

Скачкообразная микродеформация наноструктурных металлов

© Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 1 октября 2007 г.)

Изучались параметры скачков микродеформации в режиме ползучести при малых напряжениях сжатия для меди, алюминия, титана и армо-железа с исходной (отожженной) структурой и после равноканального углового прессования. Измерения скорости деформации проводились с помощью лазерного интерферометра на базе линейных перемещений $0.15 \mu\text{m}$. Показано, что скорость микродеформации и средняя величина скачков для отожженных металлов выше, чем для металлов, подвергнутых интенсивной деформации. Обнаружена корреляция между величиной скачков микропластической деформации и размером зерна нанометаллов. Сделан вывод о том, что для наноструктурных металлов, так же как и для других материалов гетерогенность структуры является одной из причин скачкообразной деформации.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 06-08-01204).

PACS: 62.20.-x, 61.82.Rx

1. Введение

Локализация деформации на разных структурных уровнях является характерной чертой процесса пластической деформации твердых тел [1,2]. Экспериментально наиболее подробно изучена скачкообразная макролокализация, которая проявляется в виде резких спадов нагрузки на кривых деформирования металлов при растяжении или сжатии с постоянной скоростью перемещения одного конца образца относительно другого. Самым известным видом макролокализации деформации является тепловая неустойчивость деформации при криогенных температурах [3,4], при которой скачки напряжений иногда достигают гигантских размеров [5]. Известный тип локализации деформации в сплавах, связанный с эффектом Портевена–Ле Шателье [6], относят к мезоскопическим кооперативным явлениям в системе дислокаций с масштабом, определяемым физическим механизмом процесса деформации [6,7]. Микроскопическая неоднородность деформации заложена в самой природе скачкообразного перемещения одиночной дислокации (от одного препятствия до другого) и экспериментально наблюдалась при измерении скорости дислокаций методом непрерывного избирательного травления еще в 1960 г. [8] и позже в высоковольтном электронном микроскопе [9]. Наконец, в последнее время появились работы, в которых обнаружены мелкомасштабные локальные сдвиги, которые проявляются в виде скачков на кривых непрерывного наноиндентирования [10] и при деформировании наноразмерных образцов [11,12]. Заметим во избежание терминологической путаницы, что понятие масштаба может относиться как к описанию элементарного акта деформации (например, движение отдельной дислокации, кооперативное перемещение групп дислокаций и смещение или поворот зерна или группы зерен как целого, т.е. микро-, мезо- и макропроцессы соответственно), так и к величине измеряемой

деформации. Эффекты, обсуждаемые в [10–12], по масштабу измерений являются наноразмерными, а по масштабу процессов, определяющих деформацию, их можно отнести к мезоскопическим, поскольку они вызваны коллективными перемещениями групп дислокаций.

Упомянутые исследования проводились при постоянной скорости перемещения одного из захватов образца относительно другого или при постоянной скорости внедрения индентора. Недостатками такого способа нагружения являются зависимость параметров скачка от жесткости испытательной машины, а также изменение скорости деформации во время скачка и по мере роста средней деформации (из-за перераспределения деформации между упругой деформацией машины, образца и пластической деформацией образца), т.е. скорость деформации в отличие от скорости перемещения захвата машины не остается постоянной. При определении твердости к перечисленному добавляются сложности, связанные с определением напряжений и деформаций под индентором.

В [13–18] для анализа скачкообразной деформации была использована интерферометрическая методика измерения скорости и величины деформации кристаллов и полимеров при постоянном напряжении. Прецизионные измерения скорости ползучести на субмикронных приращениях деформации показали, что деформация твердых тел на разных структурных уровнях развивается скачками. Интерферометрическая методика позволяет определить параметры непосредственно скачков деформации на микро- и мезоуровне в зависимости от стадии деформации, структурных характеристик и других факторов.

В деформационной кинетике изучение определенного уровня структуры означает измерение скорости на приращениях деформации, соизмеримых с масштабом структурных единиц, принимающих участие в деформации. Использование лазерного интерферометра в схе-

ме регистрации процесса ползучести дает возможность измерять скорость деформации при одноосном нагружении на приращениях длины образца $\Delta l_0 = 150 \text{ nm}$ и выше. Исследования кинетики деформации полимеров [13,14,17,18] и металлов [15,16] на субмикронном и микронном структурных уровнях приводят к следующим выводам.

1) Вследствие гетерогенности исходной структуры реальных тел и вносимых в нее с помощью деформации изменений процесс деформирования материалов имеет скачкообразный характер на разных уровнях.

2) Изменение скорости деформации в скачке может быть как большим (резкий скачок), так и малым (плавное колебание скорости).

3) В процессе деформации параметры скачков пластичных материалов (полимеров, металлов) изменяются закономерно, соответственно стадии деформирования; большие скачки формируются из малых.

4) Скачки деформации отражают кооперативные перемещения, масштаб которых соответствует размеру структурных неоднородностей [16–18].

В настоящей работе продолжено изучение локализации деформации в металлах при постоянном напряжении, которая проявляется в виде периодических колебаний скорости ползучести. Основное внимание обращено на скачки деформации в металлах с нанокристаллической структурой и на связь параметров скачков с характеристиками структуры.

2. Материалы и экспериментальная методика

Исследовалась скорость микродеформации алюминия, меди, титана и армко-железа при постоянных малых сжимающих напряжениях (микropolзучесть). Измерялись также параметры скачков деформации металлов с исходной и нанокристаллической структурой, полученной методом многократного равноканального углового прессования (РКУП). После РКУП размеры зерен в структуре Cu, Ti и Fe составляли 100–300 nm, а в Al — 1–2 μm .

Испытывались цилиндрические образцы диаметром 2–3 и высотой 6 mm. Скорость деформации определяли по интерферограммам [13–18] на базе последовательных одинаковых приращений длины образца $\Delta l_0 = 150 \text{ nm}$, что соответствовало полупериоду биений на интерферограмме. Из зависимостей скорости относительной деформации $\dot{\epsilon}$ от изменения длины образца Δl определяли деформационные периоды колебаний скорости: $L = 0.15k$ (в μm), где k — число измерений скорости в периоде. Значения L совпадают с высотами скачков деформации ползучести. Таким образом, измерение скорости деформации по полупериоду биений позволяет определять значения L от 300 nm, т.е. вдвое снизить нижнюю границу диапазона величин L по сравнению с измерениями скорости по полному

периоду. Образцы деформировались при напряжениях σ , в несколько раз меньших предела текучести σ_y . Измеряли скорость микропластической деформации при комнатной температуре в интервале $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-8} - 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ на участках малых деформаций $\Delta \epsilon = 2.5 \cdot 10^{-5}$, для которых структуру образца можно считать стабильной. При вычислении $\dot{\epsilon}$ и $\Delta \epsilon$ в расчет принималась полная длина образца, локализация деформации не учитывалась.

3. Результаты опытов и их обсуждение

На рис. 1–4 показано, как изменяется скорость деформации различных металлов в исходном состоянии и после РКУП при измерении ее на субмикронных приращениях локальных деформаций в режиме ползучести. Колебания скорости свидетельствуют о том, что микродеформация нанометаллов, как и деформация других материалов, имеет скачкообразный характер. Заметим, что локальные деформации в микрообъемах на уровне отдельного зерна могут быть большими (десятки процентов и более), тогда как общая деформация образца мала. Измеряя скорость на малых приращениях деформации (150 nm), мы приближаемся к микропроцессам в масштабе отдельных зерен металлов, что допускает сравнение с результатами испытаний микрообразцов.

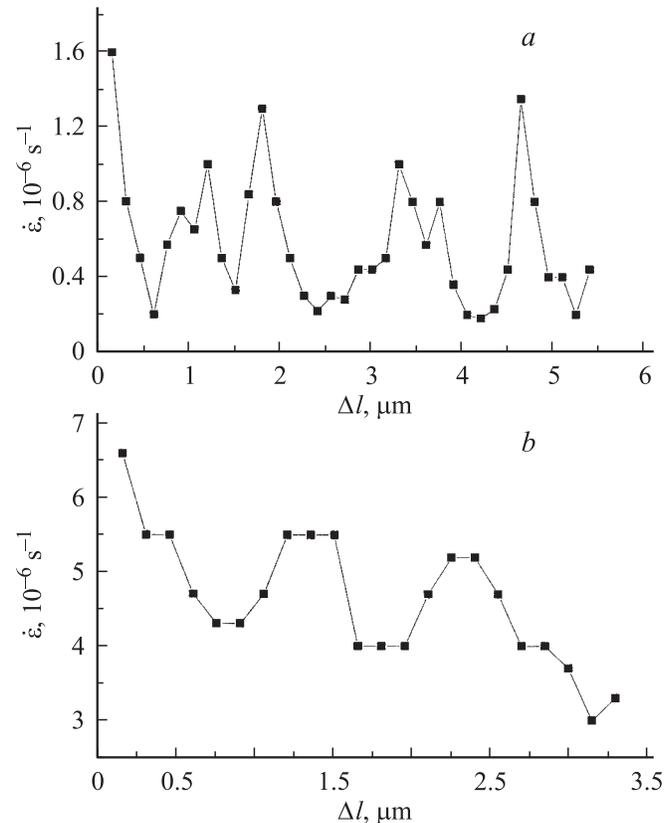


Рис. 1. Зависимость скорости деформации алюминия от величины микропластической деформации. $\sigma = 20 \text{ MPa}$. *a* — после РКУП, *b* — исходный крупнозернистый материал.

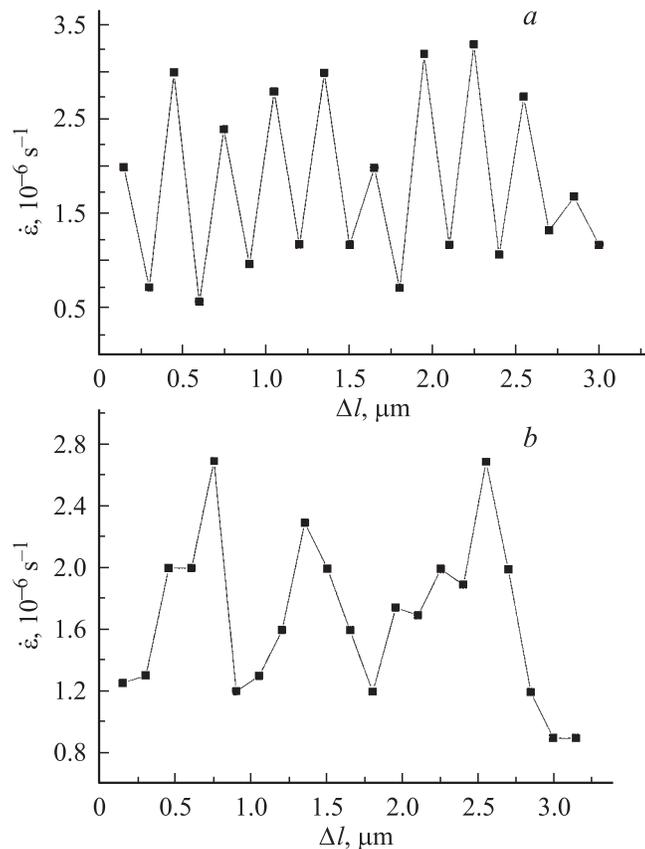


Рис. 2. Зависимость скорости деформации меди от величины микропластической деформации. $\sigma = 30$ МПа. Обозначения те же, что на рис. 1.

Из зависимостей $\dot{\varepsilon}(\Delta l)$ видно, что в наноалюминии, у которого по сравнению с другими металлами средняя величина зерна больше ($1-2 \mu\text{m}$ в Al и $\sim 200 \text{ nm}$ в Cu, Fe и Ti), скачки деформации также оказываются большего размера (рис. 1, *a-4, a*). Для наноалюминия (рис. 1, *a*) заметно сложное строение скачка, что связано, по-видимому, с присутствием скачков деформации меньшего размера.

Результаты, представленные на рис. 2, *a, b*, показывают, что средний период колебаний скорости деформации L для исходной меди в 2.5 раза больше, чем для образцов после РКУП, формирующего структуру с малым размером зерна ($\sim 200 \text{ nm}$). При этом по величине период L близок к среднему размеру зерна (см. таблицу). Для исходной меди L значительно меньше размера зерна и определяется внутризеренной структурой или свойствами самого процесса деформации [16].

Аналогичные измерения для титана (рис. 3, *a, b*) и армко-железа (рис. 4, *a, b*) показали тот же результат: микродеформация наноструктурных образцов развивается более мелкими скачками, чем образцов из исходных металлов, что соответствует их более мелкозернистой структуре. Для алюминия (рис. 1, *a, b*) разница в ве-

личине скачков исходного материала и после РКУП практически не заметна (см. таблицу).

Размеры скачков деформации металлов с разной структурой

Материал	Структурное состояние	Предел текучести σ_y , МПа	Размеры скачков L , nm
Алюминий	Исходное	82	1050–1350
	После РКУП	391	900–1100
Армко-железо	Исходное	210	300–750
	После РКУП	535	300
Медь	Исходное	161	900–1350
	После РКУП	403	300–450
Титан	Исходное	401	600–900
	После РКУП	631	300

Особенностью микропластической деформации ползучести является то, что она всегда затухает во времени. Скорость этого затухания зависит от структуры и действующих напряжений. На фоне быстро уменьшающейся скорости деформации скачки деформации менее выражены (рис. 4, *b*). Кроме того, если скорость деформации мала уже в начале эксперимента (рис. 3, *a*), то колебания растягиваются на длительное время, что затрудняет получение нескольких колебаний на интерферограмме и снижает точность измерений.

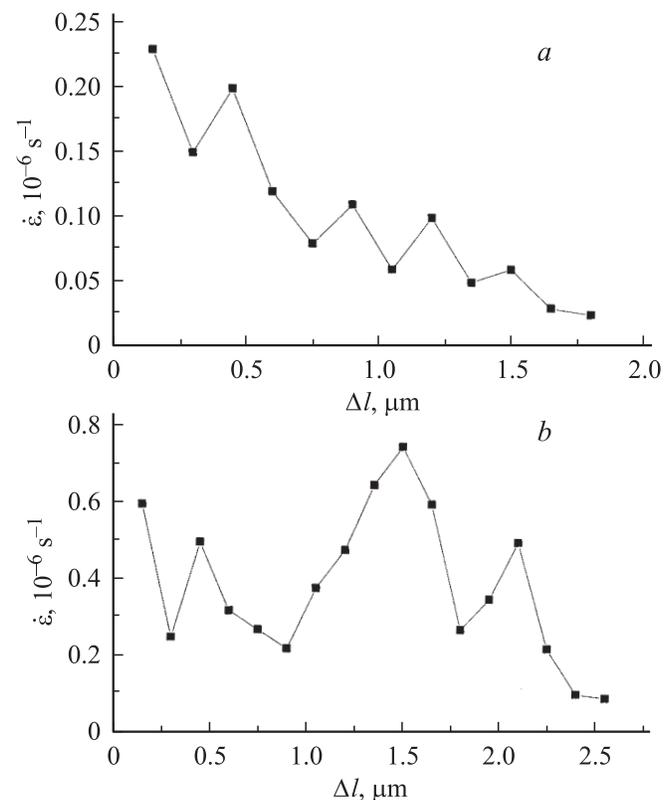


Рис. 3. Зависимость скорости деформации титана от величины микропластической деформации. $\sigma = 53$ МПа. Обозначения те же, что на рис. 1.

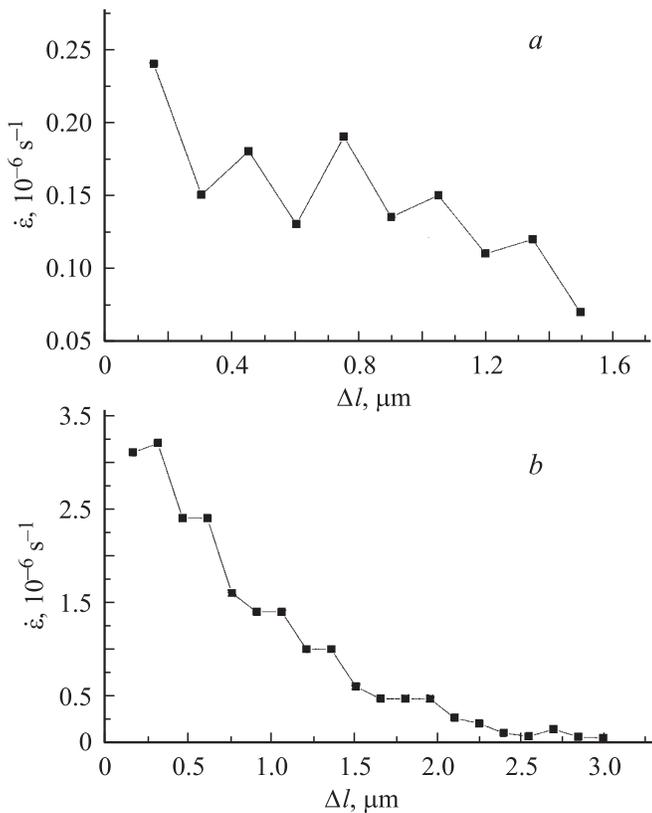


Рис. 4. Зависимость скорости деформации армо-железа от величины микропластической деформации. $\sigma = 70$ МПа. Обозначения те же, что на рис. 1.

Результаты, представленные на рис. 1–4 и в таблице, расширяют круг материалов, для которых подтверждена общность физической природы скачкообразной деформации, связанной с гетерогенностью строения реальных тел. Скачки деформации на разных уровнях, в том числе и на субмикронном, отражают кооперативные перемещения в среде, масштаб которых определяется размером типичных структурных единиц. Сдвиги могут происходить по границам упорядоченных образований, как это моделировалось в [17,18] на полимерах с внедренными плотными частицами, или проходить по зерну (кристаллу) [15,16]. В любом случае границы структурных единиц, т.е. масштаб неоднородностей структуры, определяют немонотонность зависимости скорости деформации от величины деформации.

Дислокационный механизм деформации предполагает разные потенциальные барьеры на пути одиночной дислокации, в том числе на границах и внутри зерен, и, следовательно, переменную скорость продвижения дислокации с периодичностью, кратной размеру зерна. Результаты настоящей работы показывают, что этой же периодичности подчиняется и кооперативное движение дислокаций в масштабе зерна.

Поскольку, как было показано в [15–17], более крупные скачки организуются из более мелких, можно

предполагать, что скачки деформации, соответствующие размеру зерен в исходных крупнозернистых металлах, состоят из более мелких с $L \sim 1 \mu\text{m}$ (см. таблицу), соразмерных, например, с неоднородностью распределения примесей или других внутризеренных дефектов. В то же время и в металлах с исходной структурой, и после РКУП могут существовать мелкомасштабные скачки деформации, не разрешаемые настоящей методикой.

Многоуровневая организация деформации означает, что макродеформацию ΔL можно представить как сумму любых разномасштабных скачков деформации: $\Delta L = L_n n = L_m m = L_M M$, где L_n — величина наноразмерного скачка, n — их число; L_m и m — то же для микроразмерных скачков; L_M и M — величина и число мезо- или макроскачков.

На рис. 5 приведены участки кривых ползучести меди и алюминия, рассчитанные по тем же интерферограммам, что и кривые, показанные на рис. 1, 2. Видны участки кривых с разным наклоном, причем различие в наклонах тем больше, чем больше разница в скоростях деформации в скачках (рис. 1, 2). Однако, как уже указывалось выше, наблюдение за скоростью деформации дает более четкое представление о характере процесса деформации, чем кривая ползучести.

В [16] обсуждается корреляция между средним размером скачков деформации металлов и кристаллов и различными структурными параметрами (размером зер-

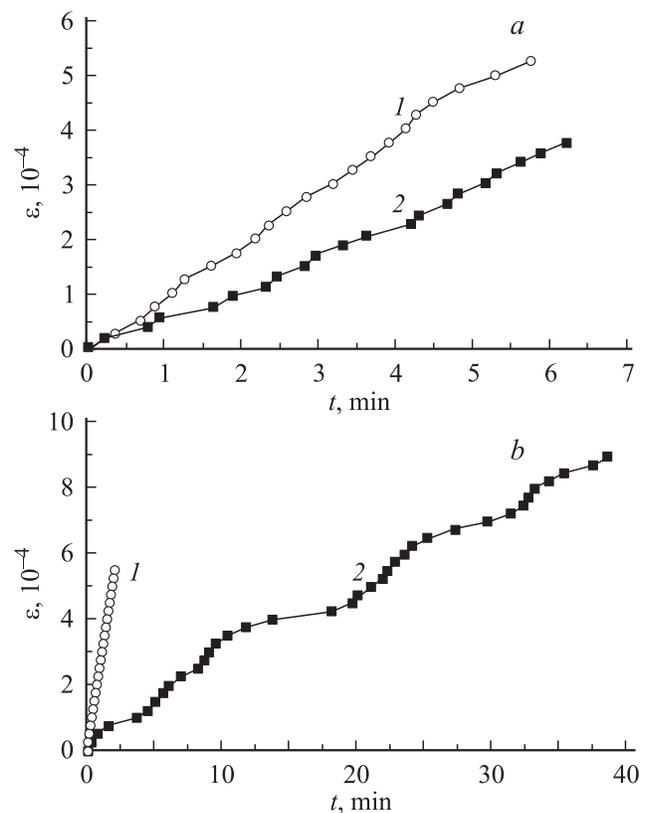


Рис. 5. Кривые микроползучести меди (a) и алюминия (b). Напряжения: 30 (a) и 20 МПа (b). 1 — исходный материал, 2 — после РКУП.

на, концентрацией примесей, векторов Бюргерса). При этом минимальные скачки L_{\min} в [16] оцениваются по формуле $L_{\min} = \dot{\epsilon} t = \rho b v t = \rho b l$, где ρ — плотность дислокаций, b — вектор Бюргерса, v — скорость подвижных дислокаций, l — средний пробег дислокации между стопорами, которыми могут быть границы зерен, атомы примесей, неподвижные дислокации и др. Разницу в скоростях $\dot{\epsilon}$ внутри каждого периода можно объяснить флуктуациями величин ρ и l в последовательных актах кооперативного движения групп дислокаций на границе или внутри зерна, а также различиями в конфигурации границ зерен и особенностями потенциальных барьеров для движения дислокаций в зернах и на границах.

Анализ результатов, приведенных на рис. 1–4 и в таблице, показывает, что во всех исследованных материалах независимо от размера зерна микропластическая деформация при постоянном напряжении осуществляется скачками с периодом L от сотен nm до 1–2 μm . Для металлов после РКУП это практически совпадает со средним размером зерна d . Для крупнозернистых металлов значения L , измеренные в настоящей работе, выше, чем для мелкозернистых, но ниже размера зерна. Чтобы получить L порядка сотен μm , что сравнимо с размером зерна в отожженных металлах, необходимы большие деформации, недостижимые в области микропластичности. Подобные исследования описаны в [16] и подтверждают связь величины L на одном из масштабных уровней деформации с размером зерна.

Таким образом, в настоящей работе при исследовании параметров скачков микропластической деформации нанометаллов подтверждена общность корреляции размера этих скачков с характерным структурным масштабом.

Список литературы

- [1] В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. Структурные уровни деформации твердых тел. Наука, Новосибирск (1985). 230 с.
- [2] В.И. Владимиров. Вопросы теории дефектов в кристаллах. Изд-во Ленинград. политехн. ин-та, Л. (1987). С. 42.
- [3] О.В. Клявин. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. Наука, М. (1987). 255 с.
- [4] В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. Металлургия, М. (1975). 328 с.
- [5] В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Б.И. Смирнов, А.Б. Лебедев, В.И. Копылов. ФТТ **42**, 1034 (2000).
- [6] Г.А. Малыгин. ФТТ **37**, 3 (1995).
- [7] М.А. Лебедин, Л.Р. Дунин-Барковский. ФТТ **40**, 487 (1998).
- [8] В.Н. Рожанский, В.М. Степанов. ДАН СССР **133**, 804 (1960).
- [9] F. Appel, M. Bartsch, U. Messerschmidt, E.M. Nadgorny, S.N. Valkovskii. Phys. Stat. Sol. (a) **83**, 179 (1984).
- [10] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, А.И. Тюрин, В.А. Хоник. ФТТ **45**, 1209 (2003).
- [11] M.-C. Miguel, S. Zapperi. Science **312**, 1151 (2006).
- [12] D.M. Dimiduk, C. Woodward, R. LeSar, M.D. Uchic. Science **312**, 1188 (2006).
- [13] Н.Н. Песчанская, П.Н. Якушев. ФТТ **30**, 2196 (1988).
- [14] Н.Н. Песчанская. Высокомолекуляр. соединения А **31**, 1181 (1989).
- [15] В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов. ФТТ **40**, 690 (1998).
- [16] Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман, А.Б. Синани, Б.И. Смирнов. ФТТ **46**, 1991 (2004).
- [17] Н.Н. Песчанская, П.Н. Якушев, В.А. Берштейн, M. Keating, T. Krizan. ФТТ **47**, 920 (2005).
- [18] Н.Н. Песчанская, Ю. Христова. ФТТ **48**, 1786 (2006).