

05

Высокоскоростное деформирование нанокристаллических железа и меди

© А.Б. Синани, В.В. Шпейзман,[¶] А.С. Власов, Е.Л. Зильбербранд, А.И. Козачук

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

[¶] e-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru, Alfred@mdlab.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 15 февраля 2016 г.)

Получены кривые деформации при высокоскоростном ударе и медленном нагружении для нано- и крупнокристаллических железа и меди. Определены коэффициенты скоростной чувствительности напряжений в зависимости от размера зерна и величины деформации. Показано, что известное ранее различное поведение коэффициента скоростной чувствительности предела текучести с ростом размера зерна для ГЦК- и ОЦК-металлов можно распространить на их другие скоростные зависимости: у железа коэффициент скоростной чувствительности напряжений течения падает с ростом деформации, у меди возрастает. Это отражается также в разном характере изменения наклона зависимостей этого коэффициента от размера зерна при изменении деформации.

Исследования физико-механических свойств современных микро- и наноструктурных материалов представляют большой научный и практический интерес, особенно возросший в последние годы [1–3]. Связано это с тем, что указанные материалы демонстрируют целый ряд уникальных физических и механических свойств. К настоящему времени разработано множество методов получения микро- и наноструктурных материалов. Одним из путей, приводящим к измельчению зерна металлов и сплавов, является использование различных вариантов интенсивного пластического деформирования, в результате которого в зависимости от степени деформации образуются микро- или нанокристаллические структуры.

Ранее нами исследовались физико-механические свойства металлов (Al, Cu, Ni, Ti, Nb, Fe) и сплавов Cu–Zr и Al–Li, полученных методом равноканального углового прессования (РКУП), с размерами зерен в диапазоне 100–200 nm [4–7]. Было установлено существенное увеличение сопротивления деформированию микрокристаллических материалов в интервале температур 4.2–300 K по сравнению с крупнокристаллическими. При этом в области гелиевых температур наблюдалась скачкообразная деформация, связанная с ее локализацией, даже для тех материалов, для которых в крупнокристаллическом состоянии кривая деформации была плавной. Для ОЦК-металлов (Fe, Nb) локальная деформация в момент скачка напряжений и температура достигали соответственно $\varepsilon \approx 100\text{--}800\%$ и $\Delta T \approx 70\text{ K}$ и сопровождалась для Nb переходом образца из сверхпроводящего состояния в нормальное [7]. При повышенных температурах (640–670 K) для алюминиево-литиевого сплава 1420 была обнаружена сверхпластичность [8,9].

Полученные данные о температурных зависимостях предела текучести микро- и нанокристаллических образцов позволили выделить области с особенностями упрочнения этих материалов при понижении температуры. О характере упрочнения можно также судить на основании сведений о влиянии скорости деформации

на ее силовые характеристики (предел текучести или максимальное напряжение на кривой растяжения, твердость и микротвердость и др.). В качестве характеристики скоростной зависимости деформации используется коэффициент скоростной чувствительности напряжений, который определяется путем сравнения пределов текучести при разных скоростях деформации, рассчитанным по начальным участкам кривых растяжения или сжатия, а также по твердости или микротвердости с использованием соотношения $\sigma = H/3$. Влиянию размера зерна на скоростную зависимость предела текучести микро- и наноструктурных металлов и сплавов посвящена работа [10], большое внимание этой зависимости уделено в обзорах по механическим свойствам микро- и наноструктурных материалов [2,11]. Исследования скоростной зависимости напряжений проводятся, как правило, в диапазоне скоростей $10^{-4}\text{--}10^{-1}\text{ s}^{-1}$. Значительно реже встречаются исследования, охватывающие область высокоскоростной деформации ($10^3\text{--}10^5\text{ s}^{-1}$). Так, в [12] приведены данные для Cu, Ni и сплава Al–4Cu–0.5Zr для скоростей деформации до $4 \cdot 10^3\text{ s}^{-1}$, в [13] для Fe и в [14] для Al и его сплавов до $3 \cdot 10^4\text{ s}^{-1}$. Приведенные в [2,10–14] результаты показали существенную разницу в поведении скоростных зависимостей предела текучести для металлов с ГЦК- и ОЦК-решеткой при переходе от крупнозернистых материалов к микро- и нанокристаллическим.

В настоящей работе сравнивались характеристики кривых деформации при высокоскоростном ударе и при обычных скоростях деформации для нанокристаллических и крупнозернистых образцов железа и меди. Использованная методика обработки результатов высокоскоростных испытаний позволила провести сравнение не только пределов текучести при разных скоростях деформации, но и напряжений течения до деформаций $\varepsilon \sim 30\%$. Получение кривых деформации микро- и нанокристаллических материалов при высоких скоростях представляет также самостоятельный интерес, поскольку такие данные крайне немногочисленны.

Твердость, динамический и статический пределы текучести меди и железа с разным размером зерна

Материал	α -Fe, исходный	α -Fe, РКУП	Cu, исходный	Cu, отожженный	Cu, РКУП
d , nm	10 000	200	20 000	300 000	200
H_B , GPa	0.8	2.6	1.0	0.45	1.45
σ_S , GPa	0.28	0.68	0.24	0.030	0.32
σ_d , GPa	0.45	0.78	0.26	0.032	0.39

1. Экспериментальная методика

Исследовались поликристаллические медь (99.9% Cu) и железо (99.9% Fe) в исходном состоянии, а также после предварительного многократного равноканального прессования (РКУП) с поворотом бруска на 90° после каждого цикла [15]. Медные образцы испытывались также после отжига при 700°C в течение 30 min. Размер зерна после РКУП составлял ~ 200 nm для обоих материалов. Результаты измерения размера зерна остальных образцов, а также их статической твердости по Бринеллю приведены в таблице.

Динамические испытания проводились при скоростях удара до 330 m/s, обеспечивающих скорость деформации ~ 10⁴ s⁻¹. В основу методики определения динамического предела текучести и построения динамической диаграммы деформирования был взят метод Тейлора [16] — удар цилиндрического образца о жесткую стенку. Для расчета деформаций и напряжений в различных сечениях деформированного образца строился его профиль $r = f(y)$ и использовались следующие соотношения:

$$\epsilon_i = 2 \ln \frac{r_i}{r_0}, \tag{1}$$

$$\langle \sigma_i \rangle = \frac{\rho V_0^2}{2\Delta x_i} \frac{\Delta V_i}{\pi r_i^2}, \tag{2}$$

где ϵ_i — истинная осевая деформация в сечении y_i , r_i — радиус сечения y_i , r_0 — радиус образца до удара; $\langle \sigma_i \rangle$ — среднее напряжение в сечении y_i , действующее при торможении образца; ρ — плотность образца, V_0 — скорость удара, ΔV_i — объем хвостовой части образца от сечения y_i до торца y_f , Δx_i — смещение центра массы этой хвостовой части от начала соударения до остановки. Объем и смещение центра массы хвостовой части рассчитывались по формулам

$$\Delta V_i = \int_{y_i}^{L_f} \pi r^2 dy, \tag{3}$$

$$\Delta x_i = L_0 - \frac{\int_{y_i}^{L_f} r^2 dy}{2r_0^2} - \frac{\int_{y_i}^{L_f} r^2 y dy}{\int_{y_i}^{L_f} r^2 dy}. \tag{4}$$

Поскольку для недеформированной части образца от некоторого сечения y_c до $y_f = L_f$ справедливо $r = r_0 = \text{const}$, то для динамического предела текучести можно написать следующее выражение:

$$\sigma_d = \frac{\rho V_0^2 L_c}{2(L_0 - L_f)}, \tag{5}$$

где L_0 и L_f — начальная и конечная длины образца, $L_c = L_f - y_c$ — длина цилиндрической (недеформированной после удара) части образца.

Динамические испытания проводились на образцах диаметром 10 и длиной 20 mm. Для измерений при малой скорости деформации были изготовлены цилиндрические образцы диаметром 7 и высотой 13.5 mm, которые испытывались на сжатие при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Instron 1342. Скорость перемещения подвижного захвата машины составляла 0.1 mm/min, что соответствовало средней скорости относительной деформации образца ~ 10⁻⁴ s⁻¹.

2. Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 1, *a, b* приведены диаграммы сжатия при высокоскоростном ударе и медленном нагружении для железа и меди. Поскольку при высокоскоростном деформировании определяются истинные напряжения σ_t и деформации ϵ_t , то полученные в опытах кривые нагрузки — изменение длины образца $(P - \Delta l)^1$ при малой скорости деформации были перестроены в истинных координатах, которые определялись по формулам: $\sigma_t = P(l_0 - \Delta l)/S_0 l_0$ и $\epsilon_t = \ln(1 - \Delta l/l_0)$, где S_0 и l_0 — начальные площадь поперечного сечения и длина рабочей части образца. По данным рис. 1 рассчитывался коэффициент скоростной чувствительности предела текучести и напряжений течения при заданной деформации: $m = \partial \ln \sigma_t / \partial \ln \dot{\epsilon}_t$. Использование безразмерного коэффициента скоростной чувствительности напряжений течения в виде $m = \partial \ln \sigma_t / \partial \ln \dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon} \partial \sigma_t / \sigma_t \partial \dot{\epsilon}$ предполагает степенную зависимость скорости деформации от напряжений вида $\dot{\epsilon} = A(\sigma/\sigma_0)^n \exp(-U/kT)$, где $n = 1/m$, U — энергия активации, k — постоянная Больцмана, A — постоянная, σ_0 — параметр, введенный из соображений размерности; $\sigma_0 = 1$ МПа, если σ выражено в МПа. В этом случае активационный объем процесса деформации выражается формулой $V = kT/m\sigma$. Исследованию степенной зависимости $\dot{\epsilon}(\sigma)$ посвящено большое число работ середины прошлого века. Было показано, что в узкой области предплавленных температур деформационное поведение металлов определяется ньютоновской вязкостью с $n = m = 1$ (скорость деформации пропорциональна напряжению). С понижением температуры для многих металлов и

¹ Для удобства построения графиков под P и Δl понимались абсолютные значения этих величин.

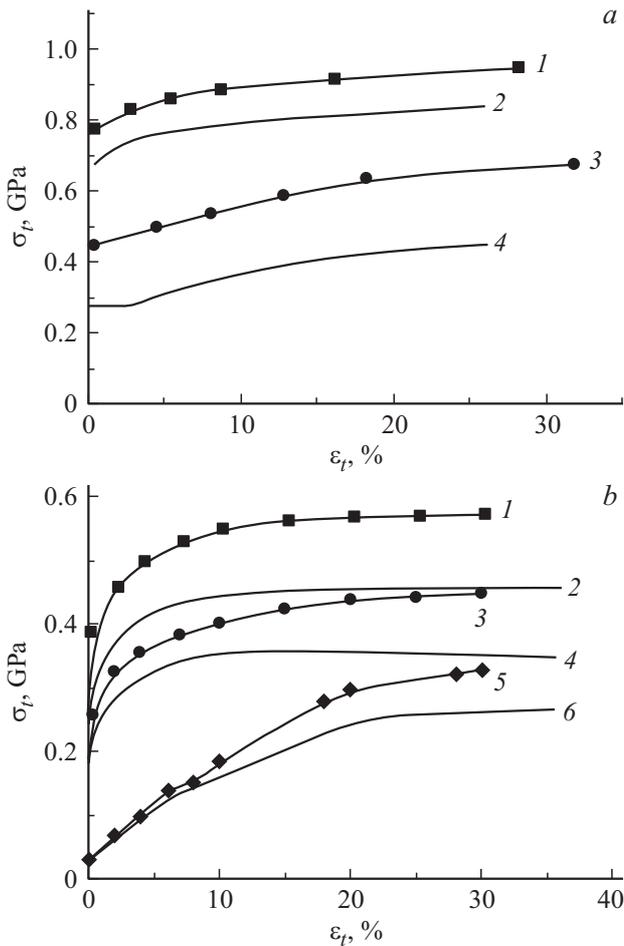


Рис. 1. Кривые деформации при сжатии в координатах: истинные напряжения — истинные деформации, для железа (а) и меди (b) после РКУП (1, 2), в исходном состоянии (3, 4), после отжига (5, 6). Скорость деформации, s^{-1} : 10^4 (1, 3, 5) и 10^{-4} (2, 4, 6).

сплавов наблюдается степенная зависимость $\dot{\epsilon}(\sigma)$ с $n \approx 2$. Иногда значения n достигали 4–6, но столь высокие значения n , как 20–250, что соответствует $m = 0.004–0.05$, полученные в настоящей работе и приведенные в других работах, посвященных исследованию скоростной чувствительности предела текучести, свидетельствует в пользу экспоненциальной зависимости $\dot{\epsilon}(\sigma)$. В ряде работ, следуя этой зависимости, коэффициент скоростной чувствительности напряжений вычислялся как $m_1 = \partial \sigma_t / \partial \ln \dot{\epsilon}$ и имел размерность напряжений. Активационный объем соответственно вычислялся по формуле $V = kT/m_1$ [17]. Однако коэффициент m_1 не получил широкого распространения, по-видимому, из-за неудобства, связанного с его размерностью, и в большинстве работ оценка скоростной чувствительности напряжений производится с использованием коэффициента $m = \partial \ln \sigma_t / \partial \ln \dot{\epsilon}$.

Полученные в настоящей работе значения коэффициента m для предела текучести меди и железа с разным размером зерна хорошо согласуются с известными ли-

тературными данными, как по величине m , так и по виду зависимости m от размера зерна. Так, например, для нанокристаллического железа с $d = 200$ nm мы получили $m = 0.0075$, а в [10] для железа приведено $m = 0.010$ для $d = 268$ nm и 0.021 для 300 nm; для крупнокристаллического железа $m = 0.026$ ($d = 10 \mu m$) у нас и 0.04 ($d = 20 \mu m$) в [13]. То же наблюдается и для меди: у нас $m = 0.011$ ($d = 200$ nm) и 0.016–0.018 [18], для крупнозернистой меди $m = 0.0044$ у нас и 0.004 [17]. Так же как и [2, 10–13, 18], коэффициент скоростной чувствительности напряжений на уровне предела текучести для металлов с ГЦК- и ОЦК-решеткой противоположным образом изменяется с ростом размера зерна: возрастает для железа и уменьшается для меди.

Изменение коэффициента m с деформацией для железа и меди в наноструктурном и крупнокристаллическом состояниях показано на рис. 2, а, б. Из приведенных данных видно, что деформация по-разному влияет на величину m для этих материалов: коэффициент m растет с деформацией при сжимающих напряжениях до $\epsilon_t \sim 30\%$ для меди и уменьшается при тех же условиях для железа. Для обоих металлов наклон (без учета знака) зависимостей $m(\epsilon)$ минимальный для наноструктурного

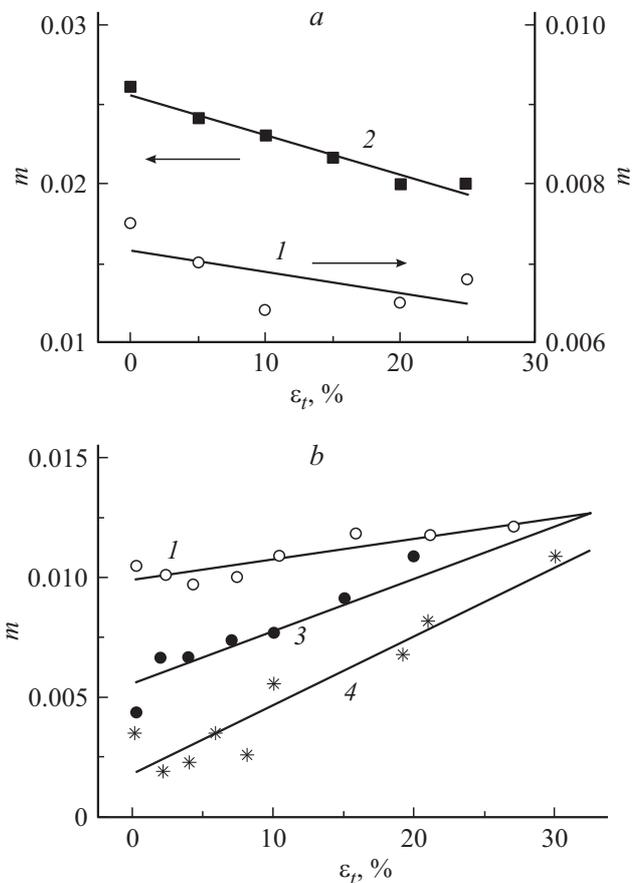


Рис. 2. Зависимость коэффициента скоростной чувствительности напряжений m от деформации для железа (а) и меди (b). Размер зерна, nm: 200 (1), 10 000 (2), 20 000 (3), 300 000 (4).

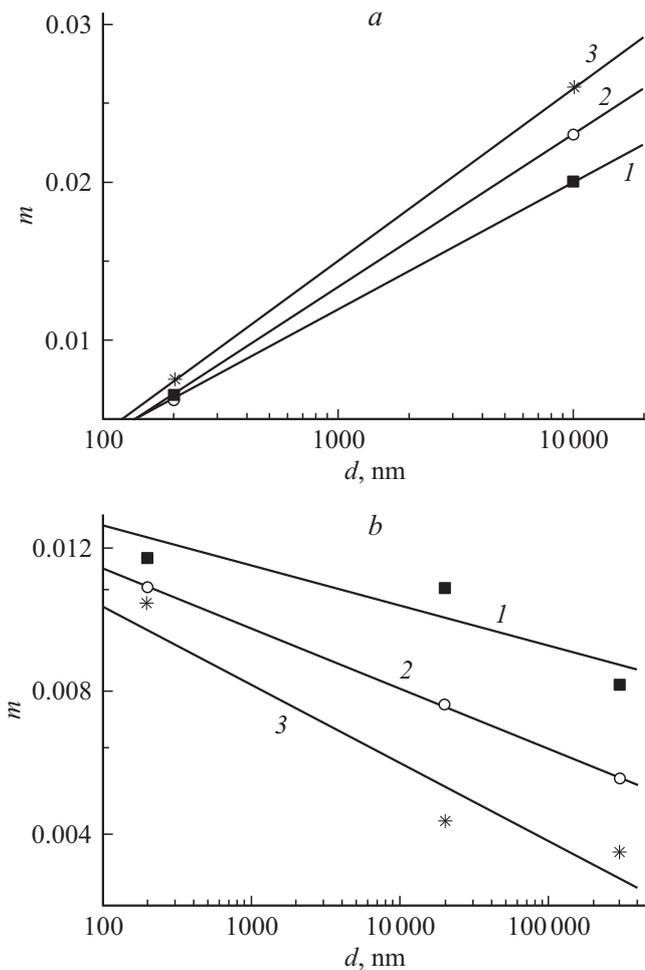


Рис. 3. Зависимость коэффициента скоростной чувствительности напряжений m от размера зерна для железа (а) и меди (б). Деформация, %: 0.2 (3), 10 (2) и 20 (1).

материала. В области деформаций $\varepsilon_t = 0.2\text{--}30\%$ наклон $m(\varepsilon)$ с увеличением размера зерна от 200 nm возрастает по сравнению с наклоном $m(\varepsilon)$ для крупнозернистого материала от $8.5 \cdot 10^{-5}$ до $2.9 \cdot 10^{-4}$ для меди, а для железа — по абсолютной величине от $2.6 \cdot 10^{-5}$ до $2.5 \cdot 10^{-4}$.

Изменение коэффициента скоростной чувствительности напряжений для трех уровней деформации: 0.2 (предел текучести), 10 и 20% с ростом размера зерна показано на рис. 3. Для железа наклон прямых $m(d)$, построенных в полулогарифмических координатах, возрастает с деформацией от 0.011 при деформациях на уровне предела текучести до 0.008 при $\varepsilon = 20\%$. Для меди наклон отрицательный и уменьшается по абсолютной величине от 0.0022 до 0.0011 при тех же значениях деформации.

Таким образом, известное ранее по многочисленным работам (см., например, [2,10–13]) противоположное влияние размера зерна на коэффициент скоростной чувствительности предела текучести можно распространить на область напряжений течения, вызывающих, как

показано выше, деформацию до $\sim 30\%$. Можно полагать, что изменение коэффициента скоростной чувствительности напряжений с деформацией связано с изменением структуры (внутризеренной или границ зерен, в зависимости от вида деформации). Косвенным доказательством влияния структуры материала, помимо величины зерна, является тот факт, что металлы с одинаковым размером зерна, полученные методом РКУП и компактированием из порошка, имели разные коэффициенты m [13].

Для объяснения различного поведения ГЦК- и ОЦК-металлов обычно привлекается представление об активационном объеме процесса деформации, который связан с m соотношением $V = kT/m\sigma$. В ГЦК-кристаллах основным препятствием являются границы зерен, поэтому $m = kT/\sigma V$ с увеличением размера зерна падает (активационный объем V растет из-за увеличения пробегов дислокаций от одной границы до другой). Особенно сильной эта зависимость должна быть при малых размерах зерен, так как при больших d может развиваться внутризеренная субструктура, которая создает дополнительные препятствия для движения дислокаций. Уменьшение напряжений с ростом размера зерна не столь велико, чтобы существенно повлиять на вид зависимости $m(d)$. Небольшой рост m с деформацией может быть связан с увеличением плотности дислокаций и появлением препятствий для их движения внутри зерен, конкурирующих с границами.

В ОЦК-кристаллах движение дислокаций контролируется высоким барьером Пайерлса, и влияние размера зерна напрямую не сказывается на величине m , но из-за уменьшения σ с ростом размера зерна m увеличивается. Наблюдаемое уменьшение m с деформацией можно объяснить деформационным упрочнением, вызванным увеличением плотности дислокаций и ростом внутренних напряжений, препятствующих перемещению дислокаций.

Разницу в скоростной зависимости напряжений для ГЦК- и ОЦК-металлов можно обнаружить в таких, казалось бы далеких от высокоскоростного удара испытаний, как низкотемпературное деформирование. Хорошо известно, что при температурах, близких к температуре кипения гелия (4.2 К), кривая деформации содержит скачки напряжений разной величины. Оценка скорости деформации в ее скачке ($\sim 10^4 \text{ s}^{-1}$ [19]) показывает, что она близка к скорости деформации при высокоскоростном ударе. Для ГЦК-металлов (Cu, Al и др.) скачки, как правило, невелики и могут появляться только при больших деформациях [5]. Скачки практически не изменяют форму кривой деформации. Это означает, что вклад высокоскоростной деформации в ее общую величину мал. В ОЦК-металлах (Fe, Nb) скачки деформации значительно больше, в этих металлах практически вся деформация содержится в скачках [7,20]. Следовательно, в той области температур и скоростей нагружения, где деформация осуществляется скачками, ее истинная скорость будет всегда высокой, а скорость перемещения захвата испытательной машины определяет лишь число и амплитуду скачков напряжений.

Список литературы

- [1] Андриевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337.
- [2] Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J. // Progr. Mater. Sci. 2006. Vol. 51. N 4. P. 427.
- [3] Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- [4] Смирнов Б.И., Шпейзман В.В., Николаев В.И. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 5. С. 816.
- [5] Шпейзман В.В., Николаев В.И., Песчанская Н.Н., Романов А.Е., Смирнов Б.И., Александров И.А., Еникеев Н.А., Казыханов В.У., Назаров А.А. // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 4. С. 644.
- [6] Шпейзман В.В., Николаев В.И., Смирнов Б.И., Лебедев А.Б., Ветров В.В., Пульнев С.А., Копылов В.И. // ФТТ. 1998. Т. 40. Вып. 9. С. 1639.
- [7] Шпейзман В.В., Николаев В.И., Смирнов Б.И., Лебедев А.Б., Копылов В.И. // ФТТ. 2000. Т. 42. Вып. 6. С. 1034.
- [8] Мышляев М.М., Шпейзман В.В., Камалов М.М. // ФТТ. 2001. Т. 43. Вып. 5. С. 2015.
- [9] Шпейзман В.В., Мышляев М.М., Камалов М.М., Мышляева М.М. // ФТТ. 2003. Т. 45. Вып. 11. С. 2008.
- [10] Wei Q., Cheng S., Ramesh K.T., Ma E. // Mater. Sci. Eng. A. 2004. Vol. 381. P. 71.
- [11] Малыгин Г.А. // УФН. 2011. Т. 181. № 11. С. 1129.
- [12] Gray G.T., Lowe T.C., Cady C.M., Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. // Nanostruct. Mater. 1997. Vol. 9. P. 477.
- [13] Jia D., Ramesh K.T., Ma E. // Acta Mater. 2003. Vol. 51. N 12. P. 3495.
- [14] Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю., Брагов А.М., Карнавская Т.Г. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского, 2010. № 5 (2). С. 70.
- [15] Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. // Изв. АН СССР. Металлы. Т. 1. С. 115.
- [16] Taylor G.I. // Proc. Roy. Soc. Lond. A. 1948. Vol. 194. P. 289.
- [17] Табачникова Е.Д., Подольский А.В., Смирнов С.Н., Псарук И.А., Бенгус В.З., Li H., Li L., Chu H., Liao P.K. // ФНТ. 2012. Т. 38. № 3. С. 301.
- [18] Chen J., Lu L., Lu K. // Scripta Mater. 2006. Vol. 54. N 6. P. 1913.
- [19] Dolgin A.M., Benguz V.Z. // Phys. Stat. Solid. A. 1986. Vol. 94. N 2. P. 529.
- [20] Клявин О.В., Николаев В.И., Смирнов Б.И., Хабарин Л.В., Чернов Ю.М., Шпейзман В.В. // ФТТ. 2007. Т. 49. С. 1590.