



УДК 620.178;621.785

© 2009

Член-кореспондент НАН України Ю. В. Мільман, О. І. Юркова,
О. В. Бякова

Механічні властивості ОЦК заліза, одержаного інтенсивною пластичною деформацією тертям

Методом наноіндентування досліджено вплив нано- і субмікроструктурного стану на механічні характеристики (твердість, пластичність і модуль Юнга) α -заліза, підданого інтенсивній пластичній деформації тертям (ІПДТ) в аргоні. При зменшенні зерен до розмірів 20 нм виявлено зниження значень модуля Юнга на 10% порівняно з крупнокристалічним залізом.

При зменшенні зерен до розмірів $d < 50$ нм коефіцієнт Холла–Петча k_y зменшується приблизно на порядок порівняно з величиною $k_y = 0,39$ МПа·м^{3/2}, характерною для крупнозернистого заліза. На відміну від ГЦК металів, в яких при зменшенні розміру зерен до 20 нм твердість тільки підвищується, а пластичність знижується, в ОЦК залізі встановлений зворотний ефект – зменшення розмірів зерен від 50 до 20 нм викликає зниження твердості (від 5,8 до 3,7 ГПа) і підвищення характеристики пластичності δ_A (від 0,82 до 0,87).

Подрібнення зеренної структури методами інтенсивної пластичної деформації (ІПД) є одним зі способів поліпшення механічних характеристик конструкційних матеріалів. Тертя, як один з методів ІПД, є ефективним способом диспергування зеренної структури сплавів заліза до нанорозмірів [1]. Експериментальні дані свідчать, що метали при переході в наноструктурний стан можуть змінювати свої властивості, в тому числі і характеристики міцності [2–5]. Відомо, що метали в наноструктурному стані мають високу твердість і низьку пластичність. Для розробки високоефективних наноструктурних матеріалів бажано забезпечити оптимальне співвідношення між значеннями міцності, яка може бути охарактеризована твердістю або нанотвердістю, і пластичності. Це означає, що зусилля, направлені на збільшення твердості, виправдані, якщо не відбувається істотного зменшення пластичності матеріалу.

Основна кількість робіт з дослідження механічної поведінки наноструктурних матеріалів присвячена ГЦК металам. У літературі [4] наводяться дані щодо впливу розмірного чинника на твердість ОЦК металів (W, Mo, Cr, Fe) з розміром зерен не менше 50–80 нм, для яких співвідношення Холла–Петча виконується. Дані щодо впливу менших розмірів зерен

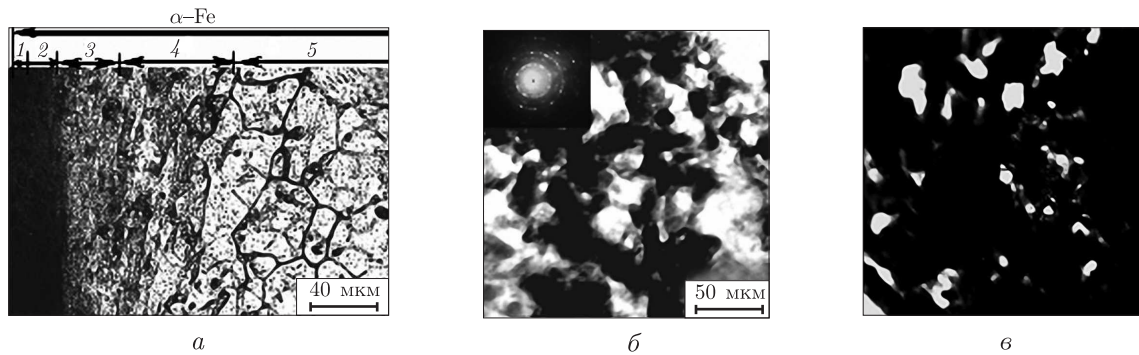


Рис. 1. Структура армкозаліза після ПД тертям:

a — мікроструктура в оптичному мікроскопі; ділянки шару: 1 — наноструктурна; 2 — з субмікророзмірними зернами; 3 — з мікрокристалічними рівновісними зернами; 4 — з морфологічною текстурою; 5 — основа; *б, в* — електронно-мікроскопічне зображення (ПЕМ) і картина мікродифракції наноструктурної ділянки 1 поверхневого шару; *б* — режим світлого поля; *в* — режим темного поля в рефлексії $(110)_\alpha$

на механічні властивості ОЦК металів, одержаних методами ПД і, зокрема, заліза, авторам не відомі. Ймовірно, це пов'язано із трудностю диспергування зерен нижче вказаних розмірів. Методи ПД, які використовують для одержання об'ємних ультрадрібнозернистих матеріалів, мають обмеження 120–200 нм. Публікації, які стосуються методів поверхневої деформації, що забезпечують диспергування структури до 10–20 нм, в основному присвячені структурним аспектам, а дані систематичних дослідженнях механічних властивостей відсутні. Очевидно, це пов'язано з труднощами вивчення механічних властивостей в градієнтних нано- і субмікроструктурних шарах малої товщини. Крім того, автори цих робіт не використовували методику визначення характеристики пластичності методом інденування. Публікації щодо ОЦК металів, подрібнених ПД до розмірів менше 80 нм, з визначенням пластичності авторам не відомі. До цього часу залежність характеристики пластичності від розміру зерна не була досліджена на ОЦК металах.

У даній роботі вивчено вплив наноструктурного стану заліза, обробленого ПД тертям, на механічні характеристики при наноінденуванні.

Об'єктами дослідження були зразки з армкозаліза (0,03% (мас.)) з градієнтним поверхневим шаром, одержаним інтенсивною пластичною деформацією тертям (ПДТ) в аргоні [1], зеренна структура якого змінюється від мікро- до субмікро- і нанорозмірного рівня (рис. 1, *a*). Метод ПДТ дозволяє одержувати структуру з розміром зерен до 20 нм (рис. 1, *б, в*).

Особливості механічної поведінки заліза після ПДТ досліджували методом безперервного вдавлення при наноінденуванні пірамідою Берковича на приладі “Nano Indenter II”. Модуль Юнга E , твердість і характеристику пластичності визначали відповідно до методик, які викладені в роботах [6–9]. Важливо, що ці методики дають можливість одночасно вимірювати характеристики міцності та пластичності. Під час випробувань реєстрували переміщення алмазного індентора як при зростанні навантаження, так і при його зниженні. Обробку експериментальних даних для визначення твердості та модуля Юнга проводили у відповідності до роботи [6]. Характеристику пластичності визначали згідно з [7, 9]. Як характеристику пластичності використовували безрозмірний параметр — частку пластичної деформації в загальній пружно-пластичній деформації під індентором. Таке визначення пластичності відповідає широкому розумінню терміну пластичність як здібності матеріалу

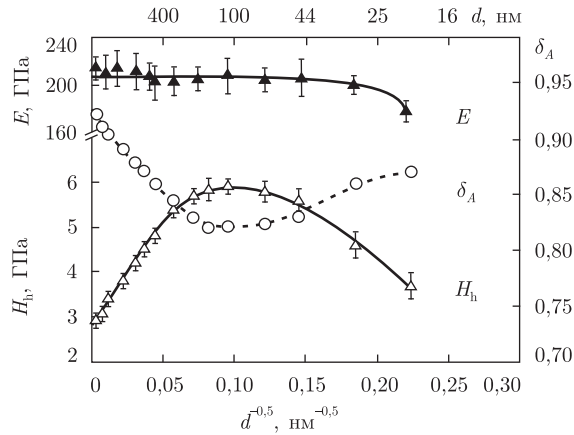


Рис. 2. Зміна твердості, характеристики пластичності δ_A та модуля Юнга залежно від розміру зерен $d^{-0,5}$ армкозаліза після ПД тертям

до зміни його форми в процесі деформації [9]. Характеристику пластичності розраховували за відношенням площ на діаграмі безперервного вдавлювання за формулою

$$\delta_A = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t},$$

де A_e — площа під кривою розвантаження; A_t — площа під кривою навантаження; $A_p = A_t - A_e$.

Проведені випробування показали, що зі зменшенням зерен від крупнокристалічних до мікроекстремальних і субмікронних із розміром $d \geq 200$ нм твердість поверхневого шару збільшується до 5,8 ГПа (рис. 2), і це збільшення задовільно описується співвідношенням Холла–Петча $H = H_0 + k_y d^{-0,5}$ (з урахуванням концепції Тейбора твердість $H \approx 3\sigma_s$), де k_y — коефіцієнт, що характеризує напруження для передачі ковзання через границю зерна, d — розмір зерна. Значення коефіцієнта k_y в ділянках шару з розмірами зерен $d \geq 200$ нм збігаються з його значеннями для звичайного полікристалічного заліза, для якого $k_y = 0,39$ МПа \cdot м^{1/2}. При цьому значення характеристики пластичності зменшуються до $\delta_A = 0,82$. Модуль E відповідає значенням, наведеним у довідковій літературі для полікристалічного заліза (див. рис. 2).

При зменшенні зерен до розмірів $d < 50$ нм модуль Юнга знижується і на поверхні, де розмір зерен складає 20 нм, його зниження досягає приблизно 10% порівняно з грубозернистою основою (див. рис. 2). Зменшення модуля пружності викликано тим, що зменшення розмірів зерен приводить до збільшення частки вільного об'єму у границях зерен, в приграничних областях, в потрійних стиках або ділянках із спотвореною кристалічною решіткою, де атоми розташовані із зсувом з рівноважних положень, характерних для ідеального кристала, і супроводжується ослабленням атомних зв'язків.

Зменшення зерен до розмірів $d < 200$ нм викликає відхилення від закону Холла–Петча (ділянка насичення на залежності H_h ($d^{-0,5}$)), а при зменшенні зерен до розмірів $d < 50$ нм відбувається зниження твердості H_h від 5,8 до 3,7 ГПа. Коефіцієнт Холла–Петча k_y також зменшується і його значення в наноструктурній ділянці градієнтного шару із розмірами зерен $d < 50$ нм зменшуються приблизно на порядок порівняно з величиною $k_y = 0,39$ МПа \cdot м^{1/2}, характерною для крупнозернистого заліза.

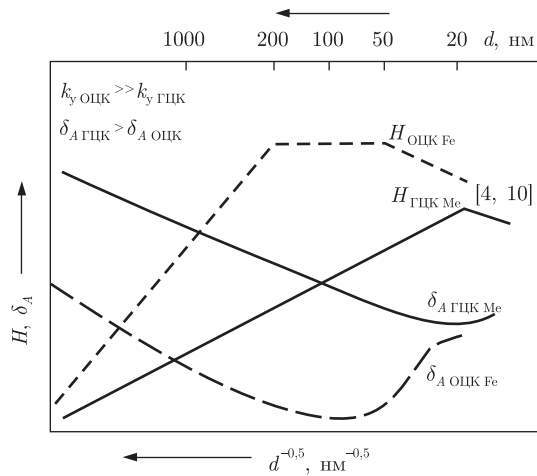


Рис. 3. Схема змін твердості H та характеристики пластичності δ_A залежно від розміру зерна d : в мікро- ($d > 1000$ нм), субмікро- ($100 \text{ нм} < d < 1000$ нм) і нанокристалічних ($d < 100$ нм) ГЦК-металах та в ОЦК залізі (армкозалізі після ІПДТ)

Зниження твердості в наноструктурній ділянці з розмірами зерен $d < 50$ нм супроводжується збільшенням параметра пластичності δ_A від 0,82 до 0,87 (див. рис. 2).

Таким чином, на відміну від детально досліджених ГЦК металів, в яких формування наноструктури з розмірами зерен до 20 нм приводить тільки до збільшення твердості і зниження пластичності, в ОЦК залізі формування наноструктури з розміром зерен $d < 50$ нм приводить до зменшення твердості і підвищення пластичності (рис. 3). Це зумовлено тим, що зменшення твердості в наноструктурному залізі, одержаному ІПДТ, спостерігається вже при розмірі зерен $d < 50$ нм, тоді як у ГЦК металів — при $d < 20$ нм [10]. Відомо, що для ОЦК металів коефіцієнт k_y в рівнянні Холла–Петча значно вище порівняно з ГЦК металами і при різкому підвищенні міцності із зменшенням розміру зерен передача ковзання від зерна до зерна вимагає великих зусиль. Тому вже при розмірі зерен ~ 200 нм (проти 20 нм для ГЦК металів) виявляється енергетично вигідною зміна механізму деформації — підключення до дислокаційного механізму деформації механізму зернограничного проковзування (ЗГП). Відповідно до сучасних уявлень, розвинених в роботах [10–15], для наноструктурних металів і сплавів одним з найбільш вірогідних механізмів пластичної деформації при низьких температурах є ЗГП з активізацією ротаційних мод пластичної деформації.

За різницею між значеннями твердості, які відповідають співвідношенню Холла–Петча, і експериментальними значеннями в нано- і субмікроструктурній ділянці подрібненого шару ($20 \leq d \leq 200$ нм) для даного розміру зерна визначено вигреш в напруженні $\Delta\sigma_s$ (з урахуванням концепції Тейбора $H = 3\sigma_s$) при зміні механізму деформації, який показує, наскільки полегшується процес деформації за участю ЗГП порівняно з передачею ковзання від зерна до зерна через границю за механізмом Холла–Петча для розмірів зерен $50 < d < 200$ нм і $d < 50$ нм (рис. 4). В ділянці із розмірами зерен $50 < d < 200$ нм деформація відбувається за участю змішаного механізму — до звичайного дислокаційного механізму підключається механізм ЗГП. При зменшенні зерен до розмірів $d < 50$ нм відбувається повна зміна естафетного механізму передачі ковзання від зерна до зерна на механізм ЗГП з розворотом зерен [11] — зсувні моди деформації пригнічуються, ротаційні моди деформації активізуються. При цьому деформація реалізується за рахунок повороту

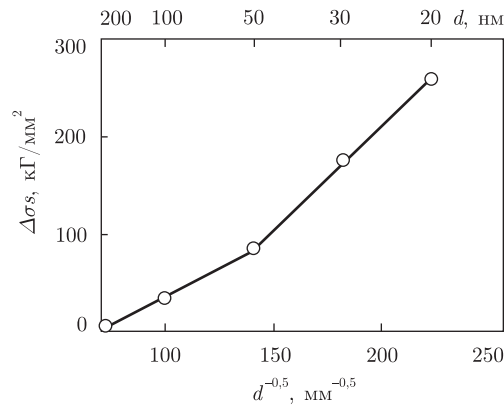


Рис. 4. Виграш в напруженні $\Delta\sigma_s$ при переході від дислокаційного механізму деформації до механізму зернограничного проковзування (ЗГП)

нанозерен, який викликаний високим рівнем напружень в потрійних стиках нанозерен. При зміні механізму деформації виграш в напруженні плинності $\Delta\sigma_s$ для розміру зерен 20 нм складає 258 кг/мм^2 (див. рис. 4).

Таким чином, в даній роботі встановлено, що пластичність ОЦК заліза можна підвищити за рахунок подрібнення зернової структури до розмірів $d < 50 \text{ нм}$ в процесі ІПД тертям, тоді як в ГЦК металах пластичність може бути підвищена лише при подрібненні зерен до розмірів $d < 20 \text{ нм}$, що дуже складно, особливо в інженерній практиці.

Важливо, що описані зміни механічної поведінки за товщиною диспергованого ІПД тертям шару заліза вдалося зареєструвати лише при використанні техніки наноіндентування. Традиційна методика мікроіндентування не дозволяла раніше виявити описані ефекти.

1. Юркова А. И., Белоцкий А. В., Бякова А. В. Исследование механизма диспергирования железа при интенсивной пластической деформации трением // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии. – 2006. – 4, вып. 2. – С. 483–500.
2. Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. 2. Механические и физические свойства // Физика металлов и металловедение. – 2000. – 89, № 1. – С. 91–112.
3. Валиев Р. З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – Москва: Логос, 2000. – 272 с.
4. Носкова Н. И., Мулюков Р. Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279 с.
5. Yurkova A., Belots'ky A., Byakova A. et al. Ultra fine grained iron that is fabricated by severe plastic deformation stimulated by diffusion flow of dopant element: structural features and mechanical behaviour // Металлофизика и новейшие технологии. – 2006. – 28, No 10. – С. 1397–1420.
6. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – 7, No 6. – P. 1564–1583.
7. International Standard ISO 14577-1-2002(E). – 26 p.
8. Мильман Ю. В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя. – Киев: Наук. думка, 1998. – С. 637–655.
9. Milman Yu. V., Galanov B. A., Chugunova S. I. Plasticity characteristics obtained through hardness measurement // Acta Metall. Mater. – 1993. – 41, No 9. – P. 2523–2532.
10. Swygenhoven H. Van, Weertman J. R. Deformation in nanocrystalline metals // Materials today. – 2006. – 9, No 5. – P. 24–31.
11. Гуткин М. Ю., Овидько И. А. Дефекты и механизмы пластичности в наноструктурных и некристаллических материалах. – Санкт-Петербург: Янус, 2001. – 180 с.

12. *Noskova N. I.* Structural features, and mechanisms of deformation of nanocrystalline materials // J. Phys. Metals and metallography. Suppl. – 2002. – **94**. – P. S119-S130.
13. *Поздняков В. А., Глезер А. М.* Структурные механизмы пластической деформации нанокристаллических материалов // Физика твердого тела. – 2002. – **44**, вып. 4. – С. 705–710.
14. *Гуткин М. Ю., Овидько И. А.* Физическая механика деформируемых наноструктур. Т. 1. Нанокристаллические материалы. – Санкт-Петербург: Янус, 2003. – 158 с.
15. *Поздняков В. А.* Механизмы пластической деформации и аномалии зависимости Холла–Петча // Физика металлов и металловедение. – 2003. – **96**, № 1. – С. 114–128.

Інститут проблем матеріалознавства

ім. І. М. Францевича НАН України, Київ

НТУ України “Київський політехнічний інститут”

Надійшло до редакції 15.05.2008

Corresponding Member of the NAS of Ukraine **Yu. V. Milman, A. I. Yurkova, A. V. Byakova**

Mechanical properties of the bcc iron obtained by severe plastic deformation with friction

By using the nanoindentation technique, the relationship between the structure and mechanical parameters such as hardness H_h , plasticity characteristic δ_A , and Young's modulus E is found to be actually dependent on the grain scale of bcc-iron samples subjected to a severe plastic deformation by friction (SPDF) in the argon atmosphere. Under SPDF, refining the grain structure up to the nanometer scale with a grain size of 20 nm causes a decrease of Young's modulus E by 10% as compared with that recorded for annealed Fe with the conventional grain structure. The Hall-Petch coefficient, k_y , decreases as the grain size decreases on the submicro- and then nano-scale. Unlike fcc-metals in which the decrease of a grain size to 20 nm results in the increase in hardness only, whereas plasticity goes down, there is the inverse effect for bcc-Fe: the decrease of the size of grains from 50 to 20 nm causes a decrease of hardness (from 5.8 to 3.7 GPa) and an increase of the plasticity characteristic δ_A (from 0.82 to 0.87).