### Влияние размера зерна на параметры упрочнения

Ю. Н. Подрезов, В. И. Даниленко, В. А. Писаренко

Рассмотрено влияние размера зерна на характер кривых упрочнения. Проанализирована структурная чувствительность параметров упрочнения и их влияние на ход кривых истинное напряжение—истинная деформация в рамках теории Конрада и кинетической теории упрочнения. Структурная чувствительность скорости упрочнения на стадии формирования нанозерен объясняется особой ролью границ зерен в зарождении вблизи них ротационных дефектов.

**Ключевые слова:** предел текучести, деформационная структура, наноструктура, кривые нагружения, деформационное упрочнение, параметры упрочнения, растяжение.

Исследование закономерностей влияния структуры материала на вид кривой деформационного упрочнения является одним из важнейших направлений теории прочности, поскольку на основании этих знаний можно предсказывать структурную чувствительность всех механических свойств, определяемых по кривой нагружения (пределов текучести и прочности, равномерной деформации и т. п.). В то же время кривая упрочнения может рассматриваться как отображение структурных перестроек, проходящих в материале в процессе деформирования. В этом случае ее чувствительность к параметрам исходной структуры материала свидетельствует о влиянии исходной структуры материала на коллективные процессы взаимодействия между дефектами и, как следствие, на формирование конечной деформационной наноструктуры.

Именно чувствительность к структурным перестройкам дает основание привлечь результаты механических испытаний для разработки принципов структурной инженерии деформированных материалов. Согласно теории деформационного упрочнения, формирующаяся кривая напряжение—деформация в точности отображает структурные перестройки. В рамках параболической [1, 2] и кинетической [3] теорий упрочнения это положение подтверждается совпадением стадий упрочнения и структурных перестроек.

Для проведения сравнительного анализа воспользуемся постулатом Коттрела-Стокса [4], согласно которому кривые упрочнения, полученные при температурах T<sub>1</sub> и T<sub>2</sub>, считаются подобными, если для любого деформирующего напряжения τ на кривых упрочнения при одинаковых степенях деформации выполняется соотношение  $\tau_1 G_2/\tau_2 G_1 = \text{const}$ , где G — модуль сдвига. Иными словами, в случае подобия кривых упрочнения после нормировки на величину модуля сдвига все кривые упрочнения должны сойтись в единую. Очевидно, что это может произойти в том случае, когда температура не влияет на коллективные процессы взаимодействия между дефектами при пластической деформации и, как следствие, на законы структурообразования. Поэтому этот постулат положен в основу термоактивационного анализа процессов, происходящих на разных стадиях деформационного упрочнения.

© Ю. Н. Подрезов, В. И. Даниленко, В. А. Писаренко, 2010



Рис. 1. Температурные (*a*) и скоростные ( $\delta$ ) кривые упрочнения Al, полученные при испытании кручением [5].



Рис. 2. Зависимость нормированного напряжения Войце от температуры и скорости деформации для разных ГЦК металлов [3].

Примером такого анализа могут служить данные работы [5], где проанализированы кривые упрочнения алюминия, продеформированного кручением при разных скоростях и тем-

пературах (рис. 1). Из полученных данных следует, что в ГЦК металлах чувствительность к температуре и скорости деформации проявляется на третьей стадии. На второй и четвертой стадиях это влияние отсутствует.

Влияние температуры и скорости на критериальный параметр упрочнения — напряжение Войса для ГЦК металлов (Al, Ag, Cu, Ni) рассмотрено Коксом и Мекингом в работе [3] и обобщено в виде графика (рис. 2).

Правомерность использования этого подхода для анализа влияния температуры на закономерности упрочнения ОЦК металлов (на примере рекристаллизованного молибдена) и ГПУ металлов (на примере деформированного титана) продемонстрирована нами в работе [6]. Однако было отмечено, что для этих классов материалов подобие проявляется после нормировки на предел текучести, зависимость которого от температуры для этого класса материалов значительно сильнее, чем зависимость модуля упругости.

#### Влияние размера зерна на кривые деформационного упрочнения

В данной работе принцип Коттрела—Стокса используется нами для анализа влияния исходного зерна на формирование нанозеренной структуры. Механизм влияния размера зерна на деформационное упрочнение детально рассмотрел Конрад в работе [7]. Он показал, что зависимость деформирующего напряжения от размера зерна при любой степени деформации подчиняется уравнению Холла—Петча

$$\sigma = \sigma_0 + K_{\rm v} d^{-1/2}, \qquad (1)$$

где  $\sigma_0$  — вклад в напряжение течения других структурных факторов;  $K_y$  — коэффициент пропорциональности, который учитывает способность границ передавать деформацию; d — размер зерна.

Однако за пределом текучести структурная чувствительность напряжения течения определяется не эстафетным механизмом, а особенностями размножения дислокаций. При анализе Конрад исходил из аддитивности вклада разных факторов в формирование напряжения течения, выделяя отдельным слагаемым деформационное упрочнение  $\sigma_{ду}$ , которое описывается уравнением Тейлора

$$\sigma = \sigma^* + \alpha G b \rho^{1/2}, \qquad (2)$$

где  $\alpha$  — коэффициент, величина которого различна на разных стадиях; G — модуль сдвига; b — вектор Бюргерса;  $\rho$  — плотность дислокаций;  $\sigma^*$  — вклад в напряжение течения других структурных факторов.

Соотношение Холла—Петча вытекает из уравнения (2), если при данной степени деформации плотность дислокаций в материале пропорциональна обратному диаметру зерна. Такая зависимость плотности дислокаций от величины зерна может быть получена, если считать, что размер зерна влияет главным образом на среднюю длину свободного пробега. Выражая деформацию сдвига в виде

$$e = \rho bs, \tag{3}$$

где *s* — среднее расстояние, на которое перемещаются дислокации, и считая в первом приближении

$$s \approx Cd$$
, (4)

где *С* — постоянная, получаем искомую зависимость комбинацией уравнений (3) и (4):

$$\rho = \rho_0 + \frac{e}{bCd}.$$
 (5)

В данном случае ρ<sub>0</sub> — начальная плотность дислокации. Подставляя значение ρ в уравнение (2), получаем

$$\sigma = \sigma^* + \alpha Gb \left( \rho_0 + \frac{e}{bCd} \right)^{1/2}.$$
 (6)

Выделяя в уравнении (6) параметр  $\sigma_{\mu}$  ( $\sigma_{\mu} = \alpha G b \rho_0$ ) — вклад в напряжение течения исходных дислокаций, получаем

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_{\mu} + \alpha G \left(\frac{b}{C}\right)^{1/2} \cdot e^{1/2} d^{-1/2}, \qquad (7)$$

С учетом, что  $\sigma_0 = \sigma^* + \sigma_\mu$ , получаем уравнение, эквивалентное соотношению Холла—Петча, причем параметр  $K_y$  зависит от степени деформации:

$$K_y = \alpha G(b/C)^{1/2} e^{1/2}$$
. (8)

# Результаты экспериментальных исследований влияния размера зерна на деформационное упрочнение молибдена

Экспериментальная проверка этой модели проведена нами при сопоставлении кривых упрочнения рекристаллизованного молибдена с разным размером зерна. Материалом для исследования служил малолеги-

молиодена на размер зерна		
<i>T</i> , °C	<i>t</i> , ч	<i>D</i> , мкм
1300	2	13
1300	4	16
1350	4	26
1400	4	46
1500	4	70
1600	4	148
1700	4	277

# Влияние температуры отжига молибдена на размер зерна

рованный сплав молибдена марки Из ЦМ6. исходной поковки 8 диаметром MM изготовлены образцы для одноосного растяжения диаметром 3 мм и длиной рабочей части 15 мм. Образцы отжигали в вакуумной печи при разных температурах (1200—1700 °С). Со стороны головки образца готовили шлифы, на которых измеряли размер зерна после отжига. Информация о

влиянии температуры отжига на размер зерна представлена в таблице.

Образцы испытывали на растяжение на испытательной машине ИМ12 с записью первичной диаграммы нагрузка—перемещение. Скорость перемещения траверсы составляла 1 мм/мин. Через каждые 10 с рабочую часть образца фотографировали. После испытания первичную диаграмму пересчитывали в координатах истинное напряжение—истинная деформация. Пересчет деформации из относительной є в истинную *е* проводили в области равномерной деформации по формуле

$$e = \ln(1 + \varepsilon). \tag{9}$$

В области шейки истинное напряжение и истинную деформацию определяли с учетом текущего размера поперечного сечения образца в районе шейки, измеренного на соответствующей микрофотографии. Результаты расчета истинного напряжения и истинной деформации использовали для построения кривых деформационного упрочнения. Обработка кривых с помощью компьютерных программ позволила определить параметры упрочнения, используемые в разных теоретических моделях. Кривые деформационного упрочнения молибдена, отожженного при разных температурах, представлены на рис. 3.

Сопоставление кривых истинное напряжение—истинная деформация (рис. 3, *a*) показывает, что размер зерна оказывает наибольшее влияние на деформирующее напряжение на начальной стадии деформации — при формировании предела текучести. Следуя Конраду, для анализа структурной чувствительности параметров деформационного упрочнения из величины истинного деформирующего напряжения следует вычесть



Рис. 3. Кривые деформационного упрочнения молибдена, отожженного при разных температурах, перестроенные в координатах  $\sigma - e(a)$  и  $\sigma_{ay} - e(b)$ .  $T_{\text{отж}}$ , °C:  $\blacksquare - 1700$ ;  $\bullet - 1600$ ;  $\blacktriangle - 1500$ ;  $\blacktriangledown - 1400$ ;  $\bullet - 1300$ .

структурные факторы, не связанные с размножением дислокаций, роль которых заканчивается при достижении предела текучести. Поэтому на всех кривых из значения истинного деформирующего напряжения было вычтено значение предела текучести:  $\sigma_{дy} = \sigma - \sigma_{02}$ . Кривые деформационного упрочнения, описывающие влияние деформации на параметр  $\sigma_{дy}$ , перестроены в виде графика (рис. 3,  $\delta$ ). Из представленных данных видно, что с уменьшением размера зерна деформационное упрочнение усиливается.

Структурную чувствительность кривых деформационного упрочнения (рис. 3) анализировали с учетом структурных параметров из таблицы. Результаты экспериментов перестроены в координатах  $\sigma = f(d^{1/2})$  и  $\sigma_{Ay} = f(d^{1/2})$ . Это позволило определить коэффициент  $K_y$  для напряжений деформационного упрочнения, определенных при различных степенях деформации, и сопоставить значения этого коэффициента с данными, полученными для деформирующего напряжения. Результаты анализа структурной чувствительности деформирующего напряжения  $\sigma$  и деформационного упрочнения  $\sigma_{Ay}$  представлены на рис. 4 для деформации 20%.

На графике видно, что влияние размера зерна на деформирующее напряжение  $\sigma$  значительно сильнее, чем на деформационное упрочнение  $\sigma_{ду}$ . Это проявляется как в более высоких абсолютных значениях напряжения, так и в более крутом наклоне зависимости. Кроме того, сопоставление кривых для двух рассмотренных случаев (рис. 4) показывает, что различаются не только абсолютные значения, но и характер отклонения от линейной зависимости при заданном размере зерна. Это свидетельствует, по-видимому, о разных механизмах влияния размера зерна на упрочнение на стадии формирования предела текучести, где предпочтительным является эстафетный механизм передачи деформации, и на стадии деформационного упрочнения, где механизм обусловлен ограничением длины свободного пробега дислокаций.

Результаты проведенных экспериментов позволили проанализировать изменение параметра  $K_y$  в широком интервале деформаций и согласно (8) построить зависимость в координатах  $K_y = f(e^{1/2})$ . График этой зависимости представлен на рис. 5. Выявлено наличие трех стадий, в пределах которых эта зависимость носит линейный характер. Границы интервалов каждой из стадий совпадают по степени деформации с границами структурных состояний в деформированном молибдене. Согласно данным работы [8], лес дислокаций в молибдене существует при деформации 0—15%, слабо-

разориентированные ячейки — при 15—55% и разориентированные ячейки или нанозерна — выше 55%. Полученные данные свидетельствуют о том, что модель Конрада

Рис. 4. Зависимость напряжения течения при e = 20% от размера зерна: • — деформирующее напряжение  $\sigma$ ; • — напряжение деформационного упрочнения  $\sigma_{av}$ .





Рис. 5. Зависимость коэффициента  $K_y$  от степени деформации в координатах  $K_y - e^{1/2}$ .

можно применять для всего исследованного интервала деформаций, однако коэффициент пропорциональности между параметром зернограничного упрочнения и величиной  $e^{1/2}$  различен для разных структурных состояний.

Исходя из (8), можно сделать вывод, что формальной причиной изменения угла наклона рассмотренных зависимостей является изменение параметра  $\alpha$  при переходе из одного структурного состояния в другое. В рамках теории деформационного упрочнения [1] таким же образом объясняется изменение наклона кривых упрочнения, перестроенных в параболических координатах  $\sigma$ — $e^{1/2}$ . Обратим внимание, что в рамках теории параболического упрочнения линейная зависимость характерна лишь для стадий леса дислокаций и слаборазориентированных ячеек. Для стадии разориентированных ячеек эта зависимость более сложная, что подразумевает изменение механизма деформации. По-видимому, более сложный характер зависимости  $K_y$ — $e^{1/2}$  на третьей стадии имеет ту же природу и не может быть описан в рамках простой дислокационной модели.

Как отмечалось нами в работе [9], для анализа закономерностей упрочнения при больших деформациях более приемлема кинетическая модель. В рамках этой модели [3, 10] связь между скоростью размножения дислокаций и скоростью упрочнения можно выразить в виде

$$5\frac{d\sigma}{de} = \frac{(\alpha Gb)^2}{2} \cdot \frac{d\rho}{de}.$$
 (10)

Кинетика размножения дислокаций подчиняется условию

$$\frac{d\rho}{de} = \frac{\beta}{bd} + k_f \rho^{1/2} - k_a \rho , \qquad (11)$$

где  $k_f$  — коэффициент, который определяет интенсивность размножения дислокаций на дислокациях леса;  $k_a$  — коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций.

Тогда с учетом (10) и (11) можно заключить, что скорость деформационного упрочнения увеличивается с уменьшением размера зерна по зависимости  $d\sigma/de = f(d^{1/2})$ .

Результаты расчетов приведены на рис. 6. Зависимость между скоростью упрочнения и обратным размером зерна близка к линейной. Это подтверждает правильность использования кинетической дислокационной модели для описания законов упрочнения.

Обнаруженная в области больших деформаций структурная чувствительность скорости упрочнения может быть обусловлена особой ролью границ в зарождении вблизи них ротационных дефектов. Такой механизм предложен, например, в работе [11], где показано, что дисклинационные дефекты и сопутствующие им дислокационные стенки зарождаются преимущественно в районе границ зерен (рис. 7). О важной роли **12** 



Рис. 6. Зависимость между скоростью упрочнения и размером зерна на стадии формирования разориентированных нанозерен. *e*, %: \* — 40; • — 45; • — 55; • — 65;  $\circ$  — 75;  $\diamond$  — 80.



Рис. 7. Эволюция дислокационной структуры в поле дисклинации с мощностью  $\omega = = 0,02$  [11].



Рис. 8. Карта разориентаций границ деформационной субструктуры титана [12].

границ в развитии ротационных мод деформации свидетельствуют и данные работы [12], в которой изучалось изменение разориентации в большеугловых границах при формировании вблизи них деформационных дефектов с большой разориентировкой. На рис. 8 видно, что образование высокоугловой деформационной границы сопряжено с резким изменением разориентации границы первичного зерна. Естественно, что повышение плотности границ первичных зерен увеличивает вероятность появления подобных дефектов.

#### Выводы

Постулат Коттрела—Стокса о подобии кривых упрочнения может быть использован для анализа влияния структурных параметров на закономерности формирования наноструктуры деформационного происхождения.

Обнаружена чувствительность параметров деформационного упрочнения от исходного размера зерна в Мо. На ранних стадиях деформации зависимость описывается в рамках модели Конрада. Показано, что зависимость  $K_y = f(e^{1/2})$  включает три стадии, в пределах которых эта зависимость носит линейный характер. Границы стадий совпадают с границами структурных состояний.

При больших степенях деформации структурная чувствительность упрочнения описывается в рамках кинетической модели. Структурная чувствительность скорости упрочнения может быть обусловлена особой ролью границ в зарождении вблизи них ротационных дефектов.

1. *Трефилов В. И., Моисеев В. Ф., Печковский Э. П. и др.* Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов. — К.: Наук. думка, 1987. — 248 с.

- Моисеев В. Ф. Эффективный показатель деформационного упрочнения // Металлофизика и новейшие технологии. — 2000. — № 3. — С. 389—396.
- 3. Kocks U. F., Mesking H. // Progress in Materials Science. 2003. 48. P. 171—273.
- 4. *Cottrel A. H., Stokes R. J. //* J. Proc. Roy. Soc. 1955. 17. P. 233.
- 5. Zehetbauer M., Seumer V. // Acta Metall. Mater. 1993. 41. P. 577.
- 6. Подрезов Ю. Н. Механизмы структурообразования и особенности механического поведения наноматериалов деформационного происхождения // Физика и техника высоких давлений. — 2008. — № 1. — С. 31—46.
- 7. Конрад Х. Модель деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения материалов. Сверхмелкое зерно в металлах. М.: Металлургия, 1973. С. 206—219.
- *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А. //* Физические основы прочности тугоплавких металлов. К.: Наук, думка, 1975. 315 с.
  *Подрезов Ю. Н., Фирстов С. А.* Два подхода к анализу кривых
- Подрезов Ю. Н., Фирстов С. А. Два подхода к анализу кривых деформационного упрочнения // Физика и техника высоких давлений. — 2006. — 16, № 4. — С. 37—48.
- 10. *Малыгин Г. А.* Пластичность и прочность микро- и нанокристаллических материалов // Физика тв. тела. 2007. **49**, вып. 6. С. 11—25.
- 11. Sarafanov G. V., Perevezentsev V. N. // Tech. Phys. Lett. 2005. **31**, No. 11. P. 936—938.
- 12. Salishchev G., Mironov S., Zherebtsov S., Belyakov A. // Mater. Characterization. 2010. 61. P. 732—739.

### Вплив розміру зерна на параметри зміцнення

Ю. М. Подрезов, В. І. Даниленко, В. О. Писаренко

Розглянуто вплив розміру зерна на закономірності формування кривих зміцнення. Проаналізовано структурну чутливість кривих істина напруга—істина деформація в рамках теорії Конрада і кінетичної теорії зміцнення. Структурна чутливість швидкості зміцнення на стадії формування нанозерен пояснюється особливою роллю границь в зародженні поблизу них ротаційних дефектів.

**Ключові слова:** границя плинності, деформаційна структура, наноструктура, криві навантаження, деформаційне зміцнення, параметри зміцнення, розтяг.

## Influence of grain size on the parameters of work-hardening

Y. N. Podrezov, V. I. Danylenko, V. O. Pysarenko

The Influence of grain size on work-hardening curves is considered. The structural sensitiveness of curves is analysed framework of Conrad theory and kinetic theory of work-hardening. The structural sensitiveness of work-hardening speed on the stage of nanostructural formation coresponding with the special role of borders in nucleation of disclination defects.

*Keywords:* yield strength, deformation structure, nanostructure, curves stressing, strain hardening, parameters hardening, tension.