный закон подобия хорошо соблюдается для ионных кристаллов; в достаточно узком интервале температур он имеет место [14] для ряда металлов (Al, W, Mo, Mg) и сплавов (Al–Si–Fe, Cu–Si, Fe–Cr). В этом случае можно говорить о том, что одни и те же стопоры для дислокаций рассеивают ультразвуковую энергию и предопределяют уровень напряжений пластического течения.

Однако, как отмечается в [14], подобие не проявляется для поликристаллов меди в зависимости от размера зерна.

В настоящее время влияние размера зерна на акустические свойства в широком диапазоне температур наиболее полно изучено на поликристаллах бериллия [18,19]. Результаты этих исследований и сопоставление с результатами механических испытаний представлены в разделе 1.2.

1.1. Особенности акустической методики

Для изучения модуля Юнга, внутреннего трения и микропластических свойств различных кристаллических твердых тел в широком диапазоне амплитуд колебательных напряжений удобно использовать резонансный метод составного пьезоэлектрического вибратора [12,20,21]. Подробное описание метода можно найти в [12]. Суть метода состоит в том, что с помощью пьезоэлектрического кварцевого преобразователя в испытуемом стержне (образце), приклеенном к кварцу, возбуждается продольная стоячая ультразвуковая волна. Акустическая система (составной вибратор, состоящий из пьезокварца с исследуемым образцом) настраивается в резонанс на определенной частоте возбуждающего электрического напряжения. Зная резонансную частоту

составного вибратора и резонансную частоту пьезокварца, можно определить резонансную частоту образца по формуле

$$fm = f_2m_2 - f_qm_q.$$

Здесь f и m , f_q и m_q — соответственно резонансные частоты и массы образца и кварца, а f_2 и m_2 — частота и масса составного (двойного) вибратора; $m_2 = m + m_q$. По аналогичной формуле рассчитывается декремент образца δ :

$$\delta m = \delta_2m_2 - \delta_qm_q.$$

Для проведения акустических измерений кварц включается в какую-либо измерительную схему, например в одно из плеч моста переменного тока. Измеряются три параметра: возбуждающее напряжение, ток через кварц в момент резонанса, когда этот ток имеет максимальное значение на определенной (резонансной) частоте возбуждающего напряжения и резонансная частота. Измерения проводятся дважды: вначале определяются акустические параметры кварца f_q и δ_q , затем двойного вибратора (кварца с приклеенным образцом). Этих параметров достаточно, чтобы определить декремент δ , резонансную частоту f , амплитуду ε и модуль упругости исследуемого образца. Амплитуда пропорциональна току через кварц, декремент — эквивалентному электрическому сопротивлению кварца или кварца с образцом, а модуль упругости (Юнга) рассчитывается по формуле

$$E = 4\rho(lf)^2.$$

В этой формуле ρ и l — соответственно плотность и длина образца. Резонансная методика дает возможность менять в широких пределах амплитуду колебательной деформации ε (амплитуду колебательного напряжения $\sigma = E\varepsilon$). При достаточно больших амплитудах исследуемый материал выходит в нелинейную область и, таким образом, можно изучать неупругие (микропластические) свойства материала акустическим методом. Данные по микропластическим свойствам получаются из измерений модуля E и декремента упругих колебаний δ , когда при больших ε в материале образца возникает нелинейное, амплитудно-зависимое поглощение

$$\delta_h = \delta - \delta_i$$

и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга

$$(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i.$$

Здесь E_i и δ_i — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль E и декремент δ еще не зависят от ε .

Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить также механические (микропластические) свойства материалов в привычных для обычных механических испытаний координатах „напряжение–деформация“. Для этого по оси ординат

откладываются значения амплитуд колебательных напряжений

$$\sigma = E\varepsilon \quad (\text{закон Гука}),$$

а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация

$$\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h.$$

1.2. Микро- и макромеханические свойства поликристаллического бериллия

1.2.1. Амплитудные зависимости и микропластичность

Поликристаллы бериллия с различным размером зерна (от 6 до 60 μm) были приготовлены [18,19] методом порошковой металлургии. Образцы для акустических измерений имели форму стержней с квадратным поперечным сечением $\sim (2.5 \times 2.5) \text{ mm}$ и длиной $l = 61.0 \text{ mm}$. Такая длина обеспечивала резонанс продольных колебаний всех образцов, приготовленных из бериллия с разным размером зерна на частотах $f \approx 100 \text{ kHz}$. Перед измерениями образцы выдерживались в течение 15 min при 873 К.

Рис. 1 и 2 представляют пример амплитудных зависимостей $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, полученных на образце бериллия с размером зерна 20–25 μm . Для других марок бериллия кривые $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$ качественно выглядели также. Однако количественные данные измеряемых

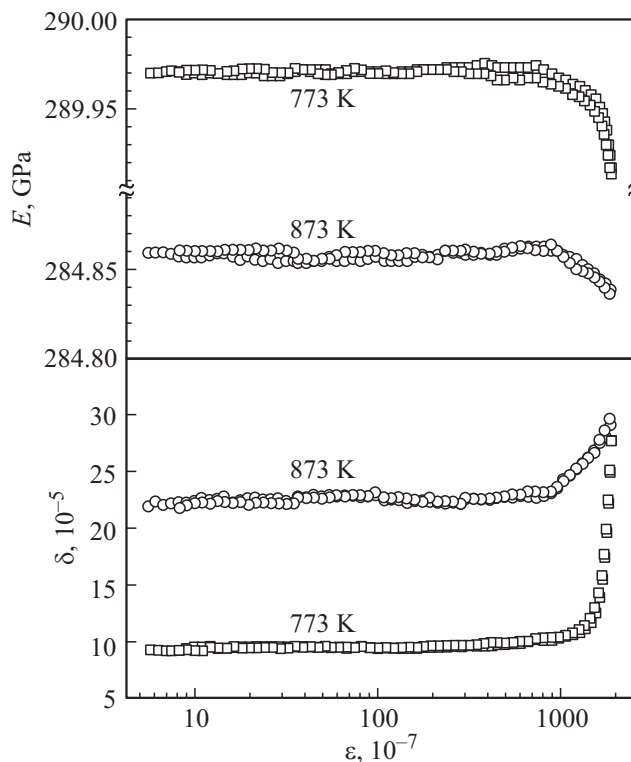


Рис. 2. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образца Ве с размером зерна 20–25 μm при 773 К и 873 К; измерения выполнены последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды.

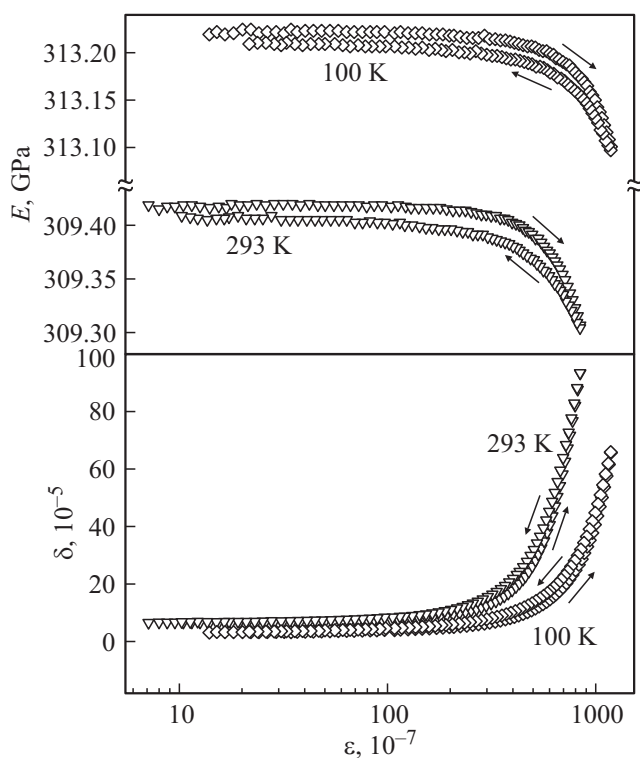


Рис. 1. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образца Ве с размером зерна 20–25 μm при 100 К и комнатной температуре (293 К); стрелки указывают направление изменения амплитуды.

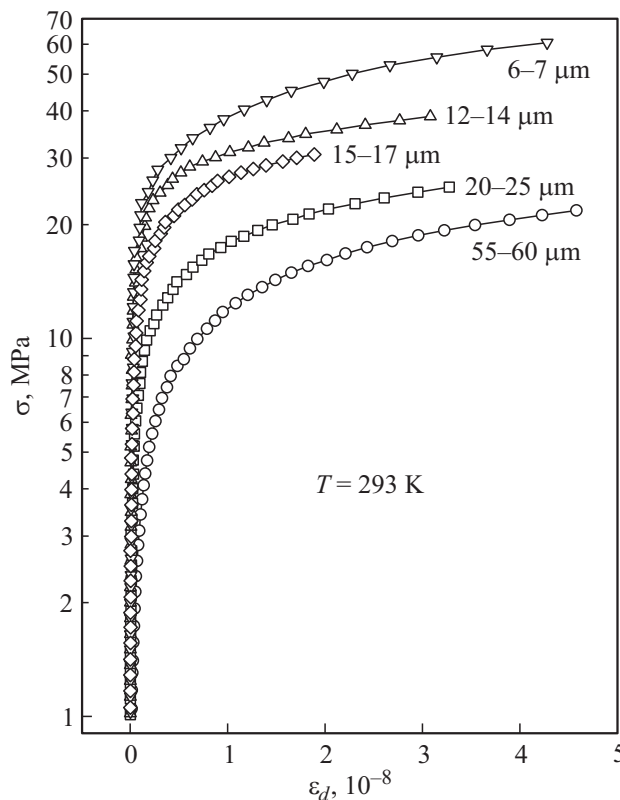


Рис. 3. Диаграммы микропластического деформирования образцов бериллия с различным размером зерна; измерения выполнены при комнатной температуре.

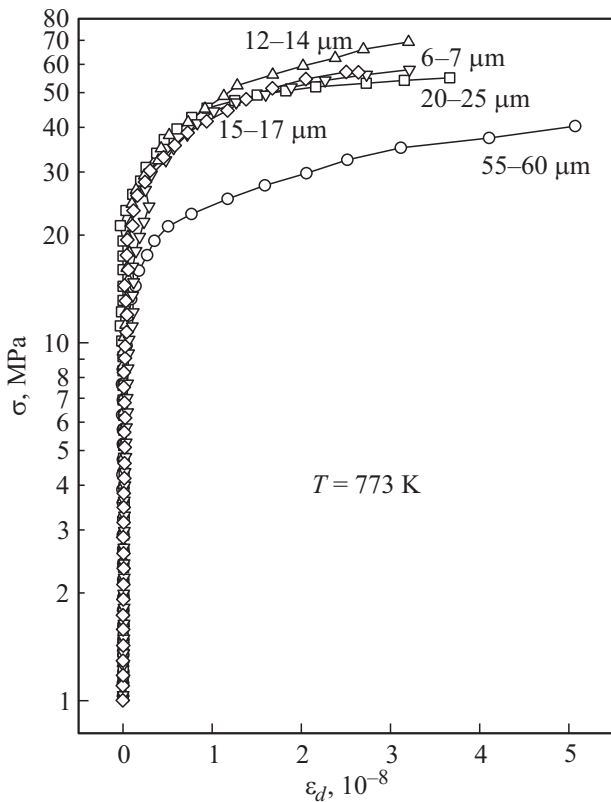


Рис. 4. Диаграммы микропластического деформирования образцов бериллия с различным размером зерна; измерения выполнены при 773 К.

параметров могли заметно отличаться друг от друга. Это наглядно демонстрируется на рис. 3, где показаны диаграммы $\sigma(\epsilon_d)$ для комнатной температуры, полученные на образцах, приготовленных из разных марок бериллия. Из рисунка видно, что уменьшение размера зерна в материале приводит к заметному увеличению деформирующего напряжения при фиксированном значении микропластической деформации ϵ_d . На рис. 4 показаны аналогичные данные для температуры 773 К. При этой, достаточно высокой, температуре кривые $\sigma(\epsilon_d)$ для большинства марок бериллия практически совпадают. Исключение составляет лишь Be с самым большим размером зерна (55–60 μm), деформирующее напряжение у которого заметно меньше, чем у других материалов.

1.2.2. Температурные зависимости

Рис. 5 представляет диаграммы микропластического деформирования образца бериллия с зерном 20–25 μm при различных температурах. Видно, что поведение характерных напряжений носит немонотонный характер. Уровень напряжений (условный предел микротекучести σ_y) при умеренных температурах вблизи 400 К для всех марок бериллия оказался самым низким. Это демонстрируется на рис. 6, где показаны температур-

ные зависимости $\sigma_y(T)$ при фиксированной величине колебательной неупругой деформации $\epsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$. Это означает, что в области температур от комнатной

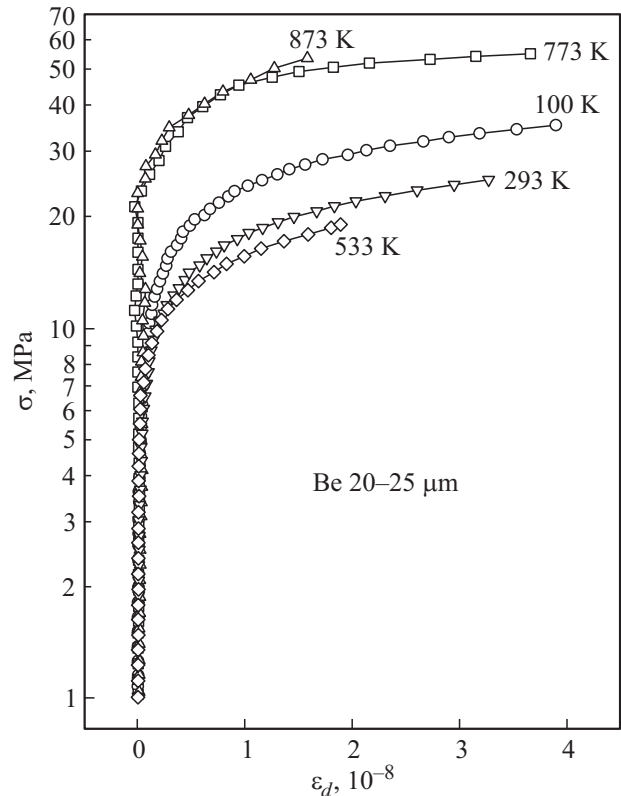


Рис. 5. Диаграммы микропластического деформирования образца бериллия с размером зерна 20–25 μm при различных температурах.

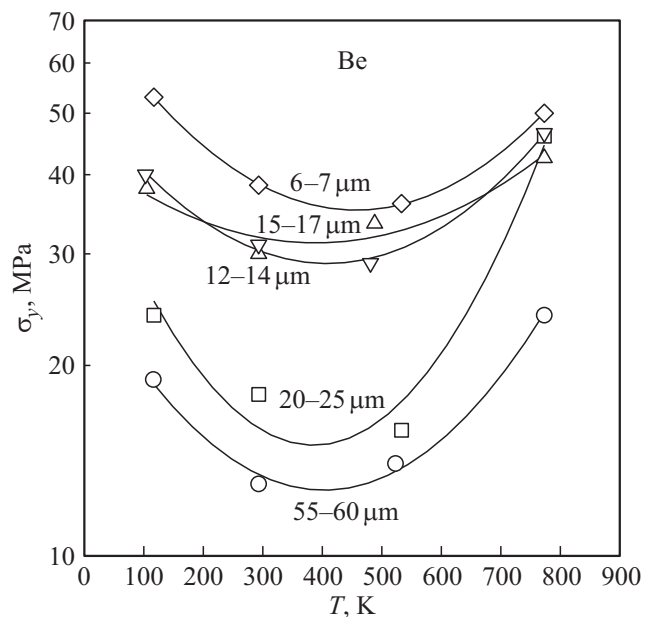


Рис. 6. Температурные зависимости условного предела микротекучести σ_y (напряжения микропластического деформирования) при постоянной величине колебательной неупругой деформации $\epsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$ для различных марок бериллия.

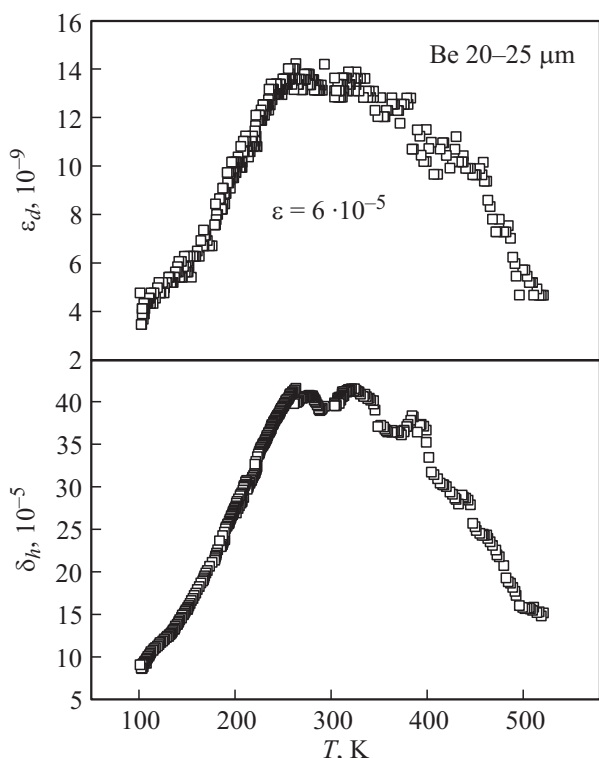


Рис. 7. Температурные зависимости неупругой деформации ε_d и амплитудно-зависимого декремента δ_h при постоянной амплитуде колебательного напряжения $\sigma = 18$ МПа ($\varepsilon = 6.0 \cdot 10^{-5}$) для образца бериллия с размером зерна 20–25 μm при охлаждении в области температур 533–100 К.

до 500 К должен наблюдаться максимум микропластической деформации, если экспериментально поддерживать постоянный уровень амплитуды деформирующего напряжения σ .

Контрольный эксперимент, проведенный на образце Ве с зерном величиной 20–25 μm (рис. 7), показал, что такой максимум действительно наблюдается [18,19]. Он сопровождается максимумом АЗВТ (декремента δ_h). Наличие максимума означает, что в области умеренных температур носители пластической деформации (дислокации) в бериллии обладают наиболее высокой подвижностью при колебательном движении вблизи положения равновесия, что приводит к большим потерям ультразвуковой энергии.

Следует иметь в виду, что охлаждение от комнатной температуры до 100 К меняет декремент и характерную неупругую деформацию обратимо. Теория амплитудно-зависимого внутреннего трения (см. обзоры [12,22,23]) влияния низких температур объясняет обратимым изменением силы связи дислокаций с центрами их закрепления (точечными дефектами): увеличением силы связи при охлаждении и уменьшением при нагревании.

В отличие от охлаждения нагрев до высоких температур может приводить как к обратимым, так и к необратимым изменениям и декремента, и деформационных

характеристик. С точки зрения существующих теорий внутреннего трения уменьшение АЗВТ с повышением температуры может быть связано с тремя процессами.

1. Дальнейшее уменьшение силы связи дислокации с точечными центрами закрепления вплоть до нуля. В этом случае точечные дефекты перестают действовать как центры закрепления при высоких температурах и обратимо восстанавливаются при охлаждении.

2. Диффузия других (дополнительных) точечных дефектов к дислокациям, что приводит к их более сильному закреплению. Этот процесс является, как правило, необратимым.

3. Необратимое уменьшение плотности дислокаций в результате отжига.

В представленных экспериментах образцы после изготовления специально нагревались до 873 К, так что неравновесных дислокаций и точечных дефектов в процессе акустических измерений в образцах уже не должно было быть. Здесь, очевидно, мы имеем дело лишь с обратимыми изменениями ε_d и δ_h .

1.2.3. Микро- и макропластичность

На рис. 8 проведено сравнение механических характеристик бериллия (предела текучести $\sigma_{0.2}$, предела прочности σ_B) и условного предела микротекучести σ_y в зависимости от размера зерна в координатах Холла–Петча [24]. Видно, что величины $\sigma_{0.2}$ и σ_B более чем на порядок превосходят значения σ_y . Для всех параметров удовлетворительно соблюдается соотношение Холла–Петча, хотя полного подобия и не наблюдается (прямые линии на рис. 8 явно не параллельны друг другу). Для более высокой температуры соотношение

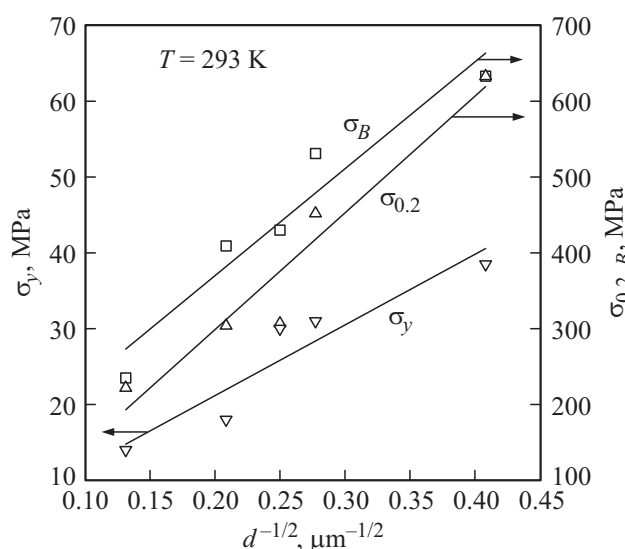


Рис. 8. Предел текучести $\sigma_{0.2}$, напряжение σ_B и условный предел микротекучести σ_y (при величине неупругой деформации $\varepsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$) в зависимости от размера зерна (в координатах Холла–Петча) при комнатной температуре.

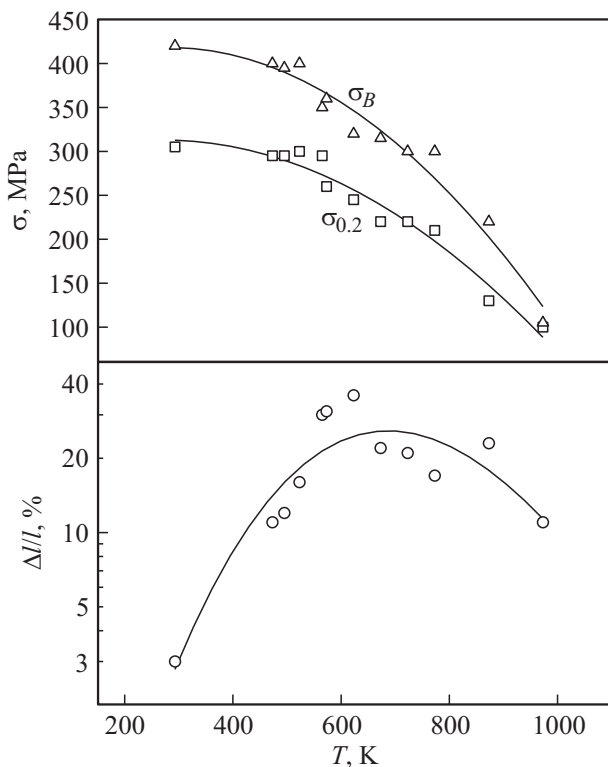


Рис. 9. Предел текучести $\sigma_{0.2}$, предел прочности σ_B и относительное удлинение $\Delta l/l$ при разрыве в зависимости от температуры для бериллия с размером зерна 15–17 μm .

Холла–Петча не соблюдается совсем, что следует из данных, приведенных на рис. 4.

Подобие полностью отсутствует для температурных зависимостей. Если $\sigma_{0.2}(T)$ и $\sigma_B(T)$ монотонно уменьшаются при повышении от комнатной к более высоким температурам (рис. 9), то $\sigma_y(T)$ имеет минимум в области 400 К (рис. 6). Различный уровень напряжений и отсутствие подобия, согласно существующим дислокационным представлениям, свидетельствуют о том, что рассеяние ультразвуковой энергии и формирование уровня напряжений макроскопического течения происходят в бериллии либо на разных препятствиях для движущихся дислокаций, либо формируются по разным механизмам. Например, в обзоре [2] представлены различные варианты механизма пластического атермического зернограницного проскальзывания.

Тем не менее препятствия, на которых рассеивается дислокациями ультразвук, по-видимому, сказываются на пластических характеристиках бериллия, а именно на величине относительного удлинения $\Delta l/l$ при разрыве (разрушении). И для $\Delta l/l$ (рис. 9), и для $\varepsilon_d(T)$ и $\delta_h(T)$ (рис. 7) имеет место максимум при температурах выше комнатной. Правда, максимум для ε_d и δ_h наблюдается в области 400 К, а для $\Delta l/l$ — при более высокой температуре (~ 600 К). Эти особенности в поведении (наличие максимумов), а также их различное распо-

ложение на температурной шкале можно объяснить следующим образом.

При поступательном движении дислокаций в процессе квазистатической пластической деформации их средняя скорость должна уменьшаться благодаря наличию препятствий, на которых в ультразвуковом эксперименте рассеивается ультразвук. При достаточно высоких деформирующих напряжениях выше предела текучести (они на порядок превосходят σ_y) на этих препятствиях может иметь место заметное квазивязкое торможение дислокаций. Если скорость головных дислокаций в вершине трещины по какой-либо причине замедляется, то и скорость ее распространения, очевидно, будет меньше. В связи с этим разрыв образца может задержаться, и деформация до разрушения $\Delta l/l$ материала при этом будет больше. Этим можно объяснить наличие максимума и у $\Delta l/l$, и у ε_d и δ_h .

Если считать, что движение дислокаций в поле точечных дефектов (препятствий) носит термоактивируемый характер, то при высоких напряжениях, которые имеют место в процессе квазистатической деформации, время задержки дислокаций на тех же барьерах должно быть существенно меньше по сравнению с ультразвуковыми испытаниями, где эта задержка является фиксированной. На частоте 100 kHz это время составляет $\sim 10^{-5}$ s. Уменьшение времени задержки должно приводить (с точки зрения термофлуктуационной теории) к повышению температуры, при которой будет иметь место максимум. Этот сдвиг в сторону более высоких температур по сравнению с $\varepsilon_d(T)$ и $\delta_h(T)$ и наблюдается для $\Delta l/l(T)$.

2. Интенсивная пластическая деформация

2.1. Экспериментальные данные

Для получения субмикроструктурных структур в настоящее время используются различные методы интенсивной пластической деформации (ИПД): винтовая и продольная прокатки, криопробатка, равноканальное угловое прессование (РКУП) [25] и др.

Рассмотрим результаты изучения упруго-пластических свойств металлов с субмикроструктурной структурой, полученных после разных воздействий ИПД: алюминия [26,27], титана и его сплава [28–32], сплава Al–Sc [33], а также слоистого материала — наноламната Cu–Nb [34].

Детали подготовки образцов к акустическим измерениям, результаты структурных исследований и подробные экспериментальные данные приведены в перечисленных выше работах. В этом обзоре собраны лишь наиболее характерные результаты, отражающие роль границ зерен и других дефектов структуры, а также внутренних напряжений в формировании акустических свойств микро- и субмикроструктурных поликристаллов.

На рис. 10 в качестве примера показаны амплитудные зависимости $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, полученные на образце титана. В исходном состоянии средний размер зерен в материале составлял примерно $22\ \mu\text{m}$. После радиальной и продольной прокатки при 400°C и затем винтовой прокатки при комнатной температуре с последующим отжигом при 350°C зерна уменьшались до субмикроскопического размера $0.2\ \mu\text{m}$. Несмотря на столь сложную предысторию, рис. 10 демонстрирует характерное для пластичных кристаллических материалов влияние предварительной деформации, когда в результате введения в образец свежих дислокаций модуль Юнга уменьшается, а декремент растет. При этом наблюдается амплитудный гистерезис: кривые $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, снятые при последовательном увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают друг с другом. Очевидно, что воздействие высоких амплитуд на модуль Юнга и декремент вызвано колебательной микропластической дислокационной деформацией. Об уровне этой деформации и колебательных напряжениях в этом эксперименте можно судить по диаграммам $\sigma(\varepsilon_d)$, приведенным на рис. 11. Диаграммы были получены из кривых $E(\varepsilon)$ на рис. 10, снятых при первом увеличении амплитуды.

Качественно аналогичное влияние на упругопластические свойства титана оказывает иной способ ИПД — криопротатка при близкой к жидкому азоту темпе-

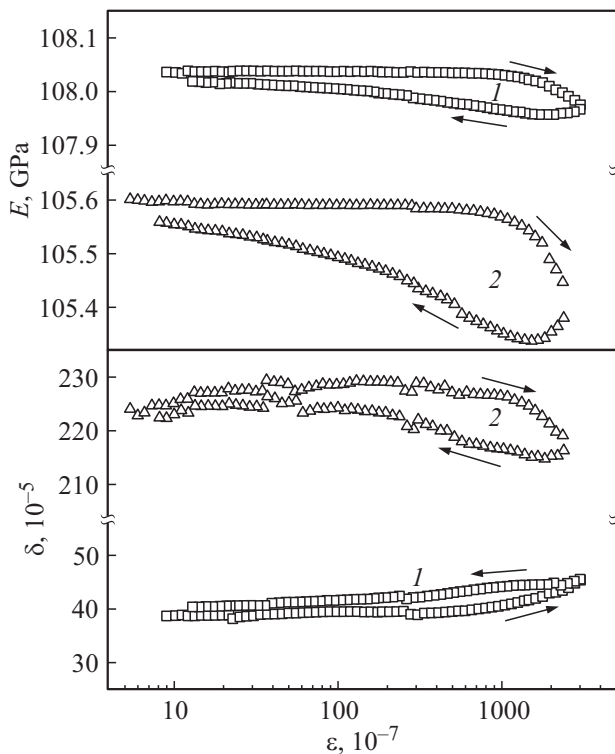


Рис. 10. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образца Ti; 1 — исходный образец, 2 — после прокатки; измерения выполнены при увеличении и уменьшении амплитуды ε ; стрелки указывают направление изменения амплитуды.

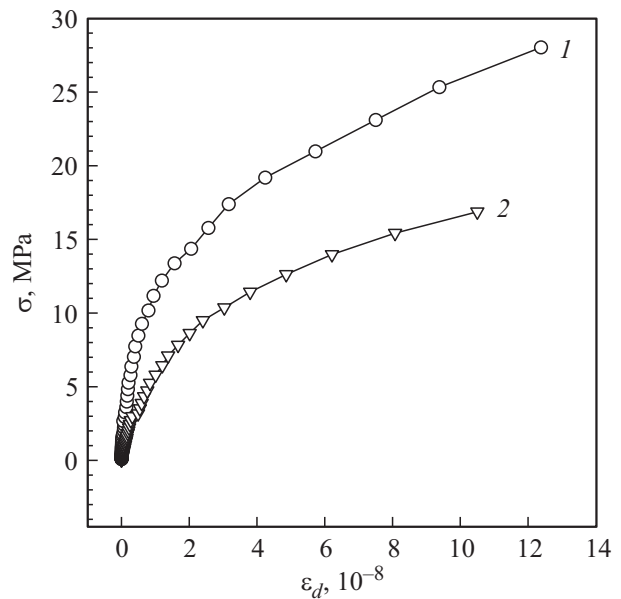


Рис. 11. Диаграммы микропластического деформирования образца титана: 1 — исходный образец, 2 — после прокатки; измерения выполнены при комнатной температуре.

ратуре, в результате которой образуются элементы структуры (зерна, кристаллиты) со средним размером около $35\ \text{nm}$ [29]. И в этом случае наблюдается после деформации падение модуля Юнга (с 4.494 до $4.481\ \text{GPa}$) и рост декремента; низкотемпературный отжиг при $525\ \text{K}$ восстанавливает модуль до $4.488\ \text{GPa}$. Уменьшение модуля Юнга с 80.7 до $71.1\ \text{GPa}$ наблюдалось также в сплаве Ti–26Nb–7Mo–12Zr после его пластической деформации прокаткой со степенью 30% [32]. Отметим, что увеличение степени прокатки до 90% привело к росту модуля до $86.4\ \text{GPa}$. В [32] этот эффект связывается с появлением при больших пластических деформациях высоких внутренних напряжений и залечиванием избыточного свободного объема.

На рис. 12 приводятся данные, полученные на сплаве Al–0.2%Sc. В исходном состоянии средний размер зерна в этом сплаве был около $8\ \text{nm}$. Он содержал когерентную вторую фазу Al_3Sc в виде включений размером $5\text{--}10\ \text{nm}$ [35]. В результате РКУП после нескольких проходов размер зерна уменьшался до $0.7\ \mu\text{m}$. На рис. 12, *a* показаны амплитудные зависимости $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, полученные на исходном образце и после 8 проходов РКУП. Рис. 12, *b* демонстрирует последующее влияние высокого ($1.5\ \text{GPa}$) гидростатического давления на эти зависимости. Качественно эффект давления противоположен предварительной деформации. Поведение диаграмм $\sigma(\varepsilon_d)$ показано на рис. 13.

Анализ данных измерения плотности и малоуглового рентгеновского рассеяния для субмикроструктурного сплава Al–Sc [33], чистого алюминия [36,37], титана [28] до и после воздействия гидростатического давления свидетельствует об образовании при РКУП

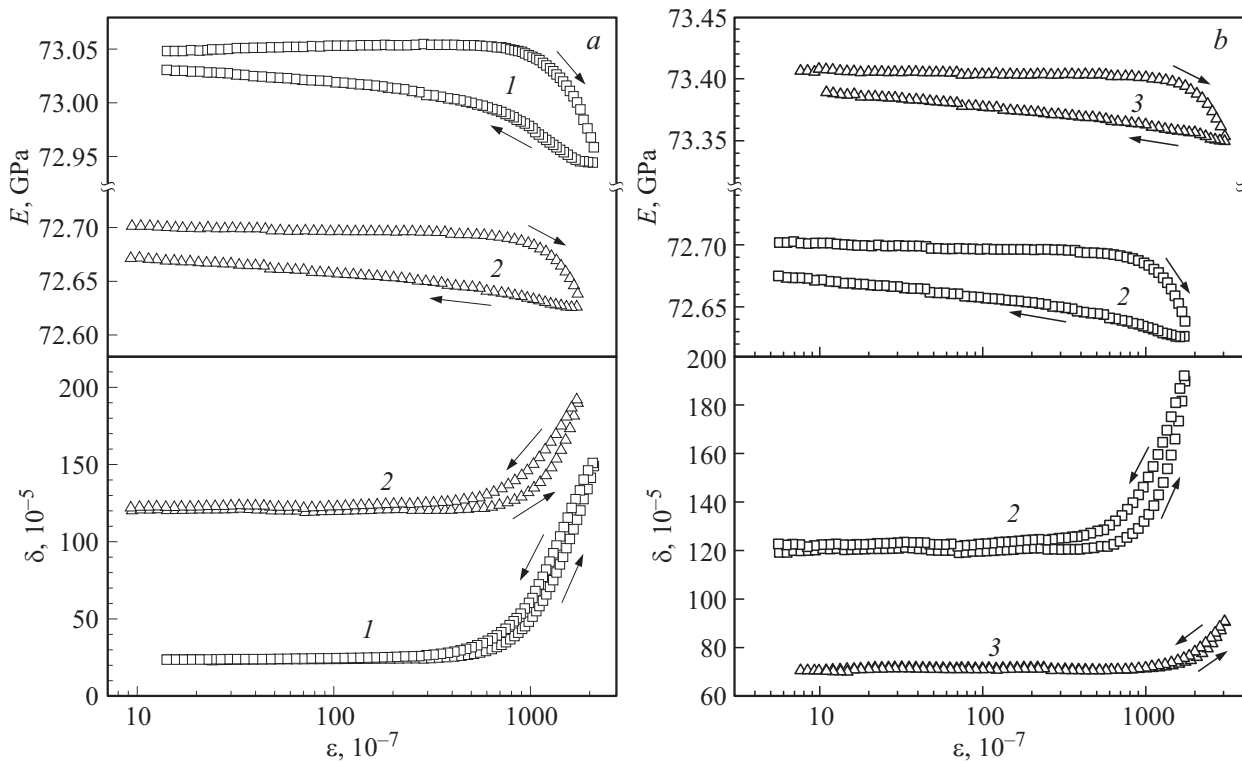


Рис. 12. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образца $\text{Al} + 0.2\%\text{Sc}$; 1 — исходный образец, 2 — после РКУ-прессования, 3 — после обработки гидростатическим давлением 1.5 ГПа; стрелки указывают направление изменения амплитуды.

нанопористости с размером пор в десятки нанометров. Наличие нанопористости после РКУП подтверждено также [38] при электронно-микроскопических исследо-

ваниях и по результатам анализа данных малоуглового рентгеновского рассеяния на примере титана.

На рис. 14 показаны данные для чистого Al (99.99%). В исходном состоянии алюминиевые заготовки имели размер зерен около 5 μm . После одного (образец $B1$) и четырех (образец $B4$) проходов РКУП размер зерна уменьшался до 1 μm . Он практически не менялся с увеличением числа проходов. Рис. 14 демонстрирует поведение зависимостей $E(\epsilon)$ и $\delta(\epsilon)$ для образцов $B1$ и $B4$ после длительной выдержки при комнатной температуре (рис. 14, *a*) и после отжига при 400°C (рис. 14, *b*). Диаграммы $\sigma(\epsilon_d)$ после отжига при разных температурах в диапазоне от 20 до 400°C сравниваются на рис. 15. Эволюция акустических параметров (E и δ) и напряжения микропластического течения σ_y в результате отжига представлена на рис. 16. Ясно видно, что разница между образцами $B1$ и $B4$ после отжига при 400°C практически исчезает. Рис. 17 представляет макромеханические свойства образцов $B1$ и $B4$. Здесь показаны начальные (упруго-пластические) участки диаграмм „нагрузка P — прогиб S “, полученных при испытаниях на трехточечный изгиб в машине „Instron“ при комнатной температуре. Следует заметить, что предел текучести образца $B4$ выше, чем для образца $B1$, как и для микропластического напряжения σ , показанного на рис. 15, *a*.

Экспериментальные данные для ламината Cu-Nb представлены на рис. 18 и 19. Этот материал был

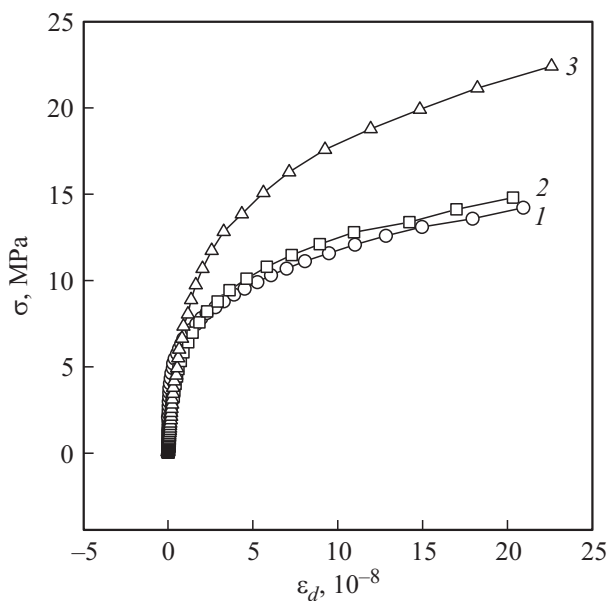


Рис. 13. Диаграммы микропластического деформирования образца $\text{Al} + 0.2\%\text{Sc}$: 1 — исходный образец, 2 — после восьми проходов РКУ-прессования, 3 — после обработки гидростатическим давлением 1.5 ГПа.

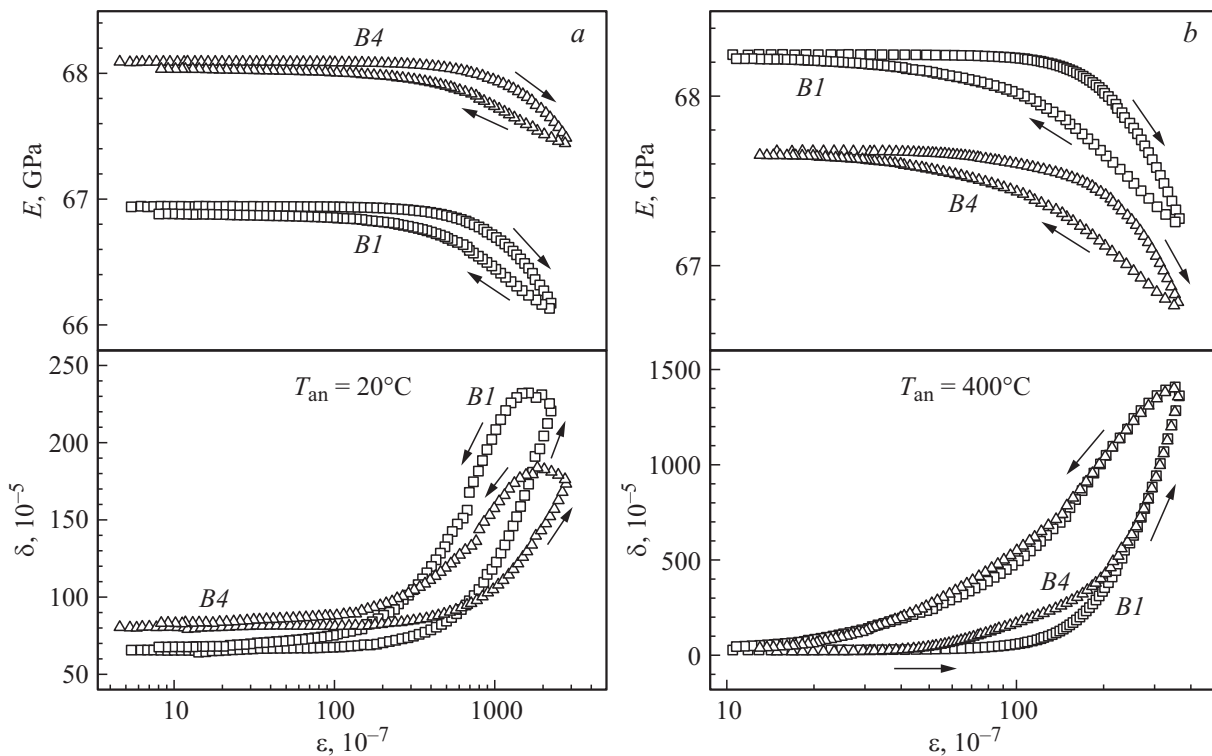


Рис. 14. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образцов Al: $B1$ — после одного прохода РКУ-прессования, $B4$ — после четырех проходов; a — после отжига при 20°C ; b — после отжига при 400°C ; стрелки указывают направление изменения амплитуды.

приготовлен сложной прокаткой листов меди и ниобия. Он представлял собой слоистый материал, в котором толщина чередующихся слоев меди и ниобия была около 10 nm . На рис. 18 видны особенности (максимум) в поведении кривых $\delta(\epsilon)$ для свежеприготовленного образца при малых амплитудах. Они исчезают после обработки образца гидростатическим давлением 1.0 GPa .

2.2. Обсуждение

Изменения модуля упругости и декремента для образцов Ti и Al–0.2%Sc после предварительной пластической деформации (рис. 10, 12) могут быть объяснены следующим образом. Пластическая деформация производит дополнительные (свежие) дислокации. В результате модуль упругости E уменьшается и увеличивается декремент как амплитудно-независимый δ_i , так и амплитудно-зависимый δ_n . Этот эффект наблюдался и ранее на многочисленных кристаллических материалах [9–12]. Благодаря свежим дислокациям возникает дополнительная микропластическая деформация при любом фиксированном колебательном напряжении (рис. 11). Движение дислокаций контролируется короткодействующими полями напряжений вокруг точечных дефектов [22,23]. Но если предварительная пластическая деформация будет слишком большой, то ее влияние может практически исчезнуть (ср. кривые 1 и 2 на рис. 13).

Главная особенность больших деформаций заключается в формировании большого количества мелких зерен [25]. В итоге в поликристаллическом образце появляется повышенная площадь границ. На стыке зерен в образце возникают большие внутренние напряжения и появляются различного типа несплошности, такие как поры и микротрещины. Поры нанометровых размеров были обнаружены в титане после РКУ-прессования [38]. Такого рода дефекты оказывают заметное влияние на упругие и неупругие свойства, что демонстрируется в экспериментах, представленных в предыдущем разделе.

Прежде всего следует обратить внимание на большую величину модуля Юнга E для образца алюминия после четырех проходов РКУ-прессования ($B4$) по сравнению с образцом $B1$ (рис. 14, a) и на различную эволюцию E в результате отжига (рис. 16). Такое поведение модуля может быть объяснено только различным уровнем дальнедействующих внутренних напряжений: высоким уровнем в $B4$ и сравнительно низким в $B1$. Процессы рекристаллизации при температурах выше 200°C постепенно делают образцы почти одинаковыми по свойствам (рис. 14–16). Увеличение модуля Юнга образца $B1$ при увеличении температуры отжига (рис. 16) можно объяснить как диффузией точечных дефектов к дислокациям, которые затрудняют их движение, так и отжигом самих дислокаций [22,23]. Тем не менее модуль Юнга $B4$ уменьшается после нагрева до вы-

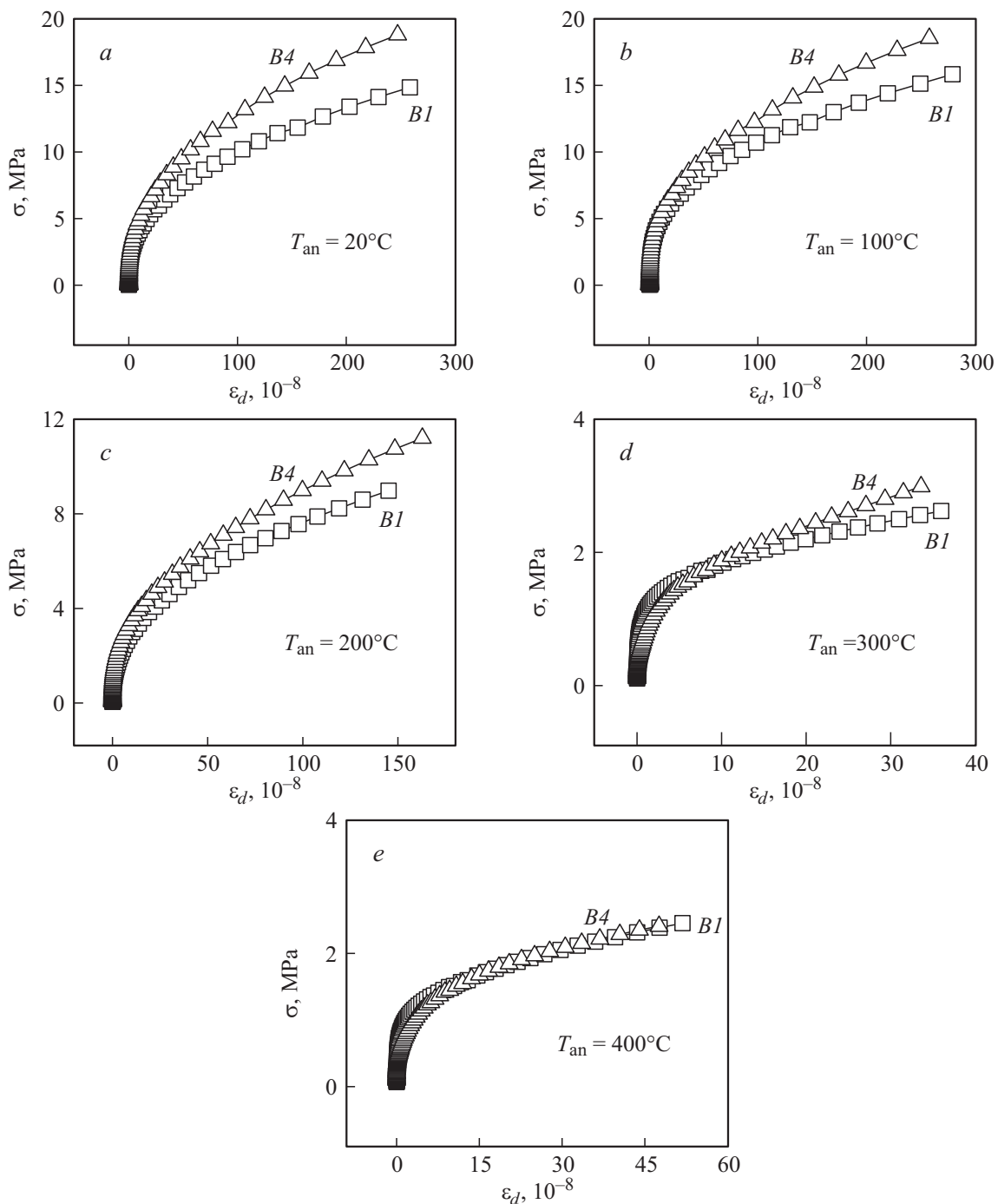


Рис. 15. Диаграммы микропластического деформирования алюминиевых образцов *B1* и *B4* после отжига при различных температурах.

соких температур, несмотря на то, что эти же самые процессы имеют место в *B4*, как и в *B1*. Очевидно, такое может быть только в результате отжига внутренних напряжений, величина которых связана с долей большеугловых ($\varphi > 15^\circ$) границ зерен. При переходе от *B1* к *B4* количество таких границ увеличивается в 5–8 раз [36,37].

Аналогичное влияние отжига внутренних напряжений на модуль Юнга наблюдается и для титана, подверг-

нутого криопротатке [29], а также в сплаве β -Ti [32]; соответствующие данные были приведены выше.

Неожиданный результат получается при сравнении акустических и механических (пластичность, прочность) свойств образцов *B1* и *B4* чистого алюминия. Если подобие между напряжениями микро- и макротекучести (ср. рис. 15, *a* и 17) имеет место в начале пластического течения (напряжения для *B4* больше напряжений для *B1*), то затем при больших деформациях разрывная

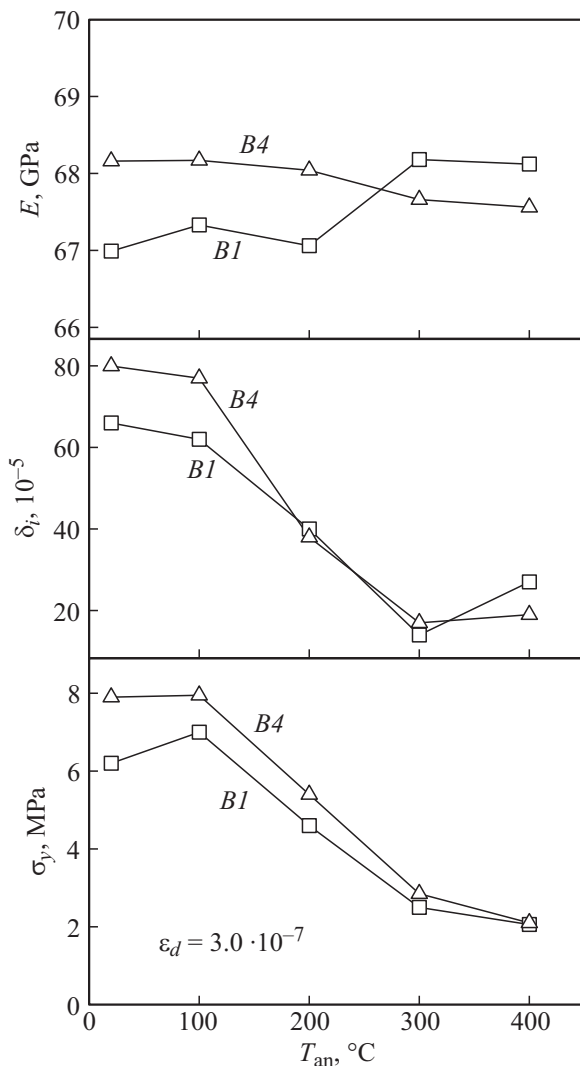


Рис. 16. Модуль Юнга E , декремент δ_i и условный предел микротекучести σ_y образцов алюминия $B1$ и $B4$ в зависимости от температуры отжига T_{an} ; измерения выполнены при комнатной температуре.

прочность у $B1$ становится больше в соотношении 125 ± 4 МПа (для $B1$) к 112 ± 3 МПа для $B4$. Из диаграмм на рис. 17 видно, что возможности упрочнения образца $B4$ после четырех проходов РКУП уже исчерпаны, в то время как образец $B1$ обнаруживает заметное увеличение деформирующей нагрузки. Очевидно, упрочнение $B1$ может быть причиной инверсии напряжений при больших пластических деформациях перед разрушением. Следует отметить, что сравнительно низкий уровень микропластических напряжений позволяет материалу легче адаптироваться к внешним условиям и в конце концов такой образец может достичь более высокой прочности.

Влияние внутренних несплошностей, таких как поры и микротрещины, на модуль Юнга E легко предсказуемы. Ясно, что любая несплошность может только уменьшать действующий модуль упругости [39,40]. Акустические

эксперименты с образцами после приложения высокого гидростатического давления должны выявлять заметный рост модуля E , если какая-либо несплошность имеется в испытуемом материале. Залечивающий эффект давления для модуля упругости обнаружен у сплава Al–Sc

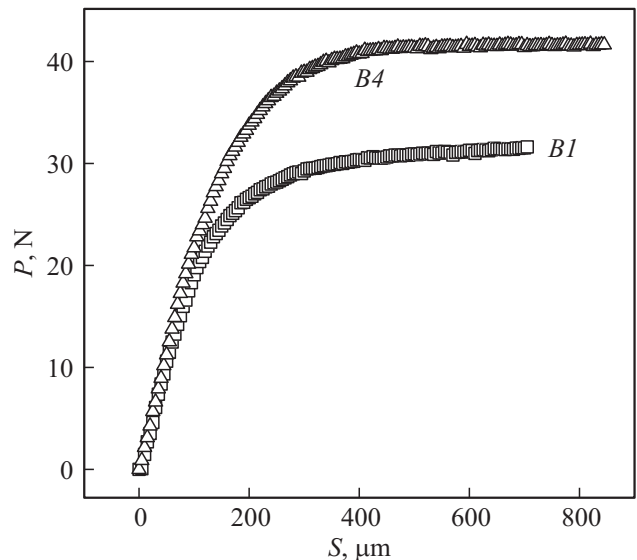


Рис. 17. Диаграммы деформирования трехточечным изгибом образцов алюминия $B1$ и $B4$ в испытательной машине „Instron“.

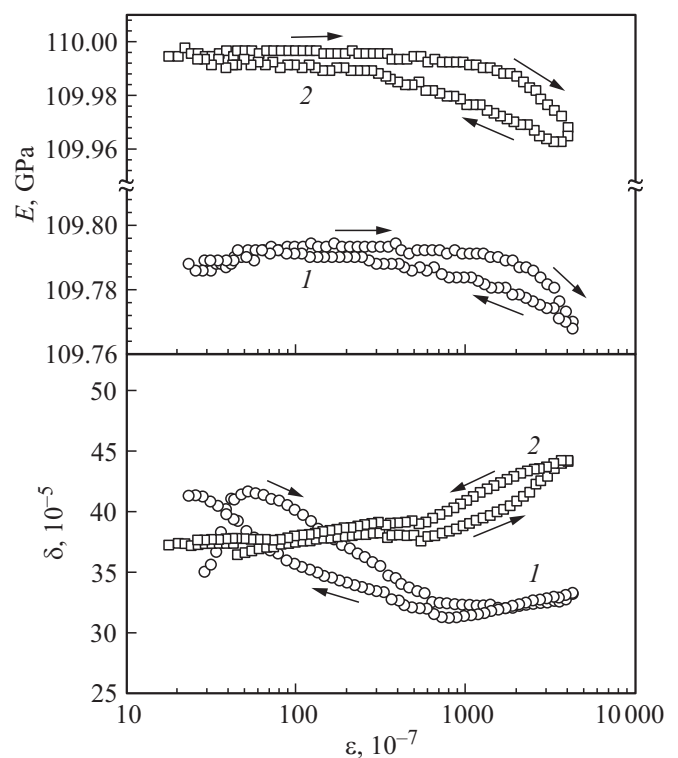


Рис. 18. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образца ламината Cu–Nb; 1 — исходный образец, 2 — после обработки гидростатическим давлением 1.0 GPa; стрелки указывают направление изменения амплитуды.

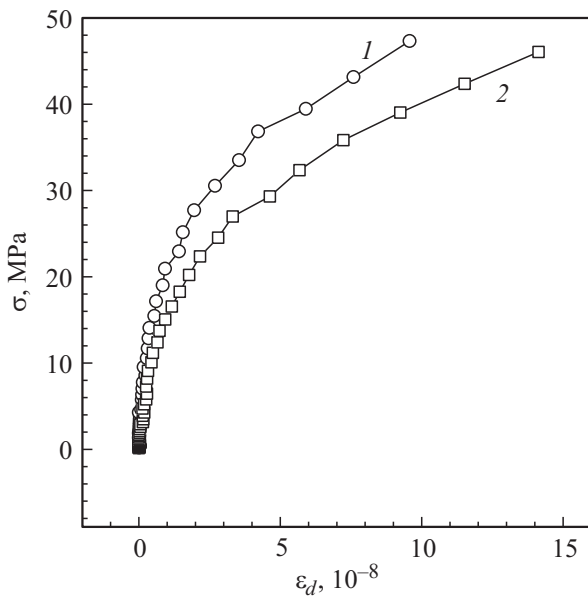


Рис. 19. Диаграммы микропластического деформирования образца ламината Cu–Nb: 1 — исходный образец, 2 — после обработки гидростатическим давлением 1.0 ГПа.

(рис. 12, *b*) и у ламината Cu–Nb (рис. 18), а также у титана [29].

Подобный эффект давления проявился и в измерениях плотности. Увеличение плотности после обработки образцов давлением было обнаружено для сплава Al–Sc [33], для ламината Cu–Nb [34], а также сплава β -Ti [32].

Данные [28,36,37] подтверждают залечивающий эффект после обработки давлением. Это означает, что как для модуля Юнга, так и для плотности эффект вызван (по крайней мере частично) избытком свободного объема, т.е. порами и микротрещинами. По данным рентгеновских исследований их размер в сплаве Al–Sc составляет от 10 до 40 nm.

Что касается затухания ультразвука и неупругих свойств, для них влияние гидростатического давления является неоднозначным. Оно может увеличивать или уменьшать δ (ср. рис. 12, *b* и 18) и увеличивать или уменьшать колебательное напряжение σ для того, чтобы произвести одну и ту же микропластическую деформацию (ср. рис. 13 и 19). Очевидно, что здесь эффект зависит от специфической структуры материала образца.

Заключение

Анализ результатов, приведенных в настоящем обзоре, показал, что возможного подобия характерных акустических и механических напряжений в зависимости от размера зерна не наблюдается. Это связано с тем, что микропластическая деформация в акустическом эксперименте носит в основном внутризеренный дислокационный характер, в то время как макроскопическая

пластическая деформация и разрушение формируются в основном в межзеренном пространстве. Однако дислокационная деформация внутри зерна, как показали исследования на поликристаллах бериллия, несомненно, влияет на величину предельной деформации при разрушении.

В настоящем обзоре представлены два эффекта, влияющие на акустические (упругие и неупругие) свойства поликристаллических материалов, которые возникают в результате интенсивной предварительной пластической деформации. Первый эффект связан с далекодействующими полями внутренних напряжений. Второй — с порами и трещинами наноразмеров. Оба эти явления имеют большое практическое значение, так как оказывают заметное влияние на пластичность и прочность. Как показывает опыт, они могут изучаться в специфических акустических экспериментах, описание которых приведено в этом обзоре.

Из обзора видно, что акустическая методика, позволяющая проводить измерения в широком диапазоне амплитуд, имеет свою нишу в ряду механических испытаний, которая недоступна традиционным методам и в значительной степени дополняет их. В первую очередь это связано с наноуровнем неупругих деформаций от 10^{-9} до 10^{-6} . Столь малые деформации обеспечивают обратимость свойств образца при колебательном режиме нагружения. Отсюда проистекает неразрушающий характер акустических измерений, несмотря на то, что к исследуемому материалу прикладываются значительные механические нагрузки.

Авторы выражают искреннюю благодарность С.П. Никанорову за обсуждение и полезные советы при написании этого обзора.

Список литературы

- [1] Gleiter H. // Nanostruct. Mater. 1992. Vol. 1. P. 1–18.
- [2] Андриевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337–358.
- [3] Estrin Y., Vinogradov A. // Acta Mater. 2013. Vol. 61. P. 782–817.
- [4] Малыгин Г.А. // УФН. 2011. Т. 181. № 11. С. 1129–1156.
- [5] Андриевский Р.А. // УФН. 2014. Т. 184. № 10. С. 1017–1032.
- [6] Taylor G.I. // Proc. Royal Soc. 1934. Vol. A145. P. 362–387.
- [7] Orowan E. // Z. Physik. 1934. Vol. 89. P. 634–659.
- [8] Polyani M. // Z. Physik. 1934. Vol. 89. P. 660–664.
- [9] Read T.A. // Phys. Rev. 1940. Vol. 58. P. 371–380.
- [10] Baker G.S. // J. Appl. Phys. 1962. Vol. 33. P. 1730–1732.
- [11] Кардашев Б.К. // ФТТ. 1977. Т. 19. № 8. С. 1490–1496.
- [12] Никаноров С.П., Кардашев Б.К. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. М.: Наука, 1985. 254 с.
- [13] Лебедев А.Б., Кустов С.Б. // ФТТ. 1987. Т. 29. С. 915–918.
- [14] Lebedev A.B. // J. Phys. IV Colloque C8. 1996. Vol. 6. P. 255–264.
- [15] Кардашев Б.К., Нефагин А.С., Ермолаев Г.Н., Леонтьева-Смирнова М.В., Потапенко М.М., Чернов В.М. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. № 18. С. 44.

- [16] Кардашев Б.К., Чернов В.М. // ФТТ. 2008. Т. 50. № 5. С. 820–825.
- [17] Kardashev B.K., Chernov V.M. // Mater. Sci. Eng. A. 2009. Vol. 521–522. P. 329–334.
- [18] Кардашев Б.К., Куприянов И.Б. // ФТТ. 2011. Т. 53. С. 2356–2361.
- [19] Kardashev B.K., Kupriyanov I.B. // Sol. Stat. Phenomena. 2012. Vol. 184. P. 257–262.
- [20] Marx J. // Rev. Scient. Instr. 1951. Vol. 22. P. 503–514.
- [21] Кардашев Б.К. // Кристаллография. 2009. Т. 54. С. 1074–1086.
- [22] Indenbom V.L., Chernov V.M. // Elastic strain fields and dislocation mobility (Eds V.L. Indenbom, J. Lothe). Amsterdam, North-Holland. Elsevier Science, 1992. P. 517–570.
- [23] Gremaud G. // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 366–368. P. 178–246.
- [24] Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972. 408 с.
- [25] Валиев Р.З., Александров Г.В. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000, 272 с.
- [26] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Кардашев Б.К. // ФТТ. 2006. Т. 48. № 8. С. 1421–1426.
- [27] Бетехтин В.И., Кардашев Б.К., Нарыкова М.В. // НТВ СПбГПУ. Физ.-мат. науки. 2010. 4(109). С. 104–113.
- [28] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Нарыкова М.В., Кардашев Б.К., Голосов Е.В., Кадомцев А.Г. // ЖТФ. 2011. Т. 81. № 11. С. 58–63.
- [29] Москаленко В.А., Бетехтин В.И., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Смирнов А.Р., Смолянец Р.В., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2014. Т. 56. Вып. 8. С. 1539–1545.
- [30] Бетехтин В.И., Dvorak J., Кадомцев А.Г., Кардашев Б.К., Нарыкова М.В., Рааб Г.К., Sklenicka V., Фаизова С.Н. // ПЖТФ. 2015. Т. 41. Вып. 2. С. 58–63.
- [31] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Sklenicka V., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В., Dvorak J., Голосов Е.В., Кардашев Б.К., Кузьменко И.Н. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 1. С. 67–72.
- [32] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Голосова О.А., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В., Иванов М.Б., Вершинина Т.Н. // ЖТФ. 2013. Т. 83. Вып. 10. С. 38–43.
- [33] Бетехтин В.И., Sklenicka V., Saxl I., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2010. Т. 52. № 8. С. 1517–1523.
- [34] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Кардашев Б.К., Голосов Е.В., Нарыкова М.В., Кадомцев А.Г., Клименко Д.Н., Карнов М.И. // Письма ЖТФ. 2012. Т. 38. № 3. С. 88–94.
- [35] Sklenicka V., Dvorak J., Kvarilova M., Svoboda M., Kral P., Saxl I., Holita Z. // Mat. Sci. Forum. 2007. Vol. 539–543. P. 2904–2910.
- [36] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxl I. // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 10. С. 1787–1790.
- [37] Dvorak J., Sklenicka V., Betekhtin V.I., Kadomtcev A.G., Kral P., Kvarilova M., Svoboda M. // Mater. Science Eng. A. 2013. A584. P. 103–113.
- [38] Lapovok R., Tomys D., Mang J., Estrin Y., Lowe T.C. // Acta Mater. 2009. Vol. 57. P. 2009–2015.
- [39] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990. 343 с.
- [40] Chaim R., Hefetz M. // J. Mater. Sci. 2004. Vol. 39. P. 3057–3064.