# НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ім. І. М. ФРАНЦЕВИЧА

Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису

## ДАНИЛЕНКО ВІТАЛІЙ ІВАНОВИЧ

УДК 539.2:669.13:539.4

## **ДИСЕРТАЦІЯ**

# ЗАКОНОМІРНОСТІ ЗМІЦНЕННЯ ОЦК І ГЩУ МЕТАЛІВ НА РОЗВИНЕНИХ СТАДІЯХ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ

Спеціальність 01.04.13 – Фізика металів Фізико-математичні науки (10 – Природничі науки)

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

В.І. Даниленко

(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

Науковий керівник **Подрезов Юрій Миколайович**, доктор фізикоматематичних наук, старший науковий співробітник

## АНОТАЦІЯ

Даниленко В.І. Закономірності зміцнення ОЦК і ГЩУ металів на розвинених стадіях пластичної деформації. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.13 – «Фізика металів» (10 – Природничі науки). – Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, Київ, 2018.

Робота присвячена вивченню впливу температури, схеми деформування та розміру зерна на закономірності зміцнення сильнодеформованих ОЦК і ГЩУ металів.

Розроблена методика визначення параметрів зміцнення сильнодеформованих матеріалів з використанням випробувань на стиснення. Проаналізована температурна залежність коефіцієнтів лінійного зміцнення. Показано, що температурна чутливість кривої зміцнення визначається термоактиваційними процесами, які відповідають за формування температурної чутливості границі плинності.

В широкому інтервалі деформацій та розмірів зерен досліджена структурна чутливість параметрів зміцнення ОЦК-металів. Визначена чутливість до розміру зерна деформації, що відповідає зміні механізму зміцнення. З використанням методу дислокаційної динаміки показано, що процес зародження дисклінаційних стінок різко прискорюється за наявності границі зерна.

Вперше встановлено ефект деградації коефіцієнта лінійного зміцнення при збільшенні попередньої деформації прокаткою. Ефект пов'язаний з переорієнтацією площин легкого ковзання в напрямку найбільш сприятливому до умов прокатки. В матеріалах, продеформованих методами інтенсивної пластичної деформації, деградації зміцнення не відбувається. Ці матеріали мають високий коефіцієнт лінійного зміцнення, що помітно перевищує границю плинності, і згідно критерію Консидера придатні до реалізації великої рівномірної деформації в наноструктурному стані.

Ключові слова: зміцнення, пластичність, ступінь деформації, швидкість зміцнення, локалізація, структурна чутливість, розмір зерна, наноструктура.

## ABSTRACT

**Danylenko V.I. Hardening peculiarities of bcc and hcp metals during developed stages of deformation.** – Qyalification scientific work as a manuscript.

Thesis for a scientific degree of candidate of physics and mathematics sciences in specialty 01.04.13 – «Physics of metals» (10 – Natural science). – I.M. Frantsevitch Institute for Problems of Material Science Of the National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, 2018.

The work is dedicated to studying of effect of temperature, deformation scheme and grain size on hardening peculiarities of severe deformed bcc and hcp materials.

Original methodology for determination of hardening parameters for severe deformed materials has developed with a use of compressive tests. Temperature dependence of linear coefficients of hardening was analyzed. It is shown that temperature sensitivity of hardening curve is determined by thermoactivated processes that are responsible for yield stress temperature sensitivity.

Hardening parameters for bcc metals are investigated in a wide range of deformation levels and grain sizes. Dependence on grain size correspondent to a change of hardening mechanism is determined.

Effect of degradation of linear hardening coefficient under increase of preliminary deformation by rolling is determined in first time. This effect is related to reorientation of slip planes in direction the most favorable according to rolling conditions. In the severe deformed materials, the degradation of hardening does not occur. These materials have high coefficient of linear hardening, which is much higher than yield stress and, according to Consider criterion, leads to potential ability of these materials to store a big amount of deformation in nanostructured state.

**Keywords:** hardening, plasticity, stage of deformation, hardening rate, localization, structural sensitivity, grain size, nanostructure.

## Список опублікованих праць за темою дисертації:

- Влияние параметров дислокационной структуры на скорость деформационного упрочнения железа и титана / Ю.Н. Подрезов, Е.М. Борисовская, Д.Г. Вербило, В.И. Даниленко, Я.И. Евич, В.А. Писаренко, С.А. Фирстов // Наноструктурное материаловедение. – 2007. – № 1. – С. 52-65.
- Структурная чувствительность параметров деформационного упрочнения сплавов системы Ti-Si-Al-Zr / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, А.В. Котко, С.А. Фирстов, Я.И. Евич, Н.Н. Кузьменко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2007. – Вып. 14. – С. 33-39.
- Подрезов Ю.Н. Анализ параметров упрочнения молибдена, испытанного при разных температурах / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, И.Д. Горная // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2008. – Вып. 15. – С. 43-50.
- Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. Ш. Анализ процесса контактообразования в порошковом титане по результатам исследования физико-механических свойств при спекании / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, А.В. Вдовиченко, О.С. Коряк // Порошковая металлургия. – 2009. – № 3/4. – С. 98-110.
- 5. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. IV. Физико-механические свойства закономерности И контактообразования порошковом полученном горячим В титане,

динамическим прессованием / Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, А.В. Лаптев, А.И. Толочин, В.И. Даниленко, О.С. Коряк // Порошковая металлургия.– 2009. – № 5/6. – С. 60-68.

- Твердость деформированного титана, полученного разными схемами деформации / Ю.Н. Подрезов, Н.Д. Рудык, В.И. Даниленко, Р.Ю. Кулагин, А.В. Решетов, Я.Е. Бейгельзимер // Физика и техника высоких давлений.– 2009. – Т. 19, № 4. – С. 101-110.
- Подрезов Ю.Н. Анализ влияния повторной деформации на механическое поведение образцов титана, продеформированных методом винтовой экструзии / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2009. – Вып. 16. – С. 68-79.
- Подрезов Ю.Н. Влияние размера зерна на параметры упрочнения / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, В.А. Писаренко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2010. – Вып. 17. – С. 21-32.
- Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности сильнодеформированных материалов / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений. – 2012. – Т. 22. – № 4. – С. 47-60.
- Подрезов Ю.Н. Линейное упрочнение при больших деформациях / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2012. – Вып. 18. – С. 92-103.
- Поверхностное упрочнение изделий сложной формы с использованием комплексних схем деформирования / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.Д. Рудык, С.А. Фирстов, С.Е. Шейкин, С.Ф. Студенец, Д.А. Сергач, А.Г. Рааб// Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2013. – Вып. 19. – С. 7-14.
- Структурная чувствительность равномерной деформации в области нанозерен / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, С.А. Фирстов // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 1-2. – С. 66-89.
- 13. Подрезов Ю.Н. Особенности упрочнения при формировании деформационной наноструктуры / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.И.

Даниленко // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 3-4. – С. 90-101.

- Вплив деформаційної субструктури на механічні властивості сталі 20Х / Ю.М. Подрезов, В.І. Даниленко, Н.М. Марченко, В.А. Назаренко, С. О. Фирстов // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2015. Вып. 21. С. 47-55.
- О влиянии границ зерен на переход от трансляционного к ротационному механизму деформации / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, Е.М. Борисовкая // Физика и техника высоких давлений.– 2016. Т. 26, № 1-2. С. 28-37.
- Получение высокопрочных титановых лент путем консолидации порошка с использованием технологии ассиметричной прокатки / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, К.А. Гогаев, В.С.Воропаев, Я.И. Евич // Физика и техника высоких давлений. – 2016. – Т. 26, № 3-4. – С. 5-19.
- Danilenko V.I. Mechanical properties of titanium deformed by twist extrusion / V.I. Danilenko, Yu.M. Podrezov, L.V. Sukach // Міжнародна конференція "До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень", Київ, Україна, 2007. – С. 34. (Очна участь)
- Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности деформированных материалов / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // 12-я Международная конференция "Высокие давления-2012. Фундаментальные и прикладные аспекты", Судак, Крым, Украина, 2012. – С. 115. (Очна участь)
- Даниленко В.И. Особенности прокатки упрочненных композитов на основе железа / В.И. Даниленко, А.К. Радченко, К.А. Гогаев, Л.А. Радченко, Н.Ф. Гадзыра, Ю.Н. Подрезов // Материалы Международнай конференции "Порошковая металургия: ее сегодня и завтра", Киев, Украина, 2012. – С. 108. (Очна участь)

# 3MICT

ВСТУП	7
РОЗДІЛ 1 СУЧАСНІ МОДЕЛІ ЧУТЛИВОСТІ ДЕФОРМАЦІЙНОГО	
ЗМІЦНЕНЯ	18
1.1 Деформаційне зміцнення металів	18
1.2 Структурні зміни при деформації	19
1.2.1 Діаграма структурних станів	19
1.2.2 Ліс дислокацій	20
1.2.3 Слаборозорієнтована коміркова структура	22
1.2.4 Розорієнтована коміркова структура. Дисклінаційна модель	
деформації	25
1.2.5 Роль дисклінацій	26
1.3 Стадійність кривої деформаційного зміцнення та її фізична природа	28
1.3.1 Параболічна крива деформаційного зміцнення та її структурна	
чутливість	28
1.3.2 Фізичний зміст ефективного показника зміцнення	32
1.3.3 Модель деформаційного зміцнення ГЦК-металів	34
1.3.4 Два підходи до аналізу кривих деформаційного зміцнення ГЦК	
металів	37
1.4 Механічна поведінка сильно деформованих матеріалів	41
1.4.1 Роль трансляційних та ротаційних механізмів деформації при	
формуванні структур сильнодеформованого стану	41
1.4.2 Лінійне зміцнення при великих деформаціях	49
1.5 Сучасні методи отримання деформаційної наноструктури	54
1.6 Мегадеформації як метод створення наноструктурного стану	59
1.7 Висновки до першого розділу	59
РОЗДІЛ 2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ	62
2.1 Вибір матеріалів	62
2.2 Використані методи деформаційної обробки	62

2.2.1 Вальцювання	62
2.2.2 Рівноканальне кутове пресування	62
2.2.3 Гвинтова екструзія	63
2.2.4 Рівноканальне кутове пресування + вальцювання	63
2.2.5 Асиметрична прокатка	63
2.3 Методичні особливості механічних випробувань	64
2.3.1 Особливості дослідження істинної кривої зміцнення при розтязі в	
області шийко утворення	64
2.3.2 Особливості дослідження істинної кривої зміцнення при стисненні	66
2.3.3 Порівняльний аналіз кривих деформаційного зміцнення при розтязі та	
стисненні	67
2.3.4 Порівняння кривих деформаційного зміцнення при розтязі та стисненні	
в широкому діапазоні деформацій	68
2.4 Аналіз стадійності деформаційного зміцнення наноматеріалів	
деформаційного походження за допомогою випробувань на стиснення	69
2.5 Аналіз стадійності зміцнення сильнодеформованих матеріалів	71
2.6 Аналіз процеса шийкоутворення за допомогою істинної кривої	
деформаційного зміцнення	74
2.7 Висновки до другого розділу	76
РОЗДІЛ З ТЕМПЕРАТУРНА ТА СТУКТУРНА ЧУТЛИВІСТЬ	
ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ	77
3.1 Вплив температури випробувань на формування кривої деформаційного	
зміцнення молібдену	78
3.2 Вплив розміру зерна на закономірності деформаційного зміцнення	86
3.3 Структурна чутливість рівномірної деформації	98
3.4 Про влив границь зерен на перехід від трансляції до ротаційного	
механізму деформації	105
3.4.1 Розрахункові криві зміцнення для широкого діапазону деформацій та	
розмірів зерен	113
3.5 Вплив кількості вуглецю на криві зміцнення феритних сталях	115

3.6 Висновки до третього розділу	121
РОЗДІЛ 4 ВПЛИВ ПОПЕРЕДНЬОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ФОРМУВАННЯ	
КРИВОЇ ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ	123
4.1 Випробування на одновісний розтяг вальцьованого титана	124
4.2 Випробування на одновісний розтяг прокатаної сталі 20Х	127
4.3 Випробування на одновісне стиснення вальцьованого титана	130
4.4 Випробування на одновісне стиснення сталі 20Х	135
4.5 Дослідження умов локалізації в деформованій сталі 20Х	137
4.6 Висновки до четвертого розділу	140
РОЗДІЛ 5 ЗАКОНОМІРНОСТІ ФОРМУВАННЯ КРИВИХ	
ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ В МАТЕРІАЛАХ ОТРИМАНИХ	
МЕТОДОМ ІНТЕНСИВНОЇ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ	142
5.1 Криві зміцнення титану отриманого методами РКК-пресування	143
5.2 Механічні властивості сплаву ВТ1-0 після гвинтової екструзії	145
5.3 Температурна залежність параметрів лінійного зміцнення	149
5.4 Закономірності деформаційного зміцнення вальцьованого титану	
попередньо деформованого РКК-пресуванням	153
5.5 Вплив асиметричного вальцювання на зміцнення зразків титану	155
5.6 Висновки до п'ятого розділу	162
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ	164
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	166
ДОДАТОК	183

#### вступ

У дискусіях про дислокаційні механізми деформаційного зміцнення часто цитуються слова одного з фундаторів фізичної теорії міцності А.Х. Котрелла. Передбачаючи дислокаційним моделям пластичної деформації велику перспективу, він сказав: "Одне з перших завдань, яке поставлене перед фахівцями в області теорії дислокацій, це завдання про встановлення зв'язку між дислокаційною структурою і зміцненням матеріалу, проте, не дивлячись на те, що це завдання поставлене першим, вирішене воно буде останнім". Ці слова дуже точно відображають стан справ в області структурної інженерії деформованих матеріалів.

Слід звернути увагу на складності в інтерпретації експериментальних даних. Відзначаючи важливу роль електронної мікроскопії в структурному аналізі, слід чітко розуміти, що електронний мікроскоп не дозволяє вивчати процес структуроутворення *in situ* при деформації, а лише фіксує результат структурних перебудов *post factum*. До того ж, структура може змінитися при знятті напруження з рухливих дефектів під час розвантаження зразка. Останнє особливо істотно при дослідженнях сильнодеформованих матеріалів, де після розвантаження і повторного навантаження, напруження різко знижується через релаксаційні процеси.

Інформація про зв'язок між структурними перебудовами в ході пластичної деформації та механічними властивостями може бути отримана з аналізу кривої деформаційного зміцнення, побудованої в координатах істинне напруження істина деформація, оскільки закони взаємодії між дислокаціями при різних ступенях деформації і визначають характер цієї кривої. Проте створення так званих структурно механічних моделей також пов'язане з великими методичними складнощами. Практично нереально побудувати істину криву зміцнення при використанні промислових схем деформації (вальцювання, екструзія і тому подібне). Для її побудови використовуються прості схеми деформації, за допомогою яких за звичай визначаються стандартні механічні характеристики матеріалів (одновісний розтяг і стиснення, кручення і тому подібне). Проте і тут існують великі обмеження. При одновісному розтязі – процес шийкоутворення, в результаті якого аналізований зразок простої форми, перетворюється на складну конструкцію, геометричні параметри якої впливають на розподіл напруження в матеріалі. При одновісному стисненні істотними виявляються процеси торцевого тертя з боку захватів, що досить швидко починає позначатися на характері розподілу напруження в зразку. У обох випадках крива зміцнення може бути коректно побудована лише в діапазоні деформацій e = 0 - 0.3 з невеликими варіаціями для різних класів матеріалів. Для розширення досліджуваного діапазону використовують схеми крутіння. Проте в цьому випадку зразок повинен мати досить складну форму: він має бути порожнистим із-за різного розподілу напруження в центрі стрижня і на його периферії, повинен мати досить мале відношення довжини робочої частини до діаметру, аби досягти великих деформацій за малу кількість обертів. Не дивлячись на ці складнощі саме схема крутіння доки є єдиним методом аналізу кривої зміцнення в широкому діапазоні деформацій.

Крім зазначених методичних обмежень, що ускладнюють аналіз кривої зміцнення, існує фізичне обмеження кривої зміцнення – момент руйнування зразка. Поза сумнівом, деформація у момент руйнування залежить від схеми навантаження (від так званого коефіцієнта жорсткості), проте у всіх випадках процеси деформаційного зміцнення при великих деформаціях реально вивчати лише на досить пластичних матеріалах.

Не зважаючи на вищезгадані труднощі, на момент постановки роботи створені теоретичні моделі зміцнення. Великий внесок в розвиток структурно чутливих моделей зміцнення ОЦК і ГЩУ – металів внесли учені української наукової школи В.І. Трефілов [1-3], С.О. Фірстов [3, 4-7], В.Ф. Моісєєв [1, 2, 8] Ю.М. Подрезов [7, 9], Е.П. Печковський [1, 6, 10, 11], І.Д. Горна [1, 2]. Серед засновників теорії зміцнення ГЦК металів слід перш за все відзначити В. Кокса та Х. Мекінга [12], Е. В. Козлова [13, 14], Н.А. Конєвої [13-15], А.М. Глейзера [15, 16] та інших. В роботах цих авторів зазначається, що процес взаємодії між

дефектами безпосередньо в ході пластичної деформації може бути вивчений за допомогою аналізу кривої деформаційного зміцнення, побудованої в координатах істинне напруження – істинна деформація. Закони взаємодії між дислокаціями при різних ступенях деформації визначають характер цієї кривої, а її стадійність пов'язана зі зміною механізмів структуроутворення. Та, якщо для малих та середніх ступенях деформації ці моделі мають досконалу структурну інтерпретацію, при великих деформаціях автори обмежуються констатацією факту про зміну механізму деформації та наявності лінійного зв'язку між напруженням та деформацією.

На лінійний закон зміцнення при великих деформаціях вперше звернули увагу Н.Н. Давиденков та Н.Н. Спірідонова [17]. Значні експериментальні напрацювання в цьому напрямку надані М. Зехетбауером [18, 19] та Г. Лонгфордом [20, 21], які підтверджують наявність такого зв'язку. Неодноразові спроби теоретичного обґрунтування такого зв'язку, що наведені в роботах А В. Томпсона [22], Н. Муграбі [23], Е. Неса [24], Ф. Принс [25], Дж. Сівілано [26], Ю. Естріна [27, 28] де обґрунтовується наявність лінійної стадії, можна розглядати лише, як феноменологічні моделі, які складно підтвердити через відсутність прямого дослідження еволюції структурних дефектів при великих деформаціях. Найбільш привабливі ротаційні моделі, що базуються на розроблених В.І. Ліхачовим та В.В. Рибіним [29-32] уявлення про дисклінаційні механізми деформації поки лишаються надто складними для формалізації і не дозволяють отримати простий лінійний зв'язок між напруженням та деформацією при дії цього механізму.

В цьому сенсі експериментальні напрацювання стосовно умов формування лінійної ділянки зміцнення є важливою складовою в побудові узагальненої теорії зміцнення.

Враховуючи це, **метою роботи** є вивчення впливу температури, схеми деформування та розміру зерна на закономірності зміцнення сильнодеформованих ОЦК і ГЩУ металів.

Для досягнення мети роботи потрібно було вирішити наступні задачі:

1. Розробити методики дослідження механічної поведінки сильнодеформованих матеріалів.

2. Дослідити структурну та температурну чутливість лінійної стадії зміцнення в ОЦК та ГЩУ матеріалах.

3. Дослідити вплив схеми попередньої деформації на формування кривої деформаційного зміцнення для традиційних схем деформування.

4. Визначити загальні риси та особливості зміцнення матеріалів, отриманих методами інтенсивної деформації.

5. Проаналізувати фізичні механізми, що відповідають за характер кривих деформаційного зміцнення при великих ступенях деформації.

*Об'ект дослідження* – закономірності лінійного зміцнення при великих ступенях деформації та зв'язок параметрів зміцнення з характеристиками деформування та вихідною структурою матеріалів.

**Предмет дослідження** – сильнодеформовані матеріали з ОЦК та ГЩУ граткою, отримані різними методами та за різними деформаційними технологіями.

*Методи досліджень*. Для дослідження структурної чутливості механічних властивостей використовували методи випробування зразків на одновісний розтяг та стиснення з розрахунком параметрів зміцнення. Візуалізацію структурних змін при деформації досліджували методами оптичної електронної та скануючої мікроскопії. Поверхню руйнування вивчали за допомогою скануючих електронних мікроскопів SUPERPROB-723 і T-20 японської фірми «Jeol». Дислокаційну структуру досліджували методом ТЕМ на мікроскопі 100 СХ («Jeol»).

## Наукова новизна отриманих результатів.

1. Розроблена оригінальна методологія визначення параметрів зміцнення сильнодеформованих матеріалів з використанням випробувань на стиснення. Запропоновано обраховувати криві зміцнення в координатах «швидкість зміцнення – напруження», що спрощує

визначення силових та деформаційних параметрів, які відповідають переходові від параболічного зміцнення до лінійного.

2. Вперше досліджена структурна чутливість параметрів зміцнення ОЦК – металів в широкому інтервалі деформацій та розмірів зерен. Показано, що деформація, яка відповідає переходу від параболічного до лінійного зміцнення, зменшенням розміру 3 зменшується зi зерна. використанням методу проаналізовані фізичні дислокаційної динаміки причини цього ефекту. Встановлено, що процес зародження дисклінаційних стінок різко прискорюється границі зерна. Розвиток ротаційного механізму деформації за наявності відбувається за естафетним механізмом. Зерна полікристалу послідовно залучаються до цього механізму деформації, і це відбувається тим раніше, чим ближче розташовані границі, інакше кажучи, чим менше розмір зерна.

3. Вперше встановлено, що структурна чутливість рівномірної деформації визначається чутливістю до розміру зерна кривої деформаційного зміцнення і її похідної по деформації. Показано, що характер залежності  $\varepsilon_{pigh} = f(d)$  обумовлюється структурною чутливістю параметрів зміцнення на різних стадіях деформації і при певних співвідношеннях між цими параметрами рівномірна деформація може збільшуватися зі зменшенням розміру зерна.

4. В сильнодеформованих матеріалах вперше встановлено ефект деградації коефіцієнта лінійного зміцнення при збільшенні попередньої деформації. Ефект пов'язаний з переорієнтацією площин легкого ковзання в напрямку найбільш сприятливому до умов прокатки.

5. В матеріалах, продеформованих методами інтенсивної пластичної деформації (ППД), деградації зміцнення не відбувається. Ці матеріали мають високий коефіцієнт лінійного зміцнення, що помітно перевищує границю плинності, і, згідно критерію Консидера, робить їх придатними до реалізації великої рівномірної деформації в наноструктурному стані. Певна перешкода до реалізації цього потенціалу - наявність перенапружених внутрішніх границь, які є джерелом зародження тріщин на стадії шийкоутворення при одновісному розтязі.

6. Вперше проаналізована температурна залежність коефіцієнтів лінійного зміцнення. Встановлено співпадіння характеру цієї залежності з температурною чутливістю границі плинності як для рекристалізованих станів, так і для попередньо деформованих матеріалів. Показано, що температурна чутливість кривої зміцнення визначається переважно термоактиваційними процесами, які відповідають за формування температурної чутливості границі плинності, і в меншій мірі – особливостями колективної взаємодію між дислокаціями при різних температурах.

## Практичне значення отриманих результатів.

Практичне значення отриманих результатів полягає в тому, що сучасні схеми інтенсивної деформації є головним, і, чи не єдиним методом отримання великих 3D виробів з нанозеренною структурою. Одержані в роботі результати використовуються при оптимізації технологічних процесів отримання якісних виробів метолами ІПЛ. Зокрема, результати роботи використовуються технологами від. 10 ІПМ ім. І.М. Францевича НАН України (кер. чл.-кор. НАН України К.О. Гогаєв) для удосконалення схеми асиметричної прокатки – сучасної технології, яка дозволяє отримувати деформовані наноматеріали з високою міцністю та задовільною пластичністю в промислових об'ємах. Методика параметрів зміцнення визначення сильно деформованих матеріалів за випробування результатами стиснення рекомендується атестації на для механічних властивостей цього класу матеріалів.

## Особистий внесок здобувача.

Автор роботи приймав безпосередню участь у розробці підходів і методів розв'язання поставленої задачі, обробці отриманих результатів і їх обговоренні, у написанні наукових статей і підготовці доповідей на конференції. Здобувачем самостійно виконаний комплекс механічних випробувань зразків матеріалів, описаних в роботі. При проведенні досліджень, результати яких опубліковані у співавторстві, він проводив експерименти або приймав участь у їх підготовці, а також в аналізі і узагальненні отриманих результатів.

Постановка задачі, обговорення результатів і висновків проводились спільно з науковим керівником, д.ф.-м.н. Ю.М. Подрезовим. Розробка комп'ютерних програм з використанням методу дислокаційної динаміки виконана разом з к.ф.м.н. К.М. Борисовською. Зразки, отримані за технологією прокатки, були виготовлені к.т.н. В.А. Назаренко, а зразки асиметричної прокатки – к.т.н. В.С. Воропаєвим. Рівноканальне кутове пресування (РККП) титану було виконано в Фізико-технічному інституті НАН Білорусі к.т.н. В.І. Копиловим. Гвинтова екструзія (ГЕ) титанових зразків виконана в ДонФТІ НАНУ д.т.н. Я.Е. Бенгельзимером. Електронно-мікроскопічні дослідження виконував к.ф-м.н. М.І. Даниленко, фрактографічні дослідження проводив н.с. І.Ю. Окунь.

Апробація результатів дисертації. Основні положення і результати дисертаційної роботи доповідались на таких наукових конференціях: Міжнародна конференція "До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень", Київ (Україна), 2007; 10-я Международная конференция "Высокие давления-2008. Фундаментальные и прикладные аспекты", Донецк (Украина), 2008; ІІІ Международная конференция "HighMatTech" Киев (Украина), 2011; 12-я Международная конференция "Bысокие давления-2012. Фундаментальные и прикладные аспекты", Судак (Украина), 2012; Международная конференция "Порошковая металургия сегодня и завтра", Киев (Украина), 2012.

## Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Дослідження за темою дисертація відповідає основним науковим напрямкам робіт ІПМ ім. І.М. Францевича та виконана в рамках держбюджетних науководослідних тем: "Дослідження закономірностей деформації та руйнування титанових сплавів, схильних до мартенситних перетворень" (№ 0111U002405, 2011-2013 рр.); "Зсувно-дифузійні перетворення в сплавах на основі заліза, титану і цирконію та вплив процесів, що їх супроводжують, на структуроутворення та зміцнення" (№ 0114U000549, 2014-2016 рр.); "Структурні та фазові перетворення під дією деформації та їх вплив на механізми зміцнення" (№ 0117U000256, 2017-2019 рр.); проекту науково-дослідних робіт молодих учених НАН України, за грантами НАН України "Моделювання та експериментальне дослідження впливу структурних перебудов на механічну поведінку наноматеріалів деформаційного походження" (№ 0109U007068, 2009-2010 рр.).

## Публікації.

Матеріали дисертації викладені в 16 наукових працях, з них 15 у фахових виданнях та у тезах 5 конференцій.

## Структура та об'єм дисертації.

Дисертація складається із вступу, п'яти глав, висновків та переліку посилань. Повний об'єм 185 сторінок, 69 рисунків, 11 таблиць, перелік використаних джерел складає 159 посилань.

#### **РОЗДІЛ 1**

## СУЧАСНІ МОДЕЛІ ЧУТЛИВОСТІ ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕНЯ

## 1.1. Деформаційне зміцнення металів

Явище зростання напруження при збільшенні деформації називається деформаційним зміцненням. Величина напруження деформаційного зміцнення визначається, як різниця між значенням деформуючого напруження при будь якому ступені деформації та значенням границі плинності. Залежність деформуючого напруження від ступеню деформації називається кривою деформаційного зміцнення. Крива деформаційного зміцнення побудована в координатах істинне напруження - істинна деформація представлена на рис. 1.1. Істинна діаграма напруження-деформація — як правило, монотонно зростаюча крива, характер якої визначається фізичними процесами, які відбуваються в матеріалі під час цього навантаження в пластичній області.



Рисунок 1.1 – Визначення величини деформаційного зміцнення по істинній кривій деформаційного зміцнення

В теорії зміцнення, яка базується на адитивному впливі різних структурних станів на формування деформуючого напруження, параметр деформаційного

зміцнення  $\sigma_{dy}$ , займає особливе місце. На відміну від інших структурних дефектів, вплив яких на здатність опиратися пластичній деформації завершується на границі плинності, параметр  $\sigma_{dy}$ , що характеризує опір в площині ковзання з боку дислокацій (опір Тейлора), суттєво зростає із збільшенням ступеню деформації.

# 1.2. Структурні зміни при деформації1.2.1. Діаграма структурних станів

Багаточисельні дослідження еволюції дислокаційної структури при пластичній деформації в широкому інтервалі температур і ступенів деформації [3, 8, 15, 33, 34] зручно систематизувати за допомогою діаграм структурних станів (рис. 1.2).



Рисунок 1.2 – Діаграма структурних змін в ОЦК-металах в процесі пластичної деформації в широкому діапазоні ступеню деформації і температур випробування [3]

В роботі [3] була запропонована узагальнююча діаграма структурних змін в ОЦК-металах в процесі пластичної деформації в широкому діапазоні ступеню деформації і температур випробування. На діаграмі в координатах температура – ступінь деформації нанесені області існування різних типів дислокаційного розподілу: І – область клубків та сплетень, ІІ – однорідного розподілу дислокацій, ІІІ – проміжних структурних станів, ІV – коміркових структур. В області проміжних структурних станів характерна наявність обірваних дислокаційних субграниць.

Дислокаційна субструктура, що виникла на початкових стадіях деформації, містить дислокації протилежних знаків в приблизно рівних кількостях, так, що істотної розорієнтації не виникає, на мікродифракційних картинах не спостерігається азимутне розмиття рефлексів. Надалі, у міру накопичень в мікрообластях дислокацій одного знаку виникає або розорієнтована коміркова структура (у металах з високою енергією дефекту пакування), або структури з плавно змінюючою розорієнтировкою (наприклад, при великих пластичних деформаціях сплавів з відносно низькою енергією дефекту пакування).

З діаграм структурних станів видно, що при переході до великих пластичних деформацій або при підвищенні температури деформації різні дислокаційні розподіли перебудовуються в коміркові структури. При цьому згідно [35-38], зниження енергії дефекту пакування позначається на характері діаграми структурних станів, утрудняючи утворення розорієнтованих коміркових структур.

## 1.2.2 Ліс дислокацій

В роботі Фірстова С.О. та Саржан Г.Ф. [4] проаналізовано особливості структуро утворення в деформованих ОЦК металах на ранніх стадіях деформації. В монокристалів ОЦК – кристалів з орієнтацією [110], деформованих при кімнатній температурі за даними [35], переважають прямолінійні гвинтові дислокації, щільність яких зростає із збільшенням ступеня деформації. У монокристалах з орієнтацією [100] вже при малих ступенях деформації щільність дислокацій істотно вища, ніж в монокристалах [110], і із збільшенням ступеня деформації вона зростає майже на два порядки. Згідно Т. Такеучи [39], дислокації можуть розмножуватися в ОЦК-металах при пересіченні гвинтових дислокацій з пружною взаємодією відштовхування. Специфічною особливістю орієнтації [110] є те, що пластична деформація може відбуватися без пересічення дислокацій, що відштовхуються, якщо гвинтові дислокації рухаються на двох симетрично розташованих до вісі площинах (112) з максимальним зсувним напруженням.

У кристалах з віссю розтягування [100] є чотири системи ковзання (111) {112}, еквівалентно орієнтовані таким чином, що пластична деформація без пересічення гвинтових дислокацій з взаємодією відштовхування неможлива. Відповідно до моделі Такеучи [39] цей процес стимулює поперечне ковзання і, отже, розмноження дислокацій. Таким чином, можна передбачити, що початок пластичного плину при відносно низькому напруженню і подальше значне зміцнення визначаються легким розмноженням дислокацій. Крім того, для структури монокристалів [100] характерна тенденція до утворення дислокаційних сплетінь.

Встановлена чітка залежність характеру дислокаційної структури від енергії дефекту пакування (ЕДП). В міру пониження ЕДП сповільнюється швидкість гвинтових дислокацій в порівнянні з краєвими, утрудняється поперечне ковзання. Тому дислокації на початкових стадіях деформації спрямлені, і при подальшій деформації формування коміркової структури утруднюється. Метали VA групи (V, Nb, Ta) мають нижчі ЕДП, ніж елементи VIA групи (Cr, Mo, W). Дійсно, в деформованому ванадії [40] і ніобії [41] спостерігається спрямлення дислокаційних ліній і виникають труднощі в утворенні розорієнтованої коміркової структури [3, 34, 42], що позначається на положенні діаграми структурних станів. Як видно з рисунку 1.2, область хаотичного розподілу дислокацій у ванадії значно ширша, ніж в хромі, а область існування коміркових структур зміщена вгору по температурі.

У рекристалізованому полікристалічному стані щільність дислокації досягає величини  $10^6$  см<sup>-2</sup>. Незначна пластична деформація ~1-2% підвищує щільність дислокацій до  $10^9$  см<sup>-2</sup>. В міру збільшення деформації простір деформованого матеріалу поступово заповнюється рівномірно розподіленими дислокаціями, поки

при деякій критичній щільності ~10<sup>11</sup> см<sup>-2</sup> в матеріалі створюється коміркова структура. Підвищення щільності дислокацій вище деякою критичної для дислокаційних розподілів, характерних для початкових стадій деформації, стає енергетично невигідним і дислокації перебудовуються в коміркову структуру.

## 1.2.3 Слаборозорієнтована коміркова структура

Комірковою структурою називають структуру з неоднорідним розподілом дислокацій, коли ділянки матеріалу з підвищеною щільністю дислокацій розділені фрагментами структури практично вільними від дислокацій. Існує багато моделей, де розглянуті закономірності формування коміркової структури, проте, як правило, перевага віддається моделям, де головна роль в зародженні деформаційних субграниць при деформації відводиться пружній взаємодії дислокацій. Оскільки поля напруження, створені дислокаціями, спадають обернено пропорційно до відстані, то створення стабільних конфігурацій вимагає зближення дислокацій. Критична ступінь деформації, при якій відбувається створення коміркової структури можна розрахувати з виразу:

$$e' = c \tau^2 d , \qquad (1.1)$$

де *с* – константа; *т* – прикладена напруга; *d* – розмір зерна.

Розмір створених комірок і їх розорієнтація пов'язані з щільністю дислокацій в хаотичній дислокаційній структурі в граничному стані, що відповідає моменту утворення комірок, співвідношенням:

$$\rho = \frac{2\alpha_{s}\Phi}{bl},\tag{1.2}$$

де  $\alpha$  – коефіцієнт, пов'язаний з формою комірок має значення близьке до 1;  $\Phi$  – кут розорієнтації; l – розмір комірки. У молібдені для  $\rho = 2 \times 10^{10}$  см<sup>-2</sup> і b = 2,7А отримуємо l = 2 мкм і  $\Phi = 2,5^{\circ}$ , що добре узгоджується з експериментом.

Згідно [3], спадаюча гілка кривої рис. 1.2, яка відокремлює хаотичний розподіл дислокацій від початку утворення розорієнтованих коміркових структур, відповідає критичному ступеню деформації, при якому забезпечується достатня швидкість переповзання, необхідна для утворення коміркової структури. Відомо [43], що в разі деформації металів VA групи за порівнянних умов виникає значно менша концентрація точкових дефектів, ніж в металах VIA групи. Це відповідає уповільненню утворення коміркових структур, наприклад, у ванадії [38].

Підвищення температури деформації, сприяючи анігіляції дислокацій протилежних знаків і перебудові надлишкових дислокацій в дислокаційні субграниці, зменшує критичну ступінь деформації, необхідну для початку утворення розорієнтованих комірок і при підвищенні температури до (0,35-0,4) Т<sub>пл</sub> розорієтована коміркова структура починає формуватися вже на ранніх стадіях деформації. Критичну ступінь деформації знижує і зменшення розміру зерна [35]. Елементарне пояснення це базується на співвідношенні Г. Конрада [44], що зв'язує щільність рухомих дислокацій з розміром зерна *d* і ступенем деформації.

В роботах Н.В. Грайворонського зі співр. [5, 45-47] проаналізовано вплив ступеню деформації на кут розорієнтації. Експериментально показано, що при деформаціях, що відповідають формуванню коміркових структур, кут розорієнтації збільшується зі зростанням ступеню деформації за законом:  $\Phi = K e^{3/2}$ . Проте, слід зазначити, що параметр  $\Phi$  визначає середню розорієнтацію комірок (враховуються всі комірки з малим та великим кутом розорієнтації, тобто сумарний кут ділиться на сумарну кількість). З фізичної точки зори, вірогідно, отримані результати більш доцільно трактувати, як збільшення кількості високо кутових границь при збільшенні деформації.

Питанням впливу ступеню деформації на розмір комірок присвячена величезна кількість робіт, у тому числі опублікованими ученими київської школи [3-4]. Зміна розміру комірок від ступеню деформації для заліза представлена на рисунку 1.3, *а*. Зв'язок між макродеформацією матеріалу і еволюцією комірчастої структури найяскравіше виявляється при порівнянні зовнішнього формозмінення зразка із зміною форми структурних дефектів внутрішніх об'ємів матеріалу. Д.І. Тейлор і М. Поляні запропонували принцип, згідно якому зміна форми зерна матеріалу в точності повторює зміну форми макрозразка. Цей принцип був використаний Г. Лонгфордом [20] для аналізу формозмінення комірок в зразках заліза, які були продеформовані волочінням до великих ступенів деформації. В подальшому ці результати були поширені М.І. Даниленком та Ю.М. Подрезовим на випадок деформації зразків, методом рівно-канального кутового пресування (РККП) [48, 49].

Відносна кількість комірок *f* (пронормована на початкову кількість комірок) в поперечному перетині при будь-якій заданій ступені деформації визначається з співвідношення:

$$f = \frac{N}{N_{_{g_{y}}}} \exp[-(e - e_{_{g_{y}}})], \qquad (1.3)$$

де  $N_{gq}$  – початкова кількість комірок в одиниці площі перетину, що сформувалися при деякій початковій деформації  $e_{gq}$ , N – число комірок в одиниці площі перетину при деякій поточній деформації e. Залежність параметра f від ступеню деформації наведена на рисунку 1.3,  $\delta$ .



Рисунок 1.3 – Залежність розміру комірок від ступеню деформації (а) та залежність параметра *f* від ступеню деформації (б): 1 – прокатка та РККП [49]; 2 – дані Лонгфорда [20]

Видно, що на стадії існування слаборозорієнтованих комірок, не дивлячись на протікання процесів анігіляції дислокацій, відношення зміни розмірів комірки до зміни розмірів зразка близько до 1, що відповідає принципу Тейлора-Поляні та є характерним для механізму трансляції деформації. Досягши деякої критичної ступеню деформації  $e_{\kappa p}$  комірки перестають змінювати свої розміри конформно макрозразку, тобто з деякого моменту вони перестають бути внутрішніми мітками, по яких можна судити про процес деформації макроматеріалу, оскільки самі є носіями цієї деформації. Характер зміни форми комірок свідчить на користь того, що з деякої критичної деформації процес зміни форми зразка не може відбуватися шляхом трансляції, і в механізм деформації поступово включаються механізми ротації. Про це ж свідчить і різке зростання розорієнтації комірок при деформації вище критичної.

# 1.2.4 Розорієнтована коміркова структура. Дисклінаційна модель деформації

За оцінкою В.Т. Ріда [50] напруження, яке необхідне для подолання границі за допомогою ковзання дорівнює:

$$\tau = \Phi G / 2\pi, \qquad (1.4)$$

де G – модуль зсуву. Це напруження наближається до теоретичної міцності якщо  $\Phi > 3^{\circ}$ . При таких кутах розорієнтації комірки стають міцними перешкодами для руху дислокацій. Виходячи з цього, слаборозорієнтованими границями доцільно називати такі границі комірок, які долаються рухомою дислокацією за допомогою ковзання. Розорієнтація таких границь не перевищує  $3^{\circ}$ .

Кількість разорієнтованих границь різко зростає при підвищенні ступеня деформації, наприклад, *e* > 1 в залізі. Це пов'язано з енергетичною вигідністю включення в механізм деформації ротаційної моди. При великих деформаціях подальше зближення дислокаційних стінок (границь комірок) стає менш енергетично вигідним, ніж деформація шляхом розвороту одної комірки відносно іншої. Такий розворот сприяє зростанню розорієнтації між сусідніми комірками. При великих ступенях деформації (*e* > 1) розмір комірок стабілізується на рівні 0,1- 0,2 мкм, всі границі комірок мають велику розорієнтацію (фактично таку ж, як розорієнтація границь зерен). Саме через велику розорієнтацію і нанорозмірний масштаб розорієнтовані комірки останнім часом отримали назву нанозерна деформаційного походження.

Невиконання принципу Тейлора–Поляні, яке проявляється в «уповільненні» зменшення розміру комірок при збільшенні деформації (рис. 1.3, б), свідчить про зміну механізму деформації. На думку С.О. Фірстова зі співр. [4-6] пластична деформація реалізується за рахунок зникнення одних границь коміркової структури і виникнення нових. Конкуренція між зменшенням розміру комірок і зникненням границь веде до стабілізації розміру комірок (залежно від температури і властивостей матеріалу) на рівні 0,1–0,2 мкм.

## 1.2.5 Роль дисклінацій

У останні десятиліття особлива увага дослідників була направлена на кількісне вивчення еволюції дислокаційної структури при великих пластичних деформаціях. Автори [29, 33, 51] запропонували новий механізм деформації. Вони ввели уявлення про ротаційні моди деформації, носіями яких є часткові дисклінації, що поширюються по границях фрагментів і формують, кінець кінцем, просторову сітку висококутових границь. В.В. Рибін, В.А. Ліхачев зі співробітниками [29-34] прийшли до висновку про радикальну зміну механізму деформації на основі детального кількісного вивчення еволюції дислокаційної субструктури при великих пластичних деформаціях. Ці роботи повністю підтвердили висококутовий характер границь комірок при великих пластичних деформаціях і зростання розорієнтації при збільшенні ступеню деформації. У цих же дослідженнях висловлена принципово нова ідея. Вперше звернуто увагу на розвиток при великих пластичних деформаціях принципово нових колективних рис поведінки дислокацій на відміну від попередніх робіт, де формування коміркових структур розглядалося, по суті, як деякий релаксаційний процес перебудови дислокаційної структури в енергетично більш вигідні конфігурації.

При утворенні границь розорієнтованих комірок із зростанням кута розорієнтації енергія на одну дислокацію, безперервно зменшується при впорядкованому розташуванні дислокацій в границях. На основі детального кристалографічного аналізу показано, що процес пластичної деформації безпосередньо пов'язаний з поворотними модами деформації – пластичними яких є часткові дисклінації різної потужності, що носіями ротаціями, поширюються по границях фрагментів, які формують в результаті просторову сітку висококутових границь. При такому підході йдеться про зміну не лише характеру деформаційного зміцнення, але і носіїв пластичної деформації. Разом з трансляцією, як механізм деформації на стадії розвиненої пластичної деформації пропонується розглядати поворотні моди. Більш того, в перших роботах висловлювалася думка про те, що на стадії розвиненої пластичної деформації ця деформація здійснюється виключно поворотними модами.

Подібна точка зору породила певний екстремізм в поглядах на природу пластичної деформації, особливо в теоретичних дослідженнях [51] при виділенні «ротаційній пластичній деформації» самостійний В вигляд пластичної деформації. Нова точка зору викликала дискусію про природу пластичної деформації. Деякі дослідники [31] розділяли вклади трансляцій і ротацій в загальній деформації, інші [51] рахували ротаційну деформацію самостійним виглядом пластичної деформації. У більш «обережніших» роботах ставляться питання про співвідношення ротаційної і трансляції пластичності, розділення вкладів ротаційною і трансляцією складовою в загальну деформацію або більш узагальнене питання: чи є повороти грат провідним процесом на стадії розвиненої пластичної деформації або явищем, супутнім переміщенням дислокацій [4].

В роботах української наукової школи показано, що поворотні моди деформації не завжди виявляються у формі утворення розорієнтованих структур,

що виникають безпосередньо при деформації. По-перше, пластичні повороти не обов'язково здійснюються шляхом локалізованої деформації за рахунок переміщення часткових дисклінації, а можуть бути забезпечені структурами з відносно однорідним розподілом дислокацій, створюючи плавно змінюючу розорієнтировку. По-друге, деформаційне двійникування (класичний приклад переорієнтації грат) також відбувається шляхом послідовного переміщення часткових дислокацій. По-третє, часткові дисклінації в кристалах, виключаючи спеціальні випадки, не можуть консервативно переміщатися без емісії (або поглинання) дислокацій.

Невиконання принципу Тейлора-Поляні для розорієнтованих коміркових структур свідчить про складну еволюцію ансамблю внутрішніх границь розділу. Вочевидь, разом з процесами зміни форми тіла комірки одночасно утворюються нові границі і зникає частина старих.

## 1.3 Стадійність кривої деформаційного зміцнення та її фізична природа

Головною метою теорії зміцнення є опис кривої «напруження - деформація» у зв'язку з розвитком дислокаційної структури. В. Кокс та Х. Мекінг [12] відзначають, що точний опис субструктури вимагає використання великої кількості параметрів, тоді як опис кривої зміцнення передбачає використання відносно малої кількості найбільш важливих параметрів. Тому будь-які моделі зміцнення, які ґрунтуються на спостереженні субструктури, використовують незначну кількість інформації, відокремлюючи лише найбільш важливі (базові) характеристики структури. З іншого боку, моделі, що беруть за основу криву зміцнення, дозволяють аналізувати та обґрунтовувати лише найбільш загальні закономірності стосовно структурних перебудов.

1.3.1 Параболічна крива деформаційного зміцнення та її структурна чутливість

У працях української школи до теперішнього часу основним об'єктом досліджень були ОЦК-метали (за винятком останніх робіт В.Ф. Моісєєва [1]). Результати структурних досліджень систематизовані в роботах [3, 35], де показано, що під впливом пластичної деформації зміна мікроструктури відбувається в такій послідовності: прості дислокаційні скупчення  $\rightarrow$  слаборозорієнтовані комірки  $\rightarrow$  розорієнтовані комірки. Як приклад, на рисунку 1.4 наведено три основні типи дислокаційної структури в деформованому залізі технічної чистоти. При малих ступенях деформації (~0 – 15%) – утворюються хаотично розподілені дислокації (рис. 1.4, *a*); при середніх деформаціях (~15 – 60%) – слаборозорієнтована коміркова субструктура (рис. 1.4, *b*).



Рисунок 1.4 – Еволюція дислокаційної структури при деформації: хаотично розподілені дислокації (а), слаборозорієнтована коміркова субструктура (б), розорієнтована коміркова структура (в)

Границі структурних станів залежать від умов деформації (температура деформації) і від структури матеріалу (кристалографічна будова, енергія дефекту пакування, розмір зерна і тому подібне). Ці зміни впливають на процес зміцнення під час пластичної деформації і механічні властивості деформованих металів.

Встановлено, що крива деформаційного зміцнення для простих структурних станів може бути апроксимована серією прямих ліній, якщо експериментальні дані перебудовані в координатах істинне напруження *S* – корінь з істинної деформації *е*. Дж. Белл [52] першим використовував цей метод аналізу для

виділення різних стадій зміцнення (він називав його квантуванням), але не підводив структурну базу під спостережуваний ефект. В.Ф. Моісєєв зі співробітниками [2] продемонстрував структурну природу стадійності зміцнення (рис. 1.5), лінійні ділянки відповідають різним інтервалам на діаграмі структурних станів. Формально кожна стадія відповідає інтервалу деформацій з новим коефіцієнтом *α<sub>i</sub>* у виразі Тейлора:

$$\Delta \sigma = \alpha_i \, Gb_{\sqrt{\rho}} \,, \tag{1.5}$$

де G – модуль зсуву; b – вектор Бюргерса; ρ – щільність дислокацій; Δσ – зміцнення, індекс *i* позначає номер стадії.

У роботі [1] В.І. Трефілов і В.Ф. Моісєєв зі співр. вперше продемонстрували структурну природу стадійності зміцнення і зв'язали лінійні ділянки на кривій зміцнення, обробленій в координатах  $S - e^{1/2}$  із зміною структурних станів матеріалу (рис. 1.5).



Рисунок 1.5 – Схема стадійності деформаційного зміцнення ОЦК-металів

Ці погляди були розвинені В. Ф. Моісєєвим в роботі [8], де він спробував дати фізичну інтерпретацію показнику деформаційного зміцнення, розглядаючи криву зміцнення, як параболу, кожна, із стадій якої описується рівнянням:

$$\tau \approx K e^n \,, \tag{1.6}$$

де *τ* – деформуюча напруження на кожній стадії, *K* і *n* відповідно, коефіцієнт і показник деформаційного зміцнення, які залежать від особливостей руху дислокацій по полікристалу.

Зв'язок між напруженням і деформацією був встановлений виходячи з класичного співвідношення Тейлора (рів. 1.5), що пов'язує деформуюче напруження з щільністю дислокацій і рівняння Орована, що зв'язує деформацію з щільністю дислокацій і довжиною вільного пробігу рівнянням:

$$e = 0.5b\rho L_{\perp} \tag{1.7}$$

Природно, що із збільшенням щільності дислокацій в кристалі збільшується кількість перешкод на шляху їх руху. Це зумовлює залежність довжини вільного пробігу від щільності дислокацій. Проте при цьому слід враховувати здатність дислокацій долати перешкоди без зупинки шляхом поперечного ковзання. Ця властивість дислокацій залежить від типу кристалічної гратки і від енергії дефекту пакування, чинника, що характеризує здатність дислокацій здійснювати поперечне ковзанні при обході перешкод. Розглянуто два варіанти розвитку деформації.

У першому випадку рухома дислокація, зустрічаючи на своєму шляху перешкоду, обходить її подвійним поперечним ковзанням без підвищення опору ковзання, легко переходячи в іншу систему ковзання утворюючи, кінець кінцем, хаотичний, але досить рівномірний розподіл дислокацій в кристалі. Тоді довжина вільного пробігу дислокації є постійною, і виходячи з умови Орована (рів. 1.7) з врахуванням рівняння Тейлора (рів. 1.5) параметр n = 0,5. Багато чисельні експерименти, виконані київською школою під керівництвом В.І. Трефілова і В.Ф. Моісєєва [1, 2, 10, 11] показали, що показник 0,5 характерний для ОЦКметалів, де існує 48 практично рівноправних систем ковзання і дислокації можуть практично безперешкодно переходити з однієї системи в іншу.

## 1.3.2 Фізичний зміст ефективного показника зміцнення

Якщо дислокація в кристаліті не здатна обійти нерухомі дислокації, то довжина вільного пробігу зменшуватиметься з щільністю дислокацій згідно із законом  $L \sim 1/\rho^{1/2}$ . З урахуванням цього залежність між напруження і ступенем деформації буде лінійною.

Це характерно для ГЦК - кристалів з низькою енергією дефекту пакування показник зміцнення близький до одиниці (Ag, Cu). В той же час було виявлено, що в ряду матеріалів з ГЦК і ГЩУ граткою, що мають обмежену кількість площин ковзання, але велику схильність до поперечного ковзання із-за високого значення енергії дефекту пакування, реалізується проміжний випадок. Для цих матеріалів вірогідність обходу дислокацією перешкоди буде пропорційно енергії дефекту пакування і згідно Ж. Фріделю цей зв'язок може бути записаний у вигляді [53]:

$$W \sim \exp(C\ln(\chi)) \,. \tag{1.8}$$

де W – вірогідність (змінюється від 0 до 1), C- постійна, χ – енергія дефекту пакування.

Вочевидь, що чим більше вірогідність подолання дислокацією перешкоди тим сильніше показник зміцнення відрізняється від 1 і зменшується до 0,5. Враховуючи це в роботі [8] В.Ф. Моісєєвий ввів поняття ефективного показника деформаційного зміцнення. Спільне вирішення рівняння 1.5 та 1.7 дозволяє для випадку розтягу записати залежність напруження від деформації на стадії деформаційного зміцнення у вигляді:

$$\sigma = \sigma_0 + K e^n, \tag{1.9}$$

де *К* – коефіцієнт деформаційного зміцнення, *n* – показник деформаційного зміцнення, залежний від здатності дислокацій долати перешкоди. Результати експериментів, представлені в роботі [8] підтвердили правомірність такого підходу (рис. 1.6). З графіка видно, що показник деформаційного зміцнення

дійсно залежить від типа кристалічної гратки, і для ГЦК і ГЩУ матеріалів зменшується із зростанням енергії дефекту пакування. Цей результат має принципове значення для розуміння фізичної природи процесів, що відбуваються при деформаційному зміцненні технічно чистих металів.



Рисунок 1.6 – Залежність показника деформаційного зміцнення від енергії дефекту пакування [8]

Чутливість параметру n до типу кристалічної гратки була продемонстрована нами в роботі [54] на прикладі легованого титану. Запропонований підхід до аналізу стадійності кривою деформаційного зміцнення матеріалів різних класів дозволив дати глибшу інтерпретацію кривих зміцнення матеріалу з точки зору їх структурної чутливості. Основним досягненням теорії Трефілова-Моісєєва (T-M) є встановлення однозначного зв'язку між перегинами на кривій зміцнення в координатах  $S - e^n$  і структурними перебудовами в деформованому матеріалі. Безперечною перевагою цієї обробки є її чутливість до структурних перебудов, що відбуваються на ранніх стадіях деформації, і можливість класифікувати закони структуроутворення залежно від енергії дефекту пакування і типу кристалічної структури. На жаль, обробка кривих зміцнення, отриманих за результатами випробування на одновісний розтяг, утруднена при великих ступенях деформації із-за виникнення шийки. Крім того, обробка діаграм зміцнення в параболічних координатах при *n* менше 1 стискує вісь деформації при великих значеннях *e*. Тому ця методологія істотно поступається методу, розвиненому В. Коксом зі співр. [12] при аналізі законів структуроутворення при середніх і великих пластичних деформаціях.

## 1.3.3 Модель деформаційного зміцнення ГЦК-металів

Для ГЦК-металів найбільш глибоке трактування процесів, що відбуваються на стадії формування лісу дислокацій і стадії утворення слаборозорієнтованих комірок (ІІ та ІІІ стадія згідно існуючої класифікації для ГЦК-металів) запропонована В. Коксом та Х. Мекінгом в роботі [12]. У порівнянні з теорією Трефілова – Моісєєва, В. Кокс використовував для аналізу інші фізичні і механічні параметри зміцнення (швидкість накопичення дислокацій dp/dy і швидкість зміцнення  $\theta = d\tau/d\gamma$ ) проте, як буде показане далі, фізична інтерпретація процесу зміцнення в цих підходах багато в чому збігається.

Для встановлення зв'язку між структурою і параметрами зміцнення В. Кокс продиференцював рівняння Тейлора (рів. 1.5) по деформації і представив отримані залежності у вигляді виразів:

$$\tau \theta = \frac{\left(\alpha G\right)^2}{2} \frac{b}{\Lambda},\tag{1.10}$$

$$\frac{\theta}{\mu} = \frac{\alpha}{2} \frac{l}{\Lambda} \,, \tag{1.11}$$

де  $\tau$  та  $\gamma$  – відповідно напруження та деформація зсуву, параметр  $\theta$  – характеризує швидкість зміцнення. Структурні параметри моделі  $\Lambda$  – довжина вільного пробігу дислокацій, l - відстань між дислокаціями.

Аналізуючи ці залежності, В. Кокс розглянув ті ж два випадки. Перший – коли довжина вільного пробігу є константа; практично повністю збігається з випадком розглянутим В.Ф. Моісєєвим для ОЦК-металів. В цьому випадку  $\Lambda$  дорівнює розміру зерна, і  $\tau\theta$  відповідно до рівняння 1.10 має бути константою. На жаль, в роботі [12] цей випадок детально не вивчений, оскільки автори не розглядали деформацію ОЦК-металів.

Другий випадок – самоподібний розвиток деформації, коли довжина вільного пробігу  $\Lambda$  пропорційна відстані між дислокаціями l. Тоді, згідно (рів. 1.11), швидкість зміцнення має бути константою і  $\tau\theta$  має бути пропорційне  $\tau$ . Насправді, як відзначає В. Кокс, можуть бути випадки, коли процес накопичення дислокацій залежить як від механізму пов'язаного з постійною довжиною вільного пробігу, так і від механізму, коли процес накопичення пропорційний l. В цьому випадку проведений аналіз близький розглянутому В.Ф. Моісеєвим, що привів до n = 0,5 - 1.

Результати експериментальних досліджень В. Коксу, продемонстрували згоду із запропонованою їм схемою. На ранніх стадіях деформації, коли розподіл дислокацій носить переважно хаотичний характер, швидкість зміцнення передбачається постійною і не залежить від температури і швидкості деформації, її величина  $\theta_0 \approx \mu/200$  була предметом багатьох теоретичних досліджень. Вочевидь, що в рамках теорії Трефілова-Моісєєва це відповідає значенню n = 1.

Залежність  $\theta - \tau$  на початку описується прямолінійною функцією, потім вона скривлюється, що відповідає зменшенню нахилу на кривій зміцнення в координатах напруження – деформація. Феноменологічно це можна пояснити збільшенням відношення  $\Lambda/l$  із збільшенням ступеню деформації. Фізично це відповідає введенню нового механізму – динамічного повернення, передбачає сильну залежність зміцнення від температури і ступеню деформації. В цьому випадку швидкієть накопичення дислокацій dp/dy не зберігається постійною:

$$d\rho = \frac{d\gamma}{b\Lambda} - d\rho_r, \qquad (1.12)$$

У теорії динамічного повернення, що описує третю стадію зміцнення, перший член рів. 1.12 передбачає постійну швидкість зміцнення, яке ми позначаємо як  $\theta_0$ , а другою передбачає зменшення швидкості росту щільності дислокацій за рахунок повернення. Тоді (1.12) можна переписати в термінах швидкостей зміцнення у вигляді:

$$\theta = \theta_0 - \theta_r(\dot{O}, \dot{\gamma}), \qquad (1.13)$$

В рамках цієї теорії стадійність кривих деформаційного зміцнення зумовлюється схильністю деформаційних структур до реалізації механізму повернення. При цьому, повернення структури, виявляється в перегині на кривій зміцнення, перерахованій в координатах  $d\tau/d\gamma - \gamma$ . Точка перегину відповідає ступеню деформації, при якому виникають слаборозорієнтовані коміркові структури.

Це веде до зміни характеру залежності швидкості зміцнення від напруження, яка на стадії повернення описується рівнянням Войса:

$$\theta = \theta_0 \left( 1 - \tau / \tau_v \right), \tag{1.14}$$

У цій залежності параметр  $\tau_v$  – напруження Войса – чутливий до швидкості деформації і температури [55]. Характер залежності швидкості зміцнення від напруження ГЦК-металів приведений В. Коксом і Х. Мекінгом в роботі [12] у вигляді схеми, представленої на рисунку 1.7.



Рисунок 1.7 – Реальний характер кривих зміцнення моно і полікристалів ГЦК-металів, оброблених в координатах швидкість зміцнення – напруження [12]
З точки зору фізичного трактування результатів аналізу кривих деформаційного зміцнення, теорія В. Коксу, встановлюючи термодинамічну природу III стадії зміцнення (стадії динамічного повернення, на якій утворюються слаборозорієнтовані коміркові структури), дає можливість прогнозовано управляти процесом структуроутворення комірок і нанозерен.

# 1.3.4 Два підходи до аналізу кривих деформаційного зміцнення ГЦКметалів

Незважаючи на суттєві формальні відмінності моделей К-М та Т-М, їх фізична трактовка має багато спільного. В роботі Ю.М. Подрезова та С.О. Фірстова [7] проведене порівняння цих моделей. Виконаний авторами аналіз свідчить про те, що незважаючи формальна відмінність в підходах до аналізу процесу деформаційного зміцнення ідеологія обох теорій схожа. Якщо апроксимувати криву зміцнення параболою  $\sigma = ke^n$  і узяти похідну від цієї функції, то з врахуванням умови 1< $n\leq 0.5$  в загальному випадку отримаємо гіперболічну залежність:

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{kn}{e^{1-n}}.$$
(1.15)

У ідеальному випадку при *n* = 1 – похідна перетвориться на постійну величину, не залежну від напруження і деформації. У разі ОЦК-металів при *n* = 0,5 ця залежність виражається у вигляді:

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{k}{2e^{1/2}} \,. \tag{1.16}$$

Враховуючи, що для ОЦК-металів напруження пов'язано з деформацією співвідношенням  $\sigma \approx Ke^{1/2}$ , зв'язок між швидкістю зміцнення і напруження для ОЦК-металів виразиться гіперболою:

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{1}{2\sigma}.$$
(1.17)

В рамках теорії В. Кокса зв'язок між швидкістю зміцнення і напруженням повинен описуватись гіперболою, якщо довжина вільного пробігу передбачається постійною. Цей висновок виходить з рів. 1.10, яке встановлює обернено пропорційну залежність швидкості зміцнення від напруження:

$$\theta = \frac{(\alpha G)^2}{2\tau} \frac{b}{\Lambda}.$$
(1.18)

Нагадаємо, що в теорії Т–М довжина вільного пробігу передбачається постійною при аналізі зміцнення ОЦК-металів. Що стосується ГЦК-металів, мабуть, слід мати на увазі, що в цьому випадку повинна враховуватися можливість співіснування різних механізмів накопичення дислокацій: як пов'язаних з постійною довжиною вільного пробігу, так і з процесами накопичення, коли  $\Lambda$  пропорційна l. В цьому випадку передбачається суперпозиція гіперболи (рів. 1.18) з функцією, не залежною від напруження (рів. 1.11). Це в якійсь мірі відповідає підходу В.І. Трефілова і В.Ф. Моісєєва, що передбачали, що для ГЦК і ГЩУ кристалів значення n змінюється від 0,5 до 1 залежно від статистичної ваги згаданих механізмів. Якщо в рівнянні 1.15 врахувати, що  $\sigma \approx Ke^n$ , то зв'язок між швидкістю деформації і напруженням в термінах цієї теорії виразиться у вигляді формули :

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{K_{\sigma}}{\sigma^m},\tag{1.19}$$

де  $K_{\sigma}$  - постійний коефіцієнт, m = (1 - n)/n. Оскільки діапазон зміни n = 0,5 - 1, показник m змінюється, відповідно, від 1 до 0, і, отже, залежність в рів 1.18 є гіперболою з дробовим показником ступеня.

Для встановлення зв'язку між параметрами зміцнення і енергією дефекту пакування на третій стадії В. Кокс [12] використовував залежність нормованого напруження Войса від температурно-швидкісних параметрів деформації досліджених ГЦК-металів, представивши результати багаточисельних експериментів у вигляді графіків у координатах  $\sigma_v = f(T, \varepsilon)$ , як показано на рис 1.8. Сімейство прямих ліній пересікає вісь напруження за умов, які згідно Коксу,

Войса характеризують значення напруження максимально можливе  $\sigma_{v0}$ , мінімальній температурі і максимальній спостережуване при швидкості деформації. Зіставляючи значення параметра  $\tau_{v0}$  для матеріалів з різною енергією дефекту пакування, В. Кокс отримав зв'язок між цими характеристиками у вигляді залежності, представленої на рисунку 1.9. Як видно з рисунку значення  $\tau_{v0}$ зменшується із зростанням енергії дефекту пакування.

В роботі С.О. Фірстова та Ю.М. Подрезова [7] проведене зіставлення результатів, представленими на рисунку 1.9 з даними В.Ф. Моісєєва на рисункові 1.6, де для тих же ГЦК-металів представлена залежність параметра *n* від енергії дефекту пакування. Аби продемонструвати зв'язок між цими результатами, звернемо увагу на те, що в інтервалі деформацій, що відповідають динамічному поверненню В. Кокс проводив аналіз зміцнення в рамках рівняння Войса (рів. 1.14), яке передбачає лінійний зв'язок між швидкістю зміцнення і напруженням.



Рисунок 1.8 – Залежність нормованого Рисунок 1.9 –Залежність критичного напруження Войса від температури і напруження Войса від енергії дефекту швидкості деформації для різних ГЦК- пакування[12] металів [12]

В рамках теорії Т–М крива зміцнення описується залежністю (рів. 1.16) яка в координатах швидкість зміцнення – напруження може бути перетворена в ділянку гіперболи (рів. 1.19).

Скориставшись розкладанням ступеневої функції  $x^{-m}$  в ряд поблизу точки  $x = x_0$ :

$$x^{m} = x_{0}^{-m} - mx_{0}^{-m-1}(x - x_{0}) + \dots, \qquad (1.20)$$

яка при x = 1 перетвориться у лінійну залежність:

$$X^{-m} = 1 - m(x - 1) + \dots$$
(1.21)

Встановивши зв'язок між параметром *n* та напруженням Войса з урахуванням умови Консидера, та використовуючи для розрахунку значення параметру *n*, отримані для різних матеріалів в роботі [8], що наведені на рис. 1.6. Автори [7] отримали залежність критичного напруження Войса від енергії пакування (рис. 1.10), що повністю узгоджується з результатами роботи [12].

Зіставлення графіків, представлених на рис. 1.9 і 1.10 свідчить про те, що вони мають практично один і той же вигляд. Отже, обидві моделі передбачають однаковий вплив енергії дефекту пакування на характер кривої зміцнення для ГЦК-металів.



Рисунок 1.10 – Залежність приведеного напруження Войса від енергії дефекту пакування, розрахована по величині показника деформаційного зміцнення [7]

Таким чином, не дивлячись на відмінність у формальному описі двох розглянутих підходів, спільність фізичних принципів побудови цих теорій веде до

єдиного фізичного результату - чутливості критеріальних параметрів (показника деформаційного зміцнення для першої групи теорій і критичного напруження Войса – для другої групи теорій) від енергії дефекту пакування. Висновки обох підходів вказують на те, що кристалографічна структура матеріалу генетично закладена в кривій зміцнення.

Істотним є те, що згадані параметри зміцнення не залежать від зовнішніх чинників (температури і швидкості деформації). У теорії Трефілова - Моісєєва це виявляється в тому, що показник деформаційного зміцнення *n* залишається незмінним від стадії до стадії, причому ця сталість зберігається у всьому інтервалі температур, де переважає дислокаційний механізм деформації. У теорії Кокса-Мекінга напруження Войса взагалі визначається шляхом екстраполяції експериментальних даних на нульову температуру і нескінченно велику швидкість деформації, внаслідок чого, вплив термоактиваційних процесів на цей параметр автоматично виключаються.

Сталість цих параметрів і їх логічний зв'язок з базовими принципами теорії дислокацій вказують на їх важливу роль в розвитку загальної теорії зміцнення.

# 1.4 Механічна поведінка сильно деформованих матеріалів

# 1.4.1 Роль трансляційних та ротаційних механізмів деформації при формуванні структур сильнодеформованого стану

Найбільш проста модель диспергування зерен при великих деформацій (зокрема ІПД методами) виходить з простих положень що дислокаційна коміркова формується ранніх деформаціях i структура на поступово нанозеренау структуру. Це відбувається через перетворюється постійне зменшення розміру зерна з одночасною акумуляцією розорієтацій між сусідніми зернами. Цей тип моделей запропоновано В. Коксом і Х. Мекігном які описали деформаційну поведінку металів та сплавів в термінах єдиної внутрішньої змінної щільності дислокації. В рамках цього підходу рівняння дислокаційної кінетики

пов'язано з єдиною змінною - повної щільністю дислокацій. Рівняння дислокаційної динаміки записується у вигляді:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{k_0}{bL} - k_2 \rho , \qquad (1.22)$$

де параметр L має розмірність довжини та асоціюється з розміром комірки який визначається довжиною вільного пробігу дислокацій,  $k_0$  – стала величина,  $k_2$  – параметр, що залежить від механізму деформації та змінюється з температурою та швидкістю деформації.

Ця модель добре працює на другій та третій (в класифікації Кокса) стадії деформаційного зміцнення, але значно гірше на четвертій і п'ятій стадіях, які відповідають великим ступеням деформації. Покращення дислокаційної моделі для опису на цих стадіях дано в роботах Н. Муграбі [23], В. Нікса [56], М. Зехетбауера [24, 25, 57] та Ю. Естріна [27, 28] в яких деформаційна структура розглядається як двофазний композит, що складається з тіла комірки та її границі. Повна дислокаційна цільність записується у вигляді вагової суми, що складається з вагового чинника, що характеризує щільність дислокацій в границях  $\rho_w$  та щільності дислокацій в тілі комірок  $\rho_c$ :

$$\rho = f\rho_w + (1 - f)\rho_c, \qquad (1.23)$$

де f – визначає об'ємну частку границь комірок.

Еволюція дислокаційного ансамблю визначається з вирішення диференційних рівнянь для дислокаційної щільності в тілі на границі комірок в припущенні, дії однакового зсувного напруження в обох фазах. Виходячи з цих рівнянь, в роботі [24] пропонується модель, що описує зміну розміру деформаційних структурних елементів із збільшенням деформації. Згідно до цих моделей функція, що описує зменшення розміру комірок із збільшенням деформації досягає насичення, яка визначає мінімально можливий розмір структурних елементів в сильнодеформованому матеріалі. Ю. Естрін [58, 59] і М. Зехетбауера [18, 60, 61] запропонували вдосконалені моделі, що базуються на композиційних принципах запропонованих Н. Муграбі. Вони деталізували еволюцію дислокаційної щільності на границях комірок і внутрішньому об'ємі, врахувавши взаємодію між двома фазами композитів. Якщо моделі М. Зехетбауера постулюється стале значення об'ємної частки границь комірок, то Ю. Естрін підкреслює, що для того, щоб отримати приблизно постійний коефіцієнт зміцнення, ця об'ємна частка повинна зменшуватися на стадії 4.

В огляді [28] присвяченому впливу інтенсивної пластичної деформації на диспергування структури велика увага приділена аналізу експериментальних впливу нанозеренної структури даних, які стосуються на підвищення характеристик міцності в ІПД матеріалах. Зазначається, що такі матеріали як правило характеризуються значно більшою міцністю ніж рекристалізовані. Але при цьому в багатьох випадках збільшення міцності супроводжується також підвищенням пластичності, що за думкою авторів, не відповідає загальним уявленням фізики міцності. В цій роботі наведено багато прикладів механічної поведінки матеріалів, які оброблені різними методами ІПД та демонструють одночасно підвищення міцності і пластичності. Зокрема збільшення пластичності спостерігалося для РКК пресованого алюмінію та дрібнозернистого Al та сплаву АА6016 отриманих багаторазовою прокаткою [62, 63]. В огляді даних, отриманих на алюмінії, М. Маркушев і А. Віноградов [64] дійшли до висновку про відсутність покращення пластичності в незміцненних старінням Al-Mg сплавах таких, як АА5056 [65]. Але ситуація зовсім інша в зміцнених старінням АІ сплавах, які були визнані більш прийнятними для ІПД в сенсі подрібнення структури, яке веде до підвищення міцності з одночасним покращенням опору втомі та пластичності [65-70]. Наприклад, Ровен та інші [71] відзначають значне (25-35%) підвищення границі міцності в різних алюмінієвих сплавах отриманих РККП за різними режимами. Таке збільшення міцності досягається не тільки без втрати пластичності, але і зі збільшенням подовження до руйнування в 1,5 – 2

рази. Аналогічно було відзначено підвищення пластичності в ІПД алюмінію при кімнатній температурі [64].

Значне підвищення пластичності спостерігалось для Mg, отриманого РККП [72–74], яке, вочевидь, виникає завдяки специфічній текстурі, що розвивається при простому зсуві в ГЩУ матеріалі. Рекордне подовження спостерігалось в РККП сплаві Mg ZK60 [75–78] з підвищеною пластичністю. Достатньо хороша комбінація міцності та пластичності на розтяг була досягнута в титані підданому РККП [79].

Базуючись на аналізі рівняння Консидера, Хопель та інші [80, 81] і Вонг [82] запропонували використати бімодальний розподіл зерен. Мікрометричні зерна (розміром більше 1 мкм) розподіляються в матриці ультра-мілких зерен (300нм), що, на їх думку, сприяє отриманню великої рівномірної деформації. В деякому спрощеному варіанті можна вважати, що популяція надмілких зерен відповідає за підвищену міцність, а мікронні зерна дають внесок у пластичність, задаючи необхідне зміцнення для отримання необхідної швидкості зміцнення, яка стабілізує деформацію розтягування та заважає локалізації. Покращення пластичності при розтязі (30% рівномірної деформації та 65% до руйнування) в міді досягнуто холодною прокаткою в рідкому азоті та наступним відпалом при помірних температурах, що веде до бімодального розподілу зерен, як було встановлено в роботі [82]. Розвиток напрямку використання бімодальної структури для покращення рівномірної було здійснено у кількох роботах, хоча в більшості підвищення міцності сягало лише кількох відсотків. Це також підтверджено результатами кількісного моделювання деформаційної поведінки в'язко-пластичних матеріалів [83-84]. Результати моделювання показали важливість варіації зерен за розмірами, яка впливає на механічну поведінку матеріалів з бімодальною зеренною структурою.

Зазначимо, що роль бімодальності в механізмі підвищення пластичності викликала питання в роботах [76, 85]. Автори огляду [28] також зауважують, що хоча велика кількість нових експериментальних даних вказують на позитивну роль бімодальності, цей тип структури не є єдиним для отримання ефекту підвищеної пластичності.

В огляді [28] автори розглядають важливе питання існування мінімального можливого розміру зерна в зразках, отриманих методами інтенсивної пластичної деформації. Вони зазначають, що механізми, які описують фрагментацію зерен, не передбачають отримання нескінченно малих розмірів зерен. Оцінка дислокаційної щільності в рамках рівняння Хольта [86] веде до найменшого можливого оціночного розміру зерна *d*<sub>s</sub>:

$$\frac{d_s}{b} \cong KM\alpha \cdot \frac{G}{\sigma_m}, \qquad (1.24)$$

де  $\sigma_m$  — максимальне можливе напруження, G — модуль зсуву та  $\alpha$  - числова константа зазвичай приблизно 0,5. При K = 10 та  $M \sim 3$ , легко побачити, що навіть для  $\sigma_m$  близькі до теоретичної міцності, остаточний розмір зерна не може бути менше за  $d_s \sim 100$ b. Тобто, середній розмір зерна не може досягати значень в ,,нанодіапазоні,, тобто нижче ніж 100 нм, якщо припусти, що механізм фрагментації зерен за допомогою формування дислокаційних комірок контролює подрібнення зерна.

Згідно [87], у випадку, коли дифузійна акомодація дислокацій в стінках є превалюючим фактором, критичний розмір зерна *d<sub>c</sub>* отримується з виразу:

$$d_c = \left(\frac{D_{GB}b}{\dot{\gamma}}\right)^{1/3},\tag{1.25}$$

де  $D_{GB}$  - дифузія вздовж границь зерен. Критичний розмір зерна  $d_c$  оцінений для кімнатної температури для міді отриманої ІПД сягає 250 нм. Це значення дійсно співпадає із середнім розміром зерна, що знайдено в міді при кімнатній температурі [88, 89].

Серед теоретичних робіт, що присвячені дослідженню мінімального розміру нанозерен деформаційного походження, можна відзначити роботу В.І. Чувільдієва та В.Н. Копилова [90]. В цій роботі на основі аналізу дисклінаційної моделі утворення нанозерен з урахуванням релаксаційних процесів, що відбувається під впливом дифузії, отримано рівняння, яке дозволяє прогнозувати мінімальний розмір нанокристаліту деформаційного походження. Це рівняння має вигляд:

$$(d^*)^{3.5} = \chi \frac{K}{G} \frac{\delta D_b^*}{A_1 \xi \varepsilon_\nu} \frac{G\Omega}{kT}, \qquad (1.26)$$

де d – мінімальний розмір комірки, G – модуль зсуву, T – температура,  $A_l$  – константа моделі,  $\varepsilon_v$ - максимальна швидкість деформації,  $D_b$  – коефіцієнт дифузії,  $\delta$  – товщина границі,  $\Omega$  – атомний об'єм.

Отримана формула позволяє провести розрахунок мінімального розміру комірок. Результати таких розрахунків для деяких матеріалів представлені у таблиці 1.1.

Таблиця 1.1	1 – Мінімальний	розмір комірки	для деяких	металів,	розраховани	Й
з рівняння 1.24						

Мотон	Мінімальний розмір комірки			
Meran	d <sub>експ</sub> , мкм	d <sub>теор</sub> , мкм		
Al	1.3	0.87		
Cu	0.3	0.18		
Ni	0.1	0.12		
Fe	0.1	0.10		

Виконані К.М. Борисовською зі співр. розрахунки мінімального розміру структурних елементів [91] базуються на досліджені взаємодії між дислокаційними стінками з урахуванням динаміки дислокацій. В рамках запропонованої моделі розраховується мінімальна відстань, на якій взаємодія між дислокаційними стінками не приводить до їх руху. В цій моделі розглядається взаємодія двох дислокаційних стінок (рис. 1.11). Якщо напруження при  $\pm L_0/2$ (рис. 1.11, *a*) більша за силу тертя ґратки, дислокації на кінцях стінок будуть рухатися до середини і зшиватися як «блискавка». Випадок, коли стінки вже почали зшиватися представлений на рис. 1.11, *б*.



Рисунок 1.11 – Взаємодія між двома напівнескінченними стінками нахилу

Відзначимо, що стінка 3 вважається нескінченною. Показано, що, якщо стінка не буде нескінченою, характер залежностей буде аналогічним, лише незначно змінюватися абсолютні значення напруження. З розрахунку випливає, що, якщо стінки почнуть «зшиватися» (тобто дислокації вийдуть з положення рівноваги) цей процес не можна зупинити. Якщо стінки розташовані ближче деякої критичної відстані вони зшиються перетворившись в одну. При цьому буде виконуватися співвідношення:

$$\sigma_{xy}\Big|_{x=\pm L_0/2} > \sigma_{tr}, \qquad (1.27)$$

де  $\sigma_{tr}$  - сила тертя

$$\sigma_{x'y1}\Big|_{x'=\pm L_0/2} \cong \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)D} \left[\frac{z^3}{z^4+z^2}\right] \cong \frac{Gbz}{2\pi(1-\nu)D} > \sigma_{tr}.$$
 (1.28)

3 огляду на те, що  $z = y/L_0$  і y = D, звідки  $z = D/L_0$ , одержуємо:

$$\frac{Gb}{2\pi(1-\nu)L_0} > \sigma_{tr} \,. \tag{1.29}$$

З цієї нерівності одержано співвідношення між напруженням тертя ґратки і мінімальною відстанню між стінками:

$$d = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)\sigma_{tr}},\tag{1.30}$$

З рівняння 1.30 випливає, що найменша рівноважна відстань між стінками одного знаку залежить від модуля пружності та векторів Бюргерса матеріалу та зворотно пропорційна напруженню тертя. Підставляючи у рів. 1.30 реальні значення вдається оцінити мінімальну рівноважну відстань між дислокаційними стінками, результати такого розрахунку наведені в таблиці 1.2.

Таблиця 1.2 - Мінімальній розмір комірки для деяких металів, розрахований з рівняння 1.30

Метал	Властивості			Мінімальній розмір комірки
	b, Å	G, ГПа	$\sigma_{tr}, M\Pi a$	D, мкм
Al	4,04	26	3	0,8
Fe	2,88	76,4	20	0,25
Fe+домішки	2,88	76,4	20 0	0,025

Наведені результати розрахунків показують, що отримані значення мінімальної відстані між стінками комірок при наявності лише сили тертя (аналог

сили Пайерлса) співпадають з експериментально спостерігаємими значеннями. Проте, наслідком (рів. 1.28) є можливість урахування факторів, що тим, чи іншим чином збільшують силу тертя кристалічної гратки. Експериментальне підтвердження цих розрахунків отримано М.І. Даниленко із співр. [92], де наведені результати досліджень деформаційної структури приповерхневого шару сталі 65Г, продеформованої протягуванням. Показано що збільшення напруження тертя через взаємодію дислокацій з домішковими атомами зменшує розмір комірок до 20-30 нм.

# 1.4.2 Лінійне зміцнення при великих деформаціях

Класичні теорії деформаційного зміцнення [1, 8, 12] ґрунтуються на зв'язку структурних перебудов, що відбуваються в матеріалі при деформації з параметрами зміцнення, які знімаються з кривої напруження – деформація. Успіхи в даної області стали можливі завдяки тому, що згадані перебудови в матеріалі відбуваються досить інтенсивно, а існуючі методи структурного аналізу (особливо електронна мікроскопія) здатні відчути щонайменші зміни структурного стану. Проте зазначимо, що глобальні структурні перебудови відбуваються переважно на початкових стадіях деформації. Наприклад, для заліза, зростання щільності дислокацій відбувається при деформаціях e = 0 - 0.2, еволюція слаборозорієнтованих комірок при деформаціях е = 0,2 - 0,7, перетворення слаборозорієнтованих комірок в нанозерена при е = 0,7 - 1,0. При великих пластичних деформаціях структурні перебудови в процесі деформації продовжуються, і їх наслідком є значна зовнішня формозміна зразка, але відображення структурних перебудов, що фіксується за допомогою мікроскопа, – мінімальне. Так, наприклад, в армко-залізі при зміні ступеня деформації від e = 1до e = 2 відбувається лише незначна зміна розмірів нанозерен (від 0,25 мкм до 0,21 мкм) без будь-яких змін в їх внутрішній структурі або границь розділу. В цьому випадку на зміну механізму деформації і законів структуроутворення будуть вказувати зміни параметрів деформаційного зміцнення.

Формальне визначення цих параметрів на стадії великих деформацій значно простіше, ніж на початку кривої зміцнення. Якщо для ранніх стадій, де працює параболічне зміцнення, розрахунок коефіцієнтів і показників зміцнення вимагає перетворення координат [1, 8, 12], то при великих деформаціях зв'язок між напруженням і деформацією пропонується описувати простим лінійним законом [17-21]:

$$\sigma_{ucm} = \sigma_n + \theta e \,, \tag{1.31}$$

де  $\sigma_{ucm}$  – істинне напруження,  $\sigma_n$  – напруження в кінці параболічної стадії,  $\theta$  – коефіцієнт зміцнення, e – деформація. По аналогії з пружною деформацією, де також спостерігається лінійний зв'язок між напруженням і деформацією, коефіцієнт  $\theta$  часто називається модулем пластичності. Причина лінійного закону зміцнення, поза сумнівом, криється в механізмах пластичної деформації при її великих ступенях, а величина коефіцієнта зміцнення залежить від умов формування деформаційної субструктури. На жаль, фізичний сенс коефіцієнта лінійного зміцнення доки до кінця не з'ясований, до того ж, існують певні протиріччя в методиках його розрахунку і інтерпретації результатів експериментів. У даному розділі звертається увага на ряд особливостей, які необхідно враховувати при дослідженні цього важливого фізичного параметра.

Як наголошувалося вище, в основу аналізу законів зміцнення при великих деформаціях покладений постулат про лінійний зв'язок між істинним напруженням і деформацією матеріалу. Такий зв'язок експериментально спостерігався багатьма авторами [17-21]. Проте, при зіставленні отриманих результатів виявляється істотне протиріччя в їх інтерпретації. У одних роботах постійність швидкості зміцнення спостерігається для відносного звуження  $\psi$  [17], у інших - для відносного подовження  $\varepsilon$  [18,19] і, нарешті, в третіх [20,21] – для істинної деформації *е*.

Давіденков з співр. [17] одними з перших звернули увагу на лінійний зв'язок між напруження і деформацією при одновісному розтязі. Як міра деформації було вибрано відносне звуження зразка (у тому числі в області шийки) (рис. 1.12). Кут нахилу на лінійній ділянці залежності істинне напруження – відносне звуження вони вперше назвали модулем пластичності. Хоча ілюстрація лінійного зміцнення наводиться для деформації, що визначається відносним звуженням, величину модуля пластичності автори пропонували визначати в термінах істинної деформації з врахуванням виразу  $e = \ln(1/1-\psi)$ , де e – істинна деформація,  $\psi$  – відносне звуження. Природно, в цьому випадку модуль пластичності залежить від ступеню деформації.



Рисунок 1.12 – Графік залежності істинного напруження від звуження: 1 – розрахункова крива, 2 – з врахуванням поправки на розподіл напруження в шийці [17]

Лінійний зв'язок між напруження і деформацією на IV стадії зміцнення (стадії формування нанозерен) постулюється і в кінетичній теорії зміцнення [12, 24]. Прибічники цієї концепції найчастіше посилаються на результати робіт Зехетбауера з співавт. [18, 19], отримані в експериментах на крутіння. Широко обговорювана стадійна крива зміцнення, розраховується в координатах  $d\tau/d\gamma - \tau$ (рис. 1.13). Ця залежність отримана перерахунком діаграми «напруження зсуву т – деформація зсуву  $\gamma$ » (рис. 1.13, *a*), де деформація зсуву береться в умовних координатах. У кінетичній теорії зміцнення зазвичай акцентується увага на постійності швидкості зміцнення при збільшенні напруження в області великих деформацій (рис. 1.13, *б*). Вочевидь, що це можливо лише за умови лінійної залежності напруження від деформації. Особливо відзначимо, що по своїй фізичній і механічній суті поняття відносної зсувної деформації при крутінні близько до поняття відносного подовження. Згідно [93] зв'язок між цими величинами описується наближеним співвідношенням є ~ 0,7*γ*.



Рисунок 1.13 — Криві зміцнення в координатах  $d\tau/d\gamma$  —  $\tau$  Cu 99,95% випробуваної при різних температурах (а) та при різних скоростях (б)[18]

Про лінійний зв'язок напруження і деформації говорять дані ще однієї класичної роботи Г. Лонгфорда [20], в якій представлені результати дослідження структури і механічної поведінки заліза при великих деформаціях. Криві зміцнення (рис. 1.14) побудовані в істинних координатах і демонструють лінійну залежність між напруженням і деформацією. З фізичної точки зору перехід до істинної деформації дозволяє найточніше відображувати процеси, які відбуваються в матеріалі, що деформується, в даний момент часу. Відзначимо, проте, що зміцнення при дуже великих деформаціях автори досліджували з використанням схеми повторного навантаження.

Як видно з наведених прикладів, є значне різночитання в методології визначення величини коефіцієнта лінійного зміцнення. Більш того, описані вище результати значною мірою протирічать один одному. Якщо згідно Давіденкову істинне напруження лінійно пов'язане з відносним звуженням, то враховуючи, що  $e = \ln(1 + \varepsilon)$ , а  $\varepsilon - \psi - \varepsilon \psi = 0$ , ні подовження ні істина деформація лінійний зв'язок з істинним напруженням за такої умови мати не можуть. Те саме стосується даних Зехетбауера, якщо лінійне зміцнення спостерігається на діаграмі навантаження в умовних координатах  $\tau - \gamma$ , то в істинних координатах такий зв'язок спостерігатися не буде.



Рисунок 1.14 – Крива деформаційного зміцнення заліза при великих деформаціях [20]

Відзначимо, що розрахована М. Зехетбауером величина коефіцієнта лінійного зміцнення значно нижча, ніж в роботах Н.Н. Давіденкова або Г. Лонгфорда. Згідно [18], відношення коефіцієнта зміцнення до напруження плину на початку лінійної стадії складає 0,05–0,1, тоді як за даними [20, 21] ця величина складає 0,3 – 0,5. Виявлена різниця в значеннях питомого модуля пластичності – слідство того, що швидкість зміцнення, розрахована нормуванням на відносне подовження при великих деформаціях значно менша, ніж розрахована на одиницю істинної деформації. Таким чином, відмінності в методології розрахунку коефіцієнта лінійного зміцнення впливають на інтерпретацію результатів, особливо, при зіставленні чисельних значень коефіцієнтів зміцнення, отриманих в різних експериментах.

# 1.5 Сучасні методи отримання деформаційної наноструктури

Закони структуроутворення при великих пластичних деформаціях в останні роки викликають підвищений інтерес, оскільки, в сильнодеформованих матеріалах формується розорієнтована коміркова структура, що є, по-суті, нанозеренною структурою деформаційного походження. У зв'язку з цим деформаційні технології можна розглядати як один з найпростіших та доступних методів отримання тривимірних (balk) виробів з наноструктурою.

Як наголошувалося, при великих пластичних деформаціях (e > 1) в матеріалі формується деформаційна нанорозмірна субструктура, елементи якої розгорнуті один відносно одного на чималий кут. Цю безперечну перевагу деформованих матеріалів неодноразово намагалися використовувати в наноматеріалознавстві. Проте вживання традиційних схем деформації (вальцювання, волочіння, екструзія і тому подібне) не дало очікуваного позитивного результату і розкрило цілий ряд проблем. Перш за все, з'ясувалося, що використання великих пластичних деформацій вимагає значних формозмін зразка, які настільки великі, що зразок з перетворюється на двовимірний (в разі вальцювання) або тривимірного одновимірний (екструзія, волочіння). Крім того, одночасно із зовнішнім формозміненням зразка відбувається формозмінення структурних елементів, які стають витягнутими в напрямку подовження зразка, так звана структурна сильнодеформованому текстура. Одночасно, матеріалі В виникає кристалографічна текстура, оскільки при деформації кристалографічні площини прагнуть зорієнтуватися у напрямку максимальний зручному для реалізації пластичного зсуву. Як наслідок, матеріали, отримані в такий спосіб, проявляють властивостей, значну анізотропію механічних ЩО дуже небажано при використанні їх в конструкціях.

Для подолання вказаних недоліків були розроблені нові схеми деформації, вживання яких, разом з розробленими принципами оптимізації структури, привело до виникнення нового напряму в наноматеріалознавстві – створення наноматеріалів методами інтенсивної пластичної деформації (ІПД). Родоначальником цього напрямку слід назвати російського ученого Р.З. Валієва [94-97]. Характерна особливість, використовуваних в ШД схем пластичної деформації, полягає в тому, що основною модою деформації в них є зсув. Використання такої схеми, перш за все, повністю усуває проблему формозмінення зразка. Дійсно, для деформації зразка до e = 1 потрібно або провальцювати брусок з 10 до 3,5 мм, або просто зсунути його на 45°, залишаючи всі лінійні розміри практично незмінними. До того ж, враховуючи принцип Тейлора-Полані при зсуві можна чекати істотного зменшення структурної і кристалографічною анізотропії.

Позитивна роль зсувних деформацій у формуванні механічних властивостей сильнодеформованих матеріалів була продемонстрована ще в середині 50-х років минулого століття, коли було сконструйовано ковадло Бріджмена, пристосування, за допомогою якого під високим тиском здійснюється поворот плоского монетоподібного зразка на чималий кут [98]. У багато чисельних роботах, виконаних на цьому устаткуванні, наголошувалося збільшення механічних властивостей в порівнянні з сильнодеформованими матеріалами, отриманими по традиційних технологіях. Очевидний недолік цієї схеми – дуже малі лінійні розміри зразків або виробів.

Революційними з точки зору переходу від модельних експериментів на ковадлах Бріджмена до напівпромислових виробів і технологій деформаційного наноматеріалознавства слід визнати роботи В.М. Сегала і його учня В.І. Копилова по створенню схеми кутового пресування матеріалу [99-102]. У монографії, присвяченій розробці методів ІПД [99], вони відзначали, що переваги зсувної деформації очевидні, питання полягає лише в тому, як з конструювати захвати, які б змусили матеріал деформуватися зсувом. Вирішення цієї проблеми було вперше запропоноване ними на початку 70-х років минулого століття за допомогою методу рівноканального кутового пресування (РККП). Цей напрямок надалі знайшов свій розвиток в роботах багатьох конструкторів і фахівці в області теорії механіки деформації. Конструктивно ідея Сегала була реалізована в Білоруському механічному інституті.

Процес РККП призначений для створення відносно однорідної пластичної деформації в різних системах матеріалів без істотної зміни поперечного перетину і форми деформованих зразків. Рисунок 1.15 ілюструє принцип реалізації РКУ пресування. Прес-форма складається з двох каналів рівного поперечного перетину, які перетинаються під кутом в центрі робочої частини прес-форми. Зразок поміщається у верхній канал і продавлюється через прес-форму за допомогою плунжера. Кут, утворений двома каналами всередині прес-форми, визначає загальну деформацію зразка за один прохід. Відповідно до ідеології В.М. Сегала ступінь деформації розраховується з виразу:

$$e = Arsh(Nctg\varphi)$$
(1.32)

де N – число проходів,  $\varphi$  – кут повороту каналів.



Рисунок 1.15 – Загальна схема РКК-пресування (а) і схема РКК-пресування, що ілюструє формозміну зразка при деформації (б): ПН – подовжній напрям; НС – напрям зсуву, НГУ – напрям головних подовжень; НГС – напрям головних стиснень

Звернемо увагу на важливу конструктивну особливість прес-форми: форма каналів симетрична відносно осі деформації (квадрат або круг). Це дозволяє довільно повертати зразок при кожному наступному пресуванні [97]. При повторній деформації можливі декілька різних варіантів розташування зразків в прес-формі. При варіанті A зразок не обертається і подальша деформація відбувається в тому ж напрямі. В разі варіанту B зразок перед кожним пресуванням обертається на 90°, причому в разі  $B_A$  обертання здійснюється в один бік, а в разі  $B_C$  – в протилежних. І, нарешті, у випадку C відбувається кантовка зразка на 180°. Різна орієнтація зразків при повторній деформації впливає на протікання процесу зсуву, що в результаті веде до зміни в субструктурі.

Методологія ІПД була далі розвинена українськими ученими, які розробили нову технологію отримання об'ємних наноматеріалів деформаційного походження за допомогою гвинтової екструзії. Цей метод ІПД базується на схемі екструзії з поворотом, розробленою Я.Ю. Бейгельзімером ДОНФТІ НАН України [103, 104] (рис. 1.16), який дозволяє отримувати великі деформації на зразках великих розмірів 30\*50\*90 мм практично не змінюючи їх вихідні розміри.



Рисунок 1.16 – Загальна схема гвинтової екструзії (а) та схематичне зображення приладу (б)

Запропоновані схеми ІПД дозволяють отримати деформовані матеріали з ізотропними зернами з розміром 100–300 нм, які рівномірно розташовані по всьому зразку. Приклад такої наноструктури для міді, отриманої методам інтенсивної пластичної деформації наведено в роботі [105] і представлені на рисунку 1.17. На рис. 1.18 наведено розподіл розорієнтацій цих зерен.



Рисунок 1.17 – Розмір зерен міді, після ІПД-деформації: гвинтова екструзія (а) та РКК-пресування (б)



Рисунок 1.18 – Розорієнтація зерен міді, після ІПД: гвинтова екструзія (а) та РККП (б)

## 1.6 Мегадеформації як метод створення наноструктурного стану

3 наведеного огляду літератури випливає, що питання про структуроутворення та механічну поведінку сильно деформованих матеріалів є настільки ж важливим. наскільки воно є складним, ЯК з точки 30DV структуроутворення, так і с точки зору аналізу механізмів деформації та механічних закономірностей формування властивостей. В великій мірі узагальнюючою в цьому сенсі можна вважати роботу А.М. Глєзера [16]. Він запропонував ввести термін мегадеформації і віднести до них всі деформаційні процеси та схеми, які ведуть до створення наноструктурованого стану. Це формальне визначення окреслює новий науковий напрямок фізики міцності, який з одного боку відокремлює фізичні явища, що є відповідальними за створення наноструктури деформаційного походження, з іншого передбачає вивчення широкого спектру механізму структуроутворення, які відрізняються за рахунок зміни температурно-швидкісних параметрів деформування, різниці в типі кристалічної гратки і, як наслідок, зміни дислокаційних механізмів, зміни схеми деформування з урахуванням впливу зсувної компоненти. Окремим важливим питанням є аналіз процесу структуроутворення в матеріалах зі складною вихідною структурою та за наявності декількох вихідних фаз.

# 1.7 Висновки до першого розділу

1. Існуючі теоретичні моделі та експериментальні дані, що описують деформаційне зміцнення сильно деформованих матеріалів виходять з лінійного зв'язку між напруженням та деформацією:  $\sigma_{ist} = \sigma_{III-IV} + \theta_{IV}e$ . Проте, незважаючи на простий формальний запис рівняння деформаційного зміцнення існують складнощі інтерпретації експериментальних даних:

- електронний мікроскоп не дозволяє вивчати процес структуроутворення in situ при деформації, а лише фіксує результат структурних перебудов post factum.

- існують великі обмеження для побудови кривої зміцнення в області великих деформацій при використанні простих одновісних схем тестування.

- відмінності в методології розрахунку коефіцієнта лінійного зміцнення в експериментах, де задіяні різні схеми навантаження, що впливає на інтерпретацію результатів, особливо при зіставленні значень коефіцієнтів зміцнення.

- відсутні фізичні моделі, що обґрунтовують лінійне зміцнення та дають тлумачення коефіціенту  $\theta_{IV}$ 

2. На момент постановки роботи створені теоретичні моделі зміцнення. Встановлено, що закони взаємодії між дислокаціями при різних ступенях деформації визначають характер кривої зміцнення, а її стадійність пов'язана із зміною механізмів структуроутворення. Процес взаємодії між дефектами безпосередньо в ході пластичної деформації може бути вивчений за допомогою аналізу кривої деформаційного зміцнення, отриманої з експериментів на одновісний розтяг та побудованої в координатах істинне напруження – істина деформація.

3. Для малих та середніх ступенів деформації теорії зміцнення мають інтерпретацію, при великих досконалу структурну деформаціях автори обмежуються констатацією факту про зміну механізму деформації та наявності лінійного зв'язку між напругою та деформацією. Значні експериментальні напрацювання в цьому напрямку підтверджують наявність такого зв'язку. спроби теоретичного обґрунтування такого зв'язку Неодноразові можна розглядати лише, як феноменологічні моделі, які надто складно підтвердити через відсутність прямого дослідження еволюції структурних дефектів при великих деформаціях. Найбільш привабливі ротаційні моделі, що базуються на уявленнях про дисклінаційні механізми деформації поки лишаються надто складними для отримання простого лінійного зв'язку.

4. В цьому сенсі експериментальні напрацювання стосовно умов формування лінійної ділянки зміцнення є важливою складовою в побудові узагальненої теорії зміцнення. Враховуючи це метою роботи є дослідження впливу параметрів

деформації та структурних характеристик на закономірності структуроутворення та характеристики зміцнення сильно деформованих матеріалів.

# РОЗДІЛ 2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

#### 2.1 Вибір матеріалів

Оскільки на даному етапі розвитку матеріалознавства деформованих матеріалів особлива увага приділяється створенню наноструктурних матеріалів на основі заліза та титану і їх сплавів, в якості модельних об'єктів були використані матеріали з титану технічної чистоти (сплав ВТ1-0), армко-заліза та промислових сталей 20Х, на яких були проведені комплексні роботи з дослідження еволюції структури та механічні властивості зразків, продеформованих за різними схемами до різних ступенів деформації.

# 2.2 Використані методи деформаційної обробки

# 2.2.1 Вальцювання

Вихідні зразки деформувались вальцюванням при кімнатній температурі від різної початкової товщини до однакового кінцевого розміру прокатаного листа 4,5 мм. Логарифмічна деформація прокатаних зразків визначалась за формулою  $e = \ln (h_n/h_\kappa)$ , де  $h_n$  та  $h_\kappa$  – відповідно, початкова та кінцева висота зразка, яка для досліджених структурних станів сягала значень деформацій: 1 – 1,51; 2 – 1,21; 3 – 0,82; 4 – 0,43; 5 – 0, 28; 6 – 0,20; 7 – 0,1.

# 2.2.2 Рівноканальне кутове пресування

Зразки мали прямокутну форму 14\*14\*150 мм, яка зберігалася впродовж всього випробування. Експерименти виконувалися на тому ж малолегованому титані. Напрям РККП мінявся після кожного проходу. Зразок був продеформований за 4 проходи при температурі 375 °С. Істинна деформація за кожен прохід складала  $e \sim 1$ , таким чином, сумарна деформація зразків складала  $e \sim 4$ .

# 2.2.3 Гвинтова екструзія

Брусок титанового сплаву ВТ1-0 розміром 30\*50\*90 мм. Був продеформований методом гвинтової екструзії за схемою – 4 проходи при 400°C + 1 прохід при 20°C. Після екструзії з деформованого матеріалу були виготовлені зразки на одновісний розтяг і одновісне стиснення.

### 2.2.4 РККП + вальцювання

Оскільки РККП-зразки демонструють резерв деформаційного зміцнення, представляло інтерес додатково продеформувати їх шляхом низькотемпературного вальцювання. Брусок РККП-титану заввишки 14 мм розрізали на дві пластини 4,6 і 8,4 мм, які потім вальцювалися з кроком 0,2 мм за прохід до товщини 3 мм при кімнатній температурі. У доповненні до РККП-деформації, ступінь деформації після вальцювання для першого зразка складала e = 0,5, для другого e = 1.

# 2.2.5 Асиметрична прокатка

Технологічний процес асиметричного вальцювання, що активує зсувні деформації був розроблений в Челябінському політехнічному інституті під керівництвом професора В.Н. Видріна [106]. Сутність процесу полягає в деформації смуги між валками однакового діаметру, які обертаються з різними швидкостями  $V_2 > V_1$ . До кінців смуги прикладається натягання. При цьому

швидкість заднього кінця смуги автоматично підтримується рівній окружній швидкості  $V_1$  холостого валка, а швидкість переднього кінця – рівній окружній швидкості  $V_2$  ведучого валка. Це призводить до появи протилежно направлених сил контактного тертя, які викликають в пластичної області додаткові зсувні деформації. В ШМ НАН України можливості цієї технології були розширені на випадок вальцювання металевих порошків [107] і сильнодеформованих матеріалів. У нашій роботі ця методика використовувалася для деформації зразків титану. Вальцювання проводили на стані ДУО, використовуючи калібровані валки, які дають можливість здійснити вальцювання як по симетричній, так і асиметричним схемам при однаковому зазорі між валками. Коефіцієнт неузгодження при асиметричному вальцюванні складав 1,25.

## 2.3 Методичні особливості механічних випробувань

Як відзначалось в першому розділі роботи крива зміцнення може бути побудована з використанням простих схем деформації, вживаних для визначення механічних властивостей матеріалів (одновісний розтяг та одновісне стиснення), однак для отримання достовірних результатів існують великі обмеження. При одновісному розтязі це процес шийкоутворення, в результаті якого аналізований зразок простої форми, перетворюється на складну конструкцію, геометричні параметри якої впливають на розподіл напруження в матеріалі.

# 2.3.1 Особливості дослідження істинної кривої зміцнення при розтязі в області шийкоутворення

В області рівномірної деформації значення істинного деформуючого напруження легко розрахувати з урахуванням умов незмінності об'єму з урахуванням співвідношення між рівномірним подовженням і кінцевою площею:

$$\ln(1+\varepsilon) = \ln(S_0 / S_k), \text{ {}_{3Bi}}_{JKH} S_k = S_0 / (1+\varepsilon)$$
(2.1)

Значно складніше розрахувати істинне деформуюче напруження в області шийки. Для цього необхідно використовувати спеціальні методи визначення поточних значень поперечного перерізу в шийці. Існують два найбільш розповсюджених методи – фотометрування та випробування декількох зразків, продеформованих до різних деформацій. Перший метод більш простий, але другий дозволяє співставляти деформацію в шийці зі структурними змінами. В дисертаційній роботі переважно використовується перша схема. Значні ускладнення виникають при розрахунку істинної кривої зміцнення через порушення умов одновісного навантаження через зміну форми зразка, що веде до появи додаткового напруження, яке залежить від радіуса шийки. Вперше це напруження було розраховано Давіденковим в роботі [17]. В подальшому Бріджмен [98] уточнив цей розрахунок і запропонував вираз, який використано в даній роботі. Величина перенапруження визначається з виразу:

$$\sigma_{xy} = \sigma(1 - \beta), \qquad (2.2)$$

де

$$\beta = (1 + 4R/d) [\ln(1 + d/4R)], \qquad (2.3)$$

де *d* – діаметр зразка в шийці, *R* – радіус профілю шийки.

З урахуванням цього уточнення криві зміцнення на стадії шийкоутворення добре апроксимуються лінійною залежністю між істинним напруженням та істиною деформацією.

Одним з найпростіших методів розрахунку параметрів лінійного зміцнення є методика визначення модуля пластичності. В цьому випадку коефіцієнт лінійного зміцнення визначається по аналогії з модулем пружності, як кут нахилу на лінійній стадії зміцнення. З урахуванням лінійного зв'язку при великих деформаціях пропонується обмежувати лінійну ділянку кривої зміцнення моментом шийкоутворення та моментом руйнування. Визначаючи напруження та деформацію в момент шийкоутворення та в момент руйнування з експерименту,

та з'єднуючи ці точки на істинній кривій зміцнення, легко винайти кут нахилу цієї кривої, тобто, модуль пластичності.

На жаль, цей простий метод має значну ваду, пов'язану з хибним твердженням, що момент шийкоутворення співпадає с початком лінійної стадії. Це веде до стрибкоподібної зміни швидкості зміцнення на залежності  $d\sigma/de - \sigma$  при деформації, яка відповідає шийкоутворенню. Згідно Консидеру швидкість зміцнення в момент шийкоутворення дорівнює деформуючому напруженню, тоді як коефіцієнт лінійного зміцнення зазвичай значно менший цього значення [18]. Тому в наступних розділах цей параметр використовується нами лише для порівняльного аналізу.

#### 2.3.2 Особливості дослідження істинної кривої зміцнення при стисненні

При одновісному стисненні істотними виявляються процеси торцевого тертя з боку захватів, які досить швидко починають позначатися на характері розподілу напруження в зразку. Тому крива зміцнення може бути коректно побудована лише в діапазоні деформацій e = 0 - 0,3 з невеликими варіаціями для різних класів матеріалів. В області рівномірної деформації значення істинного деформуючого напруження при стисненні також легко розраховується з урахуванням умов незмінності об'єму з урахуванням співвідношення між рівномірним скороченням і кінцевою площею:

$$\ln(1-\varepsilon) = \ln(S_0 / S_k), \text{ звідки } S_k = S_0 / (1-\varepsilon)$$
(2.4)

Як у випадку розтягу, ці співвідношення добре працюють при малих та середніх ступенях деформації. При збільшенні деформації на торцевих поверхнях зразка виникають сили тертя, спрямовані по радіусах до його центра. В результаті зразок здобуває характерну бочкоподібну форму, а схема напруженого стану ускладнюється Наявність бочки впливає на вигляд умовної діаграми навантаження і проявляється в аномальному підвищені напруження при великих

ступенях деформації. При стандартних співвідношеннях висоти зразка h до його діаметра d: h/d = 1-2 бочка з'являється при стисненні більше ніж на ~ 30%. При менших деформаціях неоднорідність напруженого стану зразка на практиці не враховують. При дослідженні мало пластичних матеріалів або попередньо деформованих зразків, де шийка виникає при надзвичайно малих деформаціях побудова кривих зміцнення за результатами випробувань на стиснення має суттєві переваги.

# 2.3.3 Порівняльний аналіз кривих деформаційного зміцнення при розтязі та стисненні

Проблемі порівняльного аналізу параметрів зміцнення при розтязі і стисненні присвячена велика кількість робіт у зв'язку із так званим SD-ефектом. SD-ефект (stress differential effect) – різниця в значеннях границі плинності при випробуваннях зразків на одновісний розтяг та одновісне стиснення. Цей ефект найчастіше проявляється в дисперсно-зміцнених матеріалах [108]. При переході від пружної до пластичної деформації при одновісному розтязі на частках виникають пори, при одновісному стисненні такі пори відсутні. Наявність SDефекту може проявлятись в матеріалах схильних до міжзеренного руйнування при випробуваннях в діапазоні температур в'язко-крихкого переходу [109]. В інтервалі температур в'язко-крихкого переходу, тріщина, що зароджується на окремій границі перестає бути критичним дефектом і не розповсюджується в сусіднє зерно. Накопичення таких тріщин під час навантаження веде до зменшення границі плинності при розтязі у порівнянні із стисненням.

Слід зазначити, що в усіх досліджених випадках SD-ефект проявляється за наявності мікро неоднорідностей, якщо вище згадані дефекти відсутні, а в матеріалі зберігається однорідний деформаційний стан значення зміцнення повинні співпадати не тільки на границі плинності, але і на всій кривій деформаційного зміцнення.

# 2.3.4 Порівняння кривих деформаційного зміцнення при розтязі та стисненні в широкому діапазоні деформацій

В роботах Крохи [110], присвяченій дослідженню кривих зміцнення вуглецевих сталей методом стиснення були використанні запобіжні заходи, які дозволили значно збільшити критичну деформацію, що відповідає утворення бочки що дозволило отримати істині криві зміцнення більше, ніж до e = 1. Це дозволило нам провести порівняльний аналіз істинних кривих деформаційного зміцнення армко-заліза при одновісному розтязі та одновісному стисненні. З рисунка 2.1 видно, що на ранніх стадіях деформації, де дислокації розподілені рівномірно, криві зміцнення повністю співпадають. При утворені коміркової структури криві зміцнення починають відрізнятися через різну орієнтацію анізотропної коміркової структури відносно вісі прикладення навантаження.



Рисунок 2.1 – Істинні криві деформаційного зміцнення армко-заліза: 1 – стиснення, 2 – розтяг

Наведені дані свідчать про те, що в однокомпонентних полікристалічних металевих матеріалах криві деформаційного зміцнення співпадають на початкових стадіях деформації, коли дислокації розподілені рівномірно і починають різнитися при утворенні анізотропної коміркової структури. Метод випробувань на стиск є перспективним для аналізу кривих деформаційного зміцнення сплавів заліза та титану в литому та деформованому станах.

# 2.4 Аналіз стадійності деформаційного зміцнення наноматеріалів деформаційного походження за допомогою випробувань на стиснення

Як показано в розділі 1.2.4 при параболічному зміцнені матеріалу зв'язок між швидкістю зміцнення і напруженням може бути описаний рівнянням 1.17. Тоді параболічна залежність деформаційного зміцнення при обробці в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  в загальному випадку перетвориться в гіперболу, яку, у свою чергу, слідуючи ідеології розвиненою для ГЦК-металів, можна представити у вигляді трьох прямих ліній. що характеризують різні стадії зміцнення. Розрахунок коефіцієнтів зміцнення для кривої зміцнення ОЦК-металів в координатах  $d\sigma_{ist}/de$  $-\sigma_{ist}$  запропонований в роботі [111] і представлений на рисунку 2.2. Дана крива є обробки комп'ютерної істинної результатом кривої зміцнення заліза, випробуваного на стиснення.



Рисунок 2.2 – Крива зміцнення деформованого заліза перебудованого в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$ 

На кривій видні три яскраво виражених прямолінійних ділянки, які в теорії зміцнення позначаються II, III і IV (оскільки перша ділянка залишена для монокристалів де розмножуються окремі дислокаційні смуги). Друга ділянка –

різкого уповільнення швидкості зміцнення який характерний в ОЦК-металах для структури лісу дислокацій, третя область, де швидкість зміцнення менш круто спадає, характерна для слаборозорієнтованих комірок і нарешті четверта стадія з постійним значенням  $d\sigma_{ist}/de$  характерна для великих ступенів деформації, де формуються нанокристалічні структури.

K – визначається як кут нахилу на прямій  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  на початковій ділянці зміцнення. Параметри  $K_{\Pi}$  і  $K_{\Pi}$  характеризують зменшення швидкості зміцнення відповідно на стадіях що характеризується структурою лісу дислокацій і слаборозорієнтованих комірок.

 $\sigma_v$  – визначається як точка пересічення прямої побудованою в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  на початковій стадії зміцнення з віссю напруження (для другої стадії зміцнення  $\sigma_2$  і  $\sigma_3$  для третьої). Фактично ці точки відповідають напруженню Войса згідно теорії Кокса [12].

*θ*<sub>IV</sub> – модуль пластичності, який характеризує швидкість лінійного зміцнення матеріалу при великих деформаціях.

У роботі [7] виконаної на залізі технічної чистоти, нами було показано, що перегини на кривих розрахованих в координатах  $\sigma_{ist} - e^{1/2}$  і  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  спостерігаються практично при одних і тих же деформаціях. Ці перегини на графіках відповідають зміні структурних станів матеріалу (рис.2.3).



Рисунок 2.3 – Криві деформаційного зміцнення армко-заліза: в координатах  $\sigma_{ist} - e$  (a),  $\sigma_{ist} - e^{1/2}$  (б),  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  (в)

У роботі В.А. Кроха [110] привела криві зміцнення сплавів на основі заліза в широкому діапазоні деформацій. Завдяки використанню спеціальних торцевих мастил, вдалося отримати криві «навантаження – деформація» для широкого діапазону деформацій (до деформацій е ~ 2), До того ж при випробуваннях на стиснення виключаються недоліки кручення – нерівномірний розподіл деформацій по перерізу. Обробка цих кривих, виконана в роботі [7], показала, що істинна діаграма деформаційного зміцнення заліза технічної чистоти є яскраво вираженою параболою (рис. 2.3, *a*). Після обробки цією кривою в координатах  $\sigma_{ist}$  $-e^{1/2}$  (рис. 2.3, б) і  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  (рис. 2.3, в), виявляється стадійність на трьох різних ділянках зміцнення. Значення деформації в точках перегину відповідають переходу від лісу дислокацій до слаборозорієнтованих комірок і від слаборозорієнтованих комірок – до розорієнтованих структур (рис. 2.3, в). На залежності  $\sigma_{ist} - e^{1/2}$  (рис. 2.3, б) колами відмічені точки, в яких спостерігаються перегини на кривій, обробленій в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  (рис. 2.3, *в*). Зірочкою експериментах на відповідає початку позначена яка В розтяг точка, шийкоутворення (для якої значення С = 1). З представлених даних видно, що процес шийкоутворення починається значно раніше, ніж перехід до лінійної стадії зміцнення. Визначений за результатами випробувань на одноосне стиснення параметр С, характеризуючий перехід від параболічної стадії до лінійної для мало-вуглецевого заліза досягає значення С=0,25.

# 2.5 Аналіз стадійності зміцнення сильнодеформованих матеріалів

Результати механічних випробувань сильнодеформованих матеріалів на одновісний розтяг свідчать про те, що через малу рівномірну деформацію їх надзвичайно важко використовувати для аналізу параметрів деформаційного зміцнення. Наприклад, в роботі [112] наведені результаті дослідження на одновісний розтяг титану прокатаного до різних ступенів деформації (від 0,2 до 1,6). З яких видно, що всі зразки демонструють рівномірну деформацію не більше 1–3%.

В роботі запропонований новий підхід до аналізу кривих зміцнення заздалегідь деформованих матеріалів. Суть підходу полягала в тому, що як основний метод випробувань пропонувалося використовувати випробування зразків на одновісне стиснення. При аналізі механічної поведінки деформованих зразків цей метод випробувань має безперечні переваги перед одновісним розтягом, де при дуже малих деформаціях утворюється шийка, і перед крученням, де складність виготовлення об'єкту дослідження утрудняє аналіз впливу структурної і кристалографічної анізотропії.

Результати досліджень показують, що при виконанні найпростіших вимог до зразків на стиснення (паралель торцевих граней) і використовування допустимих співвідношень між шириною *b* і висотою *h* зразка (h/b = 1-1,5) вдається отримати коректні значення параметрів зміцнення в діапазоні істинних деформацій e = 0 - 0,3, що приблизно на порядок більше, ніж при розтязі.

Використовуючи зразки правильної кубічної форми з розміром грані 3 мм, достатньо просто можна проводити порівняльний аналіз механічної поведінки заздалегідь деформованого матеріалу в трьох взаємно перпендикулярних напрямах. Проведені дослідження параметрів зміцнення при стисненні титана, продеформованого вальцюванням до ступенів деформації e = 0,2 - 1,6, в трьох взаємно перпендикулярних напрямках, позначених *X*, *V* і *Z* (рис. 2.4).



Рисунок 2.4 – Схема розташування зразка на стиснення з вальцьованого листа
Обробка результатів досліджень в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  дозволяє визначити швидкість зміцнення матеріалу при заданому ступені попередньої деформації, а при наявність зразків, продеформованих до різних ступенів, достатньо точно відтворювати криву зміцнення в широкому діапазоні деформацій.

Для пояснення цих положень звернемося до рис. 2.5. На рис. 2.5, а наведена первинна крива зміцнення матеріалу (суцільна лінія) і крива зміцнення зразка, заздалегідь продеформованого до деформації *е*<sub>1</sub> (пунктирна крива).



Рисунок 2.5 – Істинні криві зміцнення початкового і заздалегідь деформованого матеріалу (а) та крива зміцнення деформованого титана (e = 1,25) перерахована в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  (б)

Якщо початковий зразок в процесі деформації проходить через всі стадії еволюції структури, досягаючи фіксованого значення зміцнення  $\sigma_1$  при деформації  $e_1$  (рис. 2.5, a), то після розвантаження і повторного навантаження деформуюче напруження  $\sigma_1$  досягається значно швидше, оскільки лише незначний ступінь деформації потрібен для реновації роботи джерел Франка-Ріда. Ділянка діаграми  $\sigma_1 - \sigma_2$ , яка характеризує криву зміцнення заздалегідь деформованого матеріалу в інтервалі деформацій  $\Delta e = e_2 - e_1 = 0,1-0,2$  може бути

апроксимований прямою лінією, нахил якої відповідає швидкості зміцнення матеріалу при ступені деформації  $e_1$ . Перебудова істинної діаграми навантаження деформованого матеріалу в координати  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  або  $d\sigma_{ist}/de - e$  дає інформацію про зміну швидкості зміцнення зразка при його навантаженні. На рис. 2.5,  $\delta$  наведена, перерахована в цих координатах, крива зміцнення титана, заздалегідь продеформованого до деформації e = 1,25. Дана крива є результатом комп'ютерної обробки істинної кривої зміцнення при стисненні зразка у напрямі додатку зусилля при прокатці. На кривій виявляються дві яскраво виражених ділянки: перша – ділянка різкого уповільнення швидкості зміцнення характеризує умови реновації джерел Франка-Ріда, другої з постійним значенням  $d\sigma_{ist}/de$ , характеризує швидкість зміцнення матеріалу при відповідному ступені повторної деформації. По аналогії з класичною теорією зміцнення недеформованих матеріалів нами пропонується характеризувати процес зміцнення заздалегідь деформованого за постійним значення заздалегідь деформованого то теорією зміцнення недеформованих матеріалів нами пропонується характеризувати процес зміцнення заздалегідь деформованого матеріалу трьома параметрами К<sub>III</sub>,  $\sigma_v$  і  $\theta_Iv$ :

*θ*<sub>IV</sub> – модуль пластичності, який характеризує швидкість лінійного зміцнення деформованого матеріалу.

 $K_{\rm III}$  – визначається як кут нахилу на кривій  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  на початковій ділянці зміцнення. З фізичної точки зору параметр  $K_{\rm III}$  характеризує здатність деформованого матеріалу реанімувати умови після процесу розвантаження. Величина  $K_{\rm III}$  пов'язана із швидкістю реновації джерел Франка-Ріда і переходу дислокацій з нерухомого стану в рухомий аж до відновлення умов деформації, які реалізовувалися в зразку до моменту розвантаження.

σ<sub>Ш</sub> – визначається як точка перетину прямої початкової стадії зміцнення з віссю напруження. Формально, ця точка відповідає напруженню Войса в трактуванні теорії Кокса [12].

# 2.6 Аналіз процесу шийкоутворення за допомогою істинної кривої деформаційного зміцнення

Згідно теорії локалізації в момент шийкоутворення виконується рівняння Консидера:

$$d\sigma_{icm} / de = \sigma_{icm}, \qquad (2.5)$$

де  $\sigma_{icm}$  і *е*, відповідно, істинне напруження та істинна деформація. Значення рівномірної деформації можна визначити графічним методом, як точку перетину кривих  $\sigma_{icm} - e$  та  $d\sigma_{icm}/de - e$ .



Рисунок 2.6 – Графічне визначення величини рівномірної деформації: 1– крива зміцнення в координатах  $\sigma_{icm} = f(e), 2 - \sigma_{ict} = d\sigma_{icm}/de = f(e)$ 

Для аналізу чутливості рівномірної деформації до розміру зерна необхідно проаналізувати чутливість до цього параметру кривої деформаційного зміцнення, яка побудована в координатах істинне напруження – істина деформація та її похідної. Зрозуміло, що такий розрахунок може бути проведений як на істинних діаграмах, розрахованих при випробуванні на розтяг, так і на стиснення. В останньому випадку ця характеристика є ефективною, оскільки при стисненні локалізація не відбувається, але, на нашу думку, цей параметр, є важливим, особливо у випробувань малопластичних матеріалів, оскільки схильність до локалізації (deformability) є важливою характеристикою при втомних навантаженнях [102] та в багатьох технологічних операціях [113].

#### 2.7 Висновки до другого розділу

1. Розроблено оригінальну методику обробки кривих зміцнення деформаційних сплавів заліза та деформованого титану при випробуваннях на стиснення. Проаналізовано вплив структури досліджених матеріалів на параметри зміцнення.

2. Запропоновано аналізувати структурну чутливість рівномірної деформації з використанням умови Консидера, проаналізувавши чутливість до цього параметру кривої деформаційного зміцнення, яка побудована в координатах істинне напруження – істина деформація та її похідної.

3. Обґрунтована можливість визначати коефіцієнт лінійного зміцнення безпосередньо з експериментів на розтягування, за значенням так званого модуля пластичності. Його величина розраховується по тангенсу кута нахилу прямого відрізка на істинній діаграмі зміцнення, який сполучає точку з координатами істинного напруження і істинна деформація у момент шийкоутворення точкою, відповідною істинним значенням напруження і деформації у момент руйнування. При значенні C = 1 його величина в точності збігається з параметром  $\theta_{IV}$ .

# ТЕМПЕРАТУРНА ТА СТРУКТУРНА ЧУТЛИВІСТЬ ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ

РОЗДІЛ З

Температура і швидкість деформації – параметри, які найпростіше змінювати в модельних експериментах або технологічних процесах, направлених на оптимізацію деформаційної структури. Оскільки термоактиваційні процеси покладені в основу більшості механізмів пластичної деформації і законів структуроутворення матеріалів, роль чинників, що визначають закономірності температурної та швидкісної чутливості параметрів зміцнення, складно переоцінити.

Як було показано в першому розділі, температура по-різному впливає на закони взаємодії між дислокаціями на різних стадіях деформації, тому дослідження процесу стадійності зміцнення є найважливішим елементом термоактиваційного аналізу. Зокрема, відомий постулат Котрелла-Стокса згідно до якого, тільки у випадку коли при будь-якій ступені деформації відношення  $\tau_1G_2/\tau_2G_1$ змінюється, тоді зміна температури і швидкості деформації впливає на протікання колективних дислокаційних процесів, що формують деформаційну субструктуру. Якщо ж при зміні зовнішніх умов або вихідної структури криві деформаційного зміцнення співпадають, це свідчить про відсутність впливу цих факторів на утворення деформаційної структури. Слід мати на увазі, що температурна чутливість параметрів зміцнення для ГЦК- і ОЦК-металів. Тому закономірності зміцнення ГЦК- і ОЦК-металів доцільно розглянути окремо.

Температурна і швидкісна чутливість кривої зміцнення ГЦК металів аналізувалася багатьма авторами [12-19, 24, 114]. Найдетальніше це питання розглянуте в роботі [12]. Експериментально встановлено, що початкові стадії зміцнення ГЦК-металів (формування структури лісу дислокацій або коміркових структур) не є термоактивованим процесом. Після нормування на модуль пружності швидкість зміцнення не залежить від температури, її величина для всіх матеріалів оцінюється як G/200. В той же час, параметри зміцнення на наступній стадії, що відповідає виникненню слаборозорієнованої коміркової структури, залежать від температури і швидкості деформації, оскільки зміцнення на цій стадії супроводжується динамічним поверненням. Це слідує, наприклад, з аналізу температурної і швидкісної чутливості кривих зміцнення Cu, Al, отриманих Зехетбауером з спів. [18, 19] (рис. 1.13).

Подібні криві зміцнення, отримані для різних ГЦК-металів були узагальнені Коксом [12] в рамках теорії швидкісної чутливості деформаційного зміцнення ( рис. 1.5, 1.7, 1.8, 1.9). Зроблені Коксом узагальнення розглядаються як класичні при описі початкових стадій зміцнення ГЦК-металів.

# 3.1 Вплив температури випробувань на формування кривої деформаційного зміцнення молібдену

Не зважаючи на величезний інтерес до матеріалів деформаційного походження, питання про механізми формування розорієнтованих нанозерен залишається дискусійним. Причина в складності експериментального спостереження структурних перебудов *in situ* при деформації. Основний метод дослідження таких структур – електронний мікроскоп фіксує лише дискретні зміни структури після розвантаження зразків, причому на стадії формування деформаційної наноструктури навіть при значній зміні ступеню деформації спостерігаються лише незначні зміни розмірів структурних елементів.

В цьому випадку криві деформаційного зміцнення стають головним джерелом інформації про процеси, що відбуваються в матеріалі. При великих деформаціях аналіз законів зміцнення істотно полегшується завдяки лінійному зв'язку між напруженням і деформацією [12, 18-26]. Похідна напруження по деформації на цій стадії зберігає постійне значення як в залежності від деформації, так і в залежності від напруження. Оскільки на ранніх стадіях деформації ці залежності складніші, перехід до стадії формування нанаоструктуры легко фіксується, а величини напруження і деформації у момент переходу характеризують механізми структурних перебудов.

На ранніх стадіях деформації особливості зміцнення ОЦК- і ГЦК-металів помітно відрізняється через відмінності в механізмах розмноження дислокацій. Це зумовлює відмінності у формуванні кривих зміцнення в матеріалах з різним типом кристалічної структури [1, 8, 12]. При великих деформаціях відмінності не настільки очевидні: Наявність стадії лінійного зміцнення характерна для матеріалів з різним типом кристалічної решітки [1, 2, 8, 12, 18, 19]. Ступені деформації, при яких відбувається перехід до розорієнтованих структур, і розміри наноструктурних елементів в матеріалів різних класів також досить близькі. Проте, враховуючи відмінності в генезисі структуроутворення на початкових стадіях деформації, резонно чекати відмінностей в механічній поведінці і при великих деформаціях. В дисертаційній роботі звертається увага на ряд таких особливостей.

У роботах, присвячених температурній чутливості деформаційного зміцнення ГЦК-металів зв'язок між швидкістю зміцнення  $d\tau/d\gamma$  при зсуві і напруженням зсуву  $\tau$ , в області переходу від третьої до четвертої стадії зміцнення визначається з експериментів на крутіння міді [18, 19]. Цей зв'язок наочно представлений в роботі Неса [24] у вигляді пунктирної лінії на графіках, що описують температурну чутливість кривих деформаційного зміцнення (рис.3.1, а), перебудованих в координатах  $d\tau/d\gamma = f(\tau)$  (рис. 3.1, б).

З графіків видно, що залежність виявляється дуже простою і описується виразом:

$$d\tau / dy = C\tau \,. \tag{3.1}$$

Величина параметра *C*, визначається, як відношення швидкості зміцнення до деформуючого напруження в точці переходу між стадіями, в експериментах на ГЦК-металах в широкому інтервалі температур випробувань демонструє значення 0,1 [24, 80]. Фізичний зміст (рів. 3.1), викликає великий інтерес, оскільки це рівняння формально визначає умову переходу від стадії слаборозорієнтованих комірок до нанозеренної структури. У роботі [24] дається фізичне трактування цьому рівнянню на підставі аналізу законів структуроутворення на цих двох стадіях і обґрунтовується чисельне значення константи. Цікаво також те, що при значенні C = 1 (рів. 3.1) перетворюється на умову Консідера, що характеризує процес локалізації деформації. Цей парадоксальний факт в цитованих роботах не обговорюється.



Рисунок 3.1 – Схематичні криві напруження – деформація (a) і швидкість зміцнення – напруження (б) для ГЦК-металів [24]

Експерименти, виконані на ОЦК-металах, показують вищі значення параметра *C*, ніж в ГЦК-металах. Лінійна стадія деформаційного зміцнення в залізі була виявлена Давіденковим [17] і Лонгфордом [20] (рис.1.12 та 1.14). У цих роботах особливо підкреслюється, що закономірності деформаційного зміцнення доцільно вивчати на кривих зміцнення, побудованих в істинних координатах.

У роботах [115, 116] ми проаналізували ці експериментальні дані і шляхом нескладного перерахунку встановили, що в обох експериментах значення C = 0,3-0,4. Відзначимо, що, хоча отримане значення коефіцієнта суттєво більше, ніж для ГЦК-металів, воно, все ж, істотно менше одиниці і, отже, при випробуваннях на одновісний розтяг стадія лінійного зміцнення знаходиться далеко за межами області рівномірної деформації. Тому в роботах Давіденкова істині криві навантаження розраховувалися з використанням методики фотографування зразка, а в Лонгфорда використаний метод повторного навантаження.

У роботі В.А. Крохи [110], криві деформаційного зміцнення заліза, з різним вмістом вуглецю розраховувалися за результатами випробування на одновісний стиск. Завдяки використанню спеціальних торцевих мастил, вдалося отримати криві «навантаження – деформація» для широкого діапазону деформацій (до деформацій e = 2), До того ж при випробуваннях на стиснення виключаються недоліки крутіння – нерівномірний розподіл деформацій по перетину. З представлених (рис. 2.3), даних видно, що процес шийкоутворения починається значно раніше, ніж перехід до лінійної стадії зміцнення, Визначений за результатами випробувань на одновісне стиснення параметр C, характеризуючий перехід від параболічної стадії до лінійної для маловуглецевого заліза досягає значення C= 0,25.

Для зіставлення характеру температурної залежності параметрів зміцнення для ГЦК-металів (рис. 3.1) з результатами, отриманими на ОЦК-металах, в роботі [117] нами була досліджена температурна залежність деформаційного зміцнення молібдену, випробуваного на розтяг в діапазоні температур від 20 – 1000 °С і проаналізована чутливість коефіцієнтів зміцнення молібдену на різних стадіях зміцнення в широкому діапазоні температур випробувань. Істинні криві зміцнення, перебудовані в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  представлені на рисунку 3.2.



Рисунок 3.2 – Криві зміцнення молібдену: а – в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  ( $\blacklozenge$  – 20 °C,  $\blacksquare$  – 100 °C,  $\blacktriangle$  – 220 °C,  $\bigtriangleup$  – 330 °C,  $\square$  – 450 °C,  $\blacklozenge$  – 610 °C,  $\diamondsuit$  – 1000 °C); б – нормовані на відносний модуль пружності та границю плинності

У роботах Трефілова і Моісєєва [1, 2], а пізніше Печковського [10, 11], наголошувалося, що проведення термоактиваційного аналізу зміцнення в ОЦКметалах ускладнено тим, що термоактиваційна природа зміцнення виявляється не лише на стадіях розвиненої деформації, як в ГЦК-металах, але набагато раніше, коли формується границя плинності. Оскільки формування границі плинності закінчується на початковій стадії пластичної деформації (при 0,2 % пластичності), а крива деформаційного зміцнення формується при великих деформаціях, виникає оманливе враження, що ці процеси легко розділити по ступеню деформації.

Згідно принципу адитивності, опір руху дислокацій з боку дефектної структури в узагальненому вигляді можна описати трьома доданками:  $\sigma_T = \Sigma \sigma_{1i} + \Sigma \sigma_{2i} + \Sigma \sigma_{3i}$ , де  $\Sigma \sigma_{li}$  – сума вкладів мікромеханізмів зміцнення, які мають термоактиваційну природу,  $\Sigma \sigma_{2i}$  – сумарне пружне поле дальнодіючого напруження від різних перешкод,  $\Sigma \sigma_{3i}$  – сумарний опір, обумовлений структурними параметрами типа границь зерен, субграниць, дисперсних часток і тому подібне, проходження яких не можливо без концентрації напруження.

У перший доданок  $\sum \sigma_{li}$  як основна складова входить напруга Пайерлса-Набарро – опір руху дислокацій з боку кристалічної решітки. Саме наявність цього доданку обумовлює для ОЦК-металів різку температурну залежність границі плинності в області низьких температур (до 0,2 Т<sub>пл</sub>). Напруження Тейлора входить до другої групи доданків  $\sum \sigma_{2i}$ , де опір руху дислокації викликаний пружними полями. Чутливість пружних полів до температури визначається лише чутливістю пружних характеристик, зміна яких з температурою в ОЦК-металах багато менша, ніж зміна границі плинності. Виходячи з цієї логіки, температурна залежність коефіцієнтів зміцнення має бути досить слабкою і визначатися, як і в разі ГЦК-металів, або температурною залежністю пружних констант або процесами колективної взаємодії між дислокаціями.

Проте експерименти говорять про інше. У роботі [1] В.Ф. Моісєєв з співр. при дослідженні параметрів зміцнення молібдену і його сплавів в широкому інтервалі температур показав рисунок 3.3, що практично у всьому дослідженому інтервалі температур відношення коефіцієнта зміцнення  $K_1$  до границі плинності  $\sigma_{02}$  є сталою величиною.



Рисунок 3.3 – Вплив температури на співвідношення параметрів деформаційного зміцнення  $K_1/\sigma_y$  [1]: О – МЧВП (D = 100 мкм); ● – МЧВП (D = 40 мкм); △ – Мо + 4,5% TiN; ▲ – V; ◆ – Fe + 3,2% Si

Цей науковий напрямок був розвинутий в роботах Печковського [6, 10, 11], широкого діапазону деформацій в області параболічного зміцнення ДЛЯ молібденових сплавів. Авторами було продемонстровано що криві зміцнення мають подібний характер в широкому діапазоні температур та деформацій, а коефіцієнти зміцнення змінюються пропорційно границі плинності, не лише на першій стадії деформаційного зміцнення, але і на кількох наступних. Виходячи з цього автор робить висновок, що температурна чутливість кривої зміцнення визначається термоактиваційними процесами, що формують фізичну границю плинності. Згідно до цієї ідеології характер кривої зміцнення визначається лише термоактиваційними процесами, що відповідають за формування температурної чутливості границі плинності, і ніяким чином не обумовлюється процесами що відповідають колективну взаємодію між дислокаціями за при різних температурах. Очевидно що цей висновок потребує додаткового дослідження, оскільки результати структурного аналізу вказують на те що границі структурних станів є чутливими до температури деформації.

Фізична причина різкої температурної залежності коефіцієнтів зміцнення пов'язана з тим, що в перший доданок принципу адитивності окрім сили

Пайерлса-Набарро входить параметр  $\sigma_{\pi}$ , що характеризує опір з боку дислокацій лісу при їх пересіченні рухливими дислокаціями. Оскільки температурна чутливість цього напруження таке ж, як напруження Пайерлса-Набарро, то коефіцієнти зміцнення проявляють чутливість до температури, подібну тій, яка спостерігається для границі плинності.

Відповідно до теорії зміцнення ГЦК-металів [12], при аналізі температурної залежності параметрів зміцнення молібдену в роботі [117] нами було проведено нормування швидкості зміцнення  $\theta = d\sigma_{ist}/de$  на температурну залежність модуля пружності (*E*) молібдену. Проте, оскільки в дослідженому діапазоні температур зміна модуля незначна (не більше 20%) таке нормування не дозволило отримати єдину криву зміцнення, як це має місце для ГЦК- металів [12].

Враховуючи дані В.Ф. Моісєєва, представлені на рисунку 3.3, було проведено повторне нормування параметра, що характеризує швидкість зміцнення при заданій температурі, на величину границі плинності при цій температурі. Для зручності зіставлень нормованих кривих зміцнення коефіцієнти нормувань розраховувалися у відносних одиницях, приведених до границі плинності і модуля пружності, молібдену визначених при кімнатній температури. Таким чином, нормоване значення швидкості зміцнення розраховувалося з вираження:  $\theta^*$ =  $\theta$  ( $\sigma_{02}^{(20)}/\sigma_{02}^T$ )( $E^{(20)}/E^T$ ). Одержані значення відкладалися на осі ординат. Оскільки деформація матеріалу починається вище за його границю плинності, вісь абсцис (рис. 3.2, *a*) також була перетворена шляхом віднімання значення границі плинності ( $\sigma_{02}$ ) молібдену при заданій температурі від величини прикладеного напруження  $\sigma_{0y} = \sigma - \sigma_{02}^T$ .

Криві деформаційного зміцнення молібдену, випробуваного на розтяг в діапазоні температур 20 – 1000 °С, перераховані в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  і представлені на рисунку 3.2, *а*. Параметри зміцнення проаналізовані відповідно до методики, описаної в розділі 2. Як видно з рисунку, як і в разі заліза, розраховані криві мають вигляд гіперболічних функцій. Дещо відрізняється від останніх крива зміцнення, отримана при 20 °С. Ця відмінність пов'язана з тим, що

зразок руйнувався при деформації 20%, тому великі ступені деформації при випробуванні на розтяг цього зразка реалізувати не вдалося.

На рис. 3.2, б представлені нормовані криві зміцнення молібдену, випробуваного в діапазоні температур 100 – 450 °С. Видно, що криві збігаються у всьому діапазоні деформацій. В той же час ретельний аналіз нормованих параметрів зміцнення (табл. 3.1), розрахованих для різних температур, дещо відрізняються.

Таблиця 3.1 – Параметри зміцнення молібдену випробуваних на розтяг при різних температурах

T, °C	σ <sub>02</sub> , МПа	K <sub>II</sub>	K <sub>III</sub>	σ <sub>II</sub> , MΠa	σ <sub>III</sub> , ΜΠa	$\theta_{IV}$
20	400	-	-	-	-	-
100	225	8,1	1,6	420	880	513
220	180	7,6	1,8	420	880	577
330	140	11,6	2,4	380	820	703
450	123	13	2,8	350	720	720
610	85	29	4,9	180	580	941
1000	50	44	10,2	220	400	1277

Значення параметрів коефіцієнтів зміцнення на другій і третій стадіях при кімнатній температурі істотно (у 2-3 рази) вище, ніж при вищих температурах. У той же час в діапазоні температур 100 – 450 °С значення цих параметрів практично однакове. При підвищених температурах 610 – 1000 °C значення коефіцієнтів зміцнення різко зростає. Таким чином, в інтервалі температур (100 – 450 °C) нормовані коефіцієнти зміцнення на другій і третин стадіях не змінюються із зростанням температури. Тобто, в цьому температурному інтервалі механізми колективної взаємодії між дислокаціями, відповідальні за формування дислокаційної субструктури залишаються незмінними. При підвищенні температури вище 450 °C у зв'язку із збільшенням коефіцієнта дифузії вакансій збільшується здатність дислокації до поперечного ковзання, що веде до зміни механізму взаємодії між дислокаціями, і, як наслідок, до зміни коефіцієнтів

деформаційного зміцнення. Фізична природа збільшення коефіцієнтів зміцнення в області низьких температур може бути пояснена активацією гвинтової компоненти дислокацій в ОЦК-металах при низьких температурах [17]. Проте, слід звернути увагу, що при низьких температурах в ОЦК-металах міняється співвідношення між термоактивованими і атермічними складовими у величині границі плинності. Тоді запропоноване нормування на границю плинності для вичленення вкладу термоактивованих процесів, пов'язаних з рухом окремих дислокацій в області низьких температур може бути не коректною.

На жаль, в стандартних високотемпературних випробуваннях на одновісний розтягу неможливо фіксувати формозміну шийки в процесі деформації. Тому для зіставлення отриманих результатів з даними, представленими на рис. 3.1, в області розвиненої деформації була проведена екстраполяція третьої стадії кривої зміцнення (пунктир на рис. 3.2, *a*) до перетину з прямою, що описується співвідношенням 1 (значення C = 0,3 вибрано, опираючись на результати, отримані на залізі). Точка перетину відповідає границі між стадіями. Після неї починається. горизонтальна ділянка, що характеризує швидкість зміцнення на лінійній стадії  $\theta_{IV}$ . Нескладно показати, що температурна залежність параметра  $\theta_{IV}$  подібна до температурної залежності границі плинності.

#### 3.2 Вплив розміру зерна на закономірності деформаційного зміцнення

Неможливість прямого виміру розмірів шийки в процесі деформації при підвищених температурах робить необхідним використання ряду припущень для побудови узагальнених залежностей зміцнення. Експерименти, виконані при кімнатній температурі, дозволяють виключити цей недолік і проводити безперервне фотометрування профілю шийки. Цей прийом був використаний нами в роботах [118, 119, 120] при аналізі кривих зміцнення молібдену в широкому інтервалі деформацій для встановлення структурної чутливості параметрів зміцнення на різних ділянках кривої деформації аж до стадії лінійного зміцнення.

Питання про структурну чутливість кривої зміцнення експериментально роботі [118]. Для досліджувалося нами в дослідження був вибраний малолегований сплав молібдену ЦМ-6 – матеріал, в якому завдяки відсутності фазових перетворень вдається змінювати розмір зерна в широких межах шляхом відпалу при різних температурах. Зразки відпалювали у вакуумній печі при 1300-1700 °С. Розмір зерна змінюється в діапазоні від 13 до 277 мкм. Зразки, що відпалили, були випробувані на одновісний розтягу із записом діаграм навантаження, які перераховувалися в координати: істинне напруження – істина деформація. В області рівномірної деформації перерахунок виконувався по відомих формулах рів. 2.1, які дозволяють перераховувати поточну зміни довжини зразка в зміну площі поперечного перерізу з врахуванням умови незмінності об'єму, що деформується. В області шийки поточна деформація визначалася за допомогою фотографування робочої частини зразка і виміру на відповідних мікрофотографіях розмірів шийки. Поточні значення розміру поперечного перерізу надалі використовувалися для розрахунку істинного напруження і істинної деформації. Отримані таким чином експериментальні криві деформаційного зміцнення молібдену, відпалений що був при різних температурах, представлені на рис. 3.4, а.

Для аналізу чутливості до розміру зерна кривої деформаційного зміцнення, побудованої в координатах істинне напруження – істинна деформація. Треба виділити три інтервали деформації, де значення деформуючого напруження і, як наслідок, її структурна чутливість обумовлені різними механізмами деформації. На початковій стадії пластичної деформації відбувається формування фізичної границі плинності. Згідно з уявленнями, які розвинені в роботах Е.О. Холла та Н.Ж. Петча [121, 122] макроскопічна деформація в полікристалі відбувається внаслідок естафетного механізму передачі ковзання від одного зерна до іншого. Цей механізм активується завдяки концентрації напруження В голові дислокаційного скупчення і спрацьовування джерела Франка-Ріда в сусідньому зерні. Згідно цієї моделі розмір зерна обмежує довжину плоского скупчення

дислокацій, і відповідно, можливу концентрацію напруження в голові скупчення. Структурна чутливість границі плинності описується рівнянням:

$$\sigma_{02} = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}, \qquad (3.2)$$

де  $\sigma_0$  – границя плинності монокристала;  $k_y$  – коефіцієнт пропорційності.



Рисунок 3.4 – Криві деформаційного зміцнення молібдену, що відпалений на різний розмір зерен: а – в координатах  $\sigma_{ist}$  - e; б – в координатах  $\sigma_{dy}$  - e (1 – 277 мкм, 2 – 148 мкм, 3 – 70 мкм, 4 – 46 мкм, 5 – 26 мкм, 6 – 16 мкм, 7 – 13 мкм)

Аналіз експериментальних даних показав, що на першій стадії деформації відповідно до моделі Холу – Петча залежність границі плинності від розміру зерна описується рівнянням:

$$\sigma_{02} = 100 + 0.95d^{-1/2}, \tag{3.3}$$

Друга стадія відповідає інтервалу деформацій, де реалізуються дислокаційні механізми деформаційного зміцнення. На цій стадії для аналізу структурної чутливості параметрів деформаційного зміцнення, від величини істинного деформуючого напруження відняли структурні чинники не пов'язані з розмноженням дислокацій:  $\sigma_{dy} = \sigma - \sigma_{02}$ . Залежність напруження деформаційного зміцнення  $\sigma_{dy}$  від ступеню деформації представлена на рис. 3.4, *б*. Результати

експерименту вказують на те, що ефект впливу розміру зерна на деформуюче напруження збільшується із зростанням ступеню деформації.

Перш, ніж звернутись до фізичних моделей, що описують цей ефект слід пересвідчитись, чи не пов'язане це підвищення з поточним зменшенням поперечного перерізу зерна при деформуванні. В цьому випадку збільшення деформаційного напруження пов'язане зі збільшенням границі текучості на величину, що визначається з рівняння:

$$\Delta \sigma = K_{y} \times d^{-1/2} [(\exp e/4) - 1], \qquad (3.4)$$

Враховуючи результати експерименту дельта буде мати такий вигляд:

$$\Delta \sigma = 0.95 \times d^{-1/2} [(\exp e/4) - 1], \qquad (3.5)$$

На рис. 3.5 внесок цього ефекту позначені пунктиром. Розрахунки показують, що зменшення поперечного перерізу зерна при розтягуванні дещо збільшує деформаційне напруження, проте цей ефект при малих деформаціях не перевищує 10%, а при середніх та великих – 20% від ефекту, що зафіксований в експерименті.



Рисунок 3.5 – Криві деформаційного зміцнення молібдену. Пунктиром визначено внесок ефекту зменшення розміру зерна при деформації

Для аналізу отриманих в роботі експериментальних результатів про структурну чутливість кривої зміцнення полікристалів молібдену доцільно використати деформаційну модель Конрада [123]. Відповідно до цієї моделі структурна чутливість деформуючого напруження до розміру зерна визначається тим, що із зменшенням розміру зерна різко збільшується щільність дислокацій в окремих зернах і, тим самим, збільшується опір плинності. При цьому залежність деформуючого напруження від розміру зерна при будь-якій деформації формально підкоряється рів. 3.2. Проте, за границею плинності структурна чутливість напруження плинності визначається не естафетним механізмом, а особливостями розмноження дислокацій. При аналізі він виходив з адитивності вкладів різних чинників у формування напруження плинності, виділяючи окремим доданкам деформаційне зміцнення  $\sigma_{dy}$ , яке описується рівнянням Тейлора:

$$\sigma_{dy} = \sigma^* + \alpha G b \rho^{1/2}, \qquad (3.6)$$

де  $\alpha$  – коефіцієнт, величина якого різна на різних стадіях, G – модуль зсуву, b – вектор Бюргерса,  $\rho$  – щільність дислокацій,  $\sigma^*$  – вклад в напруження інших структурних чинників. Співвідношення (3.2) витікає з рів. 3.6, якщо при даному ступені деформації щільність дислокацій в матеріалі пропорційна зворотному діаметру зерна. Така залежність щільності дислокацій від величини зерна може бути отримана, якщо вважати, що розмір зерна впливає головним чином на середню довжину вільного пробігу. Виражаючи деформацію у вигляді:

$$e = \rho bs \,. \tag{3.7}$$

де *ρ* – щільність дислокацій; *s* – середня відстань, на яку переміщаються дислокації, і вважаючи в першому наближенні

$$s \approx Cd$$
, (3.8)

де *С* – стала, отримуємо шукану залежність комбінацією рівнянь (3.7) і (3.8):

$$\rho = \rho_0 + \frac{e}{bCd} \,, \tag{3.9}$$

В даному випадку *ρ*<sub>0</sub> – початкова щільність дислокації. Підставляючи значення *ρ* у рівняння 3.6, отримуємо:

$$\sigma_{y} = \sigma^{*} + \alpha Gb \left( \rho_{0} + \frac{e}{bCd} \right)^{1/2}.$$
(3.10)

Виділяючи в рівнянні (3.10) параметр  $\sigma_{\mu}$  – вклад в напругу перебігу вихідних дислокацій

$$\sigma_{y} = \sigma^{*} + \sigma_{\mu} + \alpha G \left(\frac{b}{C}\right)^{1/2} e^{1/2} d^{-1/2}.$$
(3.11)

3 урахуванням  $\sigma_0 = \sigma^* + \sigma_\mu$  приходимо до рівняння, еквівалентного співвідношенню Холла-Петча, при цьому параметр  $K_e$  залежить від ступеню деформації.

$$K_e = \alpha G(b/C)^{1/2} e^{1/2} . \tag{3.12}$$

Важливо, що для цієї стадії характерний параболічний закон зміцнення: напруження деформаційного зміцнення зростає з деформацією пропорційно  $e^{1/2}$ .

Зазначимо, що навколо цієї моделі до нинішнього часу точаться дискусії оскільки вважається, що не встановлені механізми які регулюють зв'язок між щільністю дислокацій і розміром зерна. Протиріччя існують у поглядах на чутливість параметру  $K_e$  від ступеню деформації. В деяких роботах підтверджує аналітичний вираз запропонований Конрадом [123], але у великій кількості робіт ця залежність не підтверджується.

В роботі [124] Ешбі розвинув уявлення про розподіл дислокацій в деформованому полікристалі, розділивши дислокації, що приймають участь в структуроутворенні на статистичні та геометрично необхідні. Це дозволило уточнити погляди Конрада на структурну чутливість параметрів деформаційного зміцнення В цій теорії стосовно полікристалічних матеріалів розглядається питання про особливості пружних полів в області поблизу границі зерен при її деформуванні. Локальне викривлення кристалічної гратки, яке необхідне для передачі деформації від одного зерна до іншого компенсується наявністю геометрично необхідних дислокацій. В цьому випадку компенсація внутрішніх напружень відбувається лише поблизу викривленої ділянки структурного елементу і як наслідок геометричні необхідні дислокації не впливають на зовнішнє деформаційне напруження і тому згідно цієї моделі значення параметра  $K_e$  не повинно збільшуватися із збільшенням пластичної деформації. В якості експериментального підтвердження Ешбі та його послідовники наводять данні Томсона, який продемонстрував різке збільшенням щільності дислокацій поблизу границь зерен, продеформованих до деформацій за межами границі плинності.

Подальший розвиток цих моделей в роботах [125] показав, що, незважаючи безумовно важливу роль геометрично необхідних дислокацій, поблизу цих ділянок існує зона підвищеної щільності статистичних дислокацій, які повинні давати внесок в деформаційне зміцнення. В цьому випадку модель практично вертається до принципів, що запропоновані Конрадом, а рівняння (3.2) передбачає чутливість параметра К<sub>е</sub> до ступеня деформацій. З теоретичних напрацювань роботи [125] випливає, що показник в рівнянні Хола-Петча може збільшуватись від 0,5 до значень 0,8 - 1. В якості експериментального підтвердження їх поглядів автори наводять результати Хансена [126] для початкових етапів деформації (рис. 3.6), які добре узгоджуються з запропонованою ним теорією. Аналізуючи відповідність існуючих теоретичних напрацювань експериментальним результатам автори [125] приходять до висновку, що всі існуючі моделі та їх удосконалення слід розглядати лише наближені або, навіть, як феноменологічні моделі, оскільки існує велика кількість чинників, що впливають на характер експериментальних залежностей.

Стосовно експериментальних напрацювань слід зазначити, що більшість даних отримана для малих ступенів деформації, що не перевищують деформацію шийкоутворення, до того ж, переважно з експериментів повторного навантаження. Коли зразок спочатку розтягується до якоїсь ступеню деформації а після його розвантаження вимірюється границя плинності в повторному експерименті. Дані про структурну чутливість параметрів деформаційного зміцнення в широкому діапазоні деформацій практично відсутні.



Рисунок 3.6 – Залежність одновісного напруження від деформації міді для різних розмірів зерен. Експериментальні результати Хансена [126] – кружки. Штрихові лінії - результати розрахунків методом кінцевих елементів Arsenlis and Parks [127]. Результати, використані в роботі [125] для аналізу впливу статистичних та геометрично необхідних дислокацій на деформаційне зміцнення.

Оскільки модель Конрада добре описує отримані нами експериментальні дані в подальшому саме вона використана нами для трактування отриманих результатів.

Третя стадія – стадія лінійного зміцнення. На цій стадії деформація відбувається по ротаційному механізму. В області великих деформацій структурна чутливість швидкості зміцнення може бути пов'язана з особливою роллю границь в зародженні поблизу них ротаційних дефектів, наприклад, дисклінацій по механізму, запропонованому Перевезенцевим в роботі [128]. Про особливу роль границь свідчать також дані роботи Саліщева з співр. [129], де зафіксована зміна розорієнтації в велико-кутових границях при формуванні поблизу них деформаційних дефектів з великою розорієнтацією.

Обидва приклада вказують на провідну роль границь в зародженні дисклінаційних дефектів. На жаль, в рамах дисклінаційної моделі доки не існує строгого вирішення проблеми про структурну чутливість зміцнення. Проте, вплив розміру зерна на швидкість зміцнення на лінійній стадії можна передбачити в рамках кінетичної моделі, яка використовується для аналізу закономірностей зміцнення при великих деформаціях [12, 114]. Зв'язок між швидкістю розмноження дислокацій і швидкістю зміцнення виражається у вигляді:

$$\sigma \frac{d\sigma}{de} = \frac{(\alpha Gb)^2}{2} * \frac{d\rho}{de}.$$
(3.13)

Кінетика розмноження дислокацій визначається умовою:

$$\frac{d\rho}{de} = \frac{\beta}{bd} + k_f \rho^{1/2} - k_a \rho, \qquad (3.14)$$

де  $k_f$  – коефіцієнт, який визначає інтенсивність розмноження дислокацій на дислокаціях лісу,  $k_a$  – коефіцієнт анігіляції гвинтових дислокацій.

Тоді з врахуванням рів. 3.13 і 3.14 можна зробити висновок, що швидкість деформаційного зміцнення збільшується із зменшенням розміру зерна. Дослідження впливу розміру зерна на основний параметр кінетичної теорії –

швидкість зміцнення доцільно проводити в координатах  $\frac{d\sigma}{de} = f(d^{-\frac{1}{2}})$ .

Для всіх ступенів деформації, структурна чутливість деформаційного зміцнення апроксимується залежністю подібною до рівняння Хола -Петча:

$$\sigma_{\partial y} = \sigma_{0e} + K_e d^{-1/2}, \qquad (3.15)$$

де індекс «е» вказує на чутливість параметрів, які входять в це рівняння, до ступеню деформації. Експериментальна залежність параметра  $\sigma_{0e}$  від ступеня деформації екстраполюється параболою  $\sigma_{0e}=550 \ e^{1/2}$ . Ця залежність характеризує криву деформаційного зміцнення матеріалу з нескінченно великим розміром зерна (тобто  $d^{-1/2} \rightarrow 0$ ).

Згідно теорії Конрада (рів. 3.12) між параметрами  $K_e$  і  $e^{1/2}$  існує лінійний зв'язок. Наведені експериментальні залежності дозволяють визначити числові значення коефіцієнтів пропорційності між  $K_e$  і  $e^{1/2}$ . Графік залежність  $K_e = f(e^{1/2})$ представлений на рис. 3.7. Він має два інтервали, в межах яких ця залежність носить лінійний характер і третій інтервал, де лінійний закон порушується. Границі між інтервалами відповідають границям структурних станів в молібдені. Перехід від першої ділянки до другого відбувається при деформаціях, що відповідають переходу від структур лісу дислокацій до слаборозорієнтованих комірок, а від другого до третього – при деформаціях, що відповідають переходу від слаборозорієнтованих комірок до розоорієнтованих. Для перших двох ділянок характерний механізм трансляції деформації і параболічне зміцнення, для третього – ротаційний механізм деформації і лінійне зміцнення.



Рисунок 3.7 – Залежність коефіцієнта  $K_e$  від ступеню деформації в координатах  $K_e - e^{1/2}$ 

Зміна кута нахилу при переході від першого до другої ділянки зв'язана, із зміною коефіцієнта α у рівнянні Тейлора. Структурна чутливість деформаційного зміцнення для першої ділянки описується виразом:

$$\sigma_I = 550e^{1/2} + 1,02e^{1/2} * d^{-1/2}, \qquad (3.16a)$$

для другої ділянки кривої зміцнення:

$$\sigma_{II} = 550e^{1/2} + \left[0,45+0,75(e^{1/2}-0,43)\right]d^{-1/2}.$$
(3.166)

Наявність двох ділянок принципова для фізичного трактування отриманих результатів, проте, враховуючи незначну зміну параметра *α*, для спрощення апроксимації експериментальних даних обоє ділянки об'єднано єдиною залежністю:

$$\sigma_{I-II} = 550e^{1/2} + 0.9e^{1/2}d^{-1/2}.$$
(3.16b)

Тоді з врахуванням напруження на границі плинності структурна чутливість деформуючого напруження на перших двох стадіях виразиться у вигляді:

$$\sigma = 100 + 0.95d^{-1/2} + 550e^{1/2} + 0.9e^{1/2}d^{-1/2}.$$
(3.17)

У цьому рівнянні перший доданок характеризує напруження тертя гратки, другий згідно моделі Холла-Петча – здатність границь до реалізації естафетного механізму передачі ковзання, третій – визначає закон параболічного зміцнення в матеріалі з нескінченно великим розміром зерна і, нарешті, четвертий – характеризує структурну чутливість деформуючого напруження на параболічній стадії зміцнення.

Аналіз структурної чутливості швидкості зміцнення на третій стадії показав, що залежність між швидкістю зміцнення і зворотнім розміром зерна близька до лінійної (рис. 3.8). Це підтверджує доцільність використання кінетичної дислокаційної моделі для опису законів зміцнення на цій стадії. Коефіцієнт, який характеризує вплив розміру зерна на швидкість зміцнення, може бути взятий з апроксимації цієї залежності:

$$d\sigma/de = 200 + 1,58d^{-1/2}.$$
 (3.18)

Для того, щоб погоджувати параболічну і лінійну частини кривої деформаційного зміцнення візьмемо до уваги, що перехід від однієї стадії до іншої відбувається при деформації, для якої виконується умова рівності швидкостей зміцнення на параболічній і лінійній стадіях. Для визначення цієї деформації, візьмемо похідну від рів. 3.17 по деформації і прирівняємо її до рів. 3.18:

$$(225+0,45d^{-1/2})e^{-1/2} = 200+1,58d^{-1/2}, (3.19)$$

звідки

$$e_{III-IV} = (225 + 0.45d^{-1/2} / 200 + 1.58d^{-1/2})^2.$$
(3.20)

Підставляючи значення *е<sub>II-III</sub>* в рів. 3.17 можна розрахувати напругу *σ<sub>III=IV</sub>* відповідає переходу від другої до третьої стадії для різних розмірів зерен. Результати розрахунків приведені в таблиці 3.2.



Рисунок 3.8 – Залежність між швидкістю зміцнення та розміром зерна на стадії формування розорієнтованих нанозерен для різних ступенів деформації, %: □★-40, ◆ -45, ● -55, ■ -65, ● -75, ◆ -80

Таким чином, рів. 3.17 і 3.18 визначають структурну чутливість деформуючого напруження на різних стадіях деформаційного зміцнення. Рівняння 3.20 погоджує процеси зміцнення на другій і третій стадії, що дозволяє отримати єдину залежність деформаційного зміцнення.

Враховуючи відсутність масштабних обмежень відносно розглянутих механізмів деформації в широкому діапазоні розмірів зерен, отримані

експериментальні залежності були екстрапольовані на малі і великі розміри, що дало можливість побудувати теоретичні криві зміцнення для широкого діапазону розмірів зерен. Обробка результатів за допомогою комп'ютерних програм дозволила визначити параметри зміцнення, що наведені в табл. 3.2, та проаналізувати їх структурну чутливість. Результати розрахунків добре узгоджуються з експериментальними даними.

Таблиця 3.2 – Розраховані значення параметрів зміцнення для різних розмірів зерен

<b>D</b> , м×10 <sup>-6</sup>	<b>d</b> <sup>-1/2</sup> , M <sup>-1/2</sup>	( <i>e</i> <sub>III-IV</sub> ) <sup>1/2</sup>	e <sub>III-IV</sub>	<b>б</b> <i>т-и</i> , МПа	<i><b>θ</b><sub>IV</sub>,</i> МПа	<b>е</b> <sub>рівн</sub> ,%	С
$\infty$	0	1,375	1,89	856	200	66	0,24
1000	31,6	1,15	1,33	799	250	57,7	0,31
70	119	0,84	0,71	769	388	40,9	0,50
46	147	0,79	0,62	778	432	37,8	0,55
26	196	0,71	0,50	803	509	33	0,63
13	277	0,62	0,39	864	638	28	0,73
5	447	0,52	0,28	1024	906	22,3	0,88
3	577	0,48	0,23	1162	1112	20	0,95
2	707	0,45	0,20	1305	1317	21,3	1
1	1000	0,40	0,16	1640	1780	26,9	1,08
0,225	2108	0,345	0,12	2950	2570	34,9	1,19

### 3.3 Структурна чутливість рівномірної деформації

Останніми роками активно дискутується питання про можливість реалізації великої рівномірної деформації в наноматеріалах деформаційного походження. Підставою для такої дискусії послужила робота Р.З. Валієва з соавт. [130], у якій було показано, що в деяких матеріалах (титан і мідь), продеформованих методами інтенсивної пластичної деформації (ІПД) різко зростає подовження. Надалі в роботі [97] ці результати були узагальнені у вигляді схеми, представленої на рис. 3.9, з якої видно, що у ряді випадків обробка за схемами ІПД дозволяє отримати поєднання великого деформаційного зміцнення і високої пластичності (подовження).



Рисунок 3.9 – Узагальнена залежність границі плинності від відносного подовження в деформованих матеріалах різних класів [97]

I хоча ці результати неодноразово відтворювалися багатьма авторами [102, 131], можливість реалізації цього ефекту залишається дискусійною. Фахівці в області структурної інженерії конструкційних матеріалів, аргументують свої сумніви перевіреною роками тезою, що із зменшенням розміру зерна величина рівномірної деформації повинна зменшуватися. Розробники деформаційних технологій як аргумент наводять добре відомий факт, що в сильнодеформованих матеріалах стадія рівномірної деформації практично відсутня (не перевищує 1-2%).

Тому в роботі [120] на підставі аналізу структурної чутливості кривих деформаційного зміцнення ми продемонстрували принципову можливість реалізації ефекту підвищення пластичності при малих розмірах зерен і показали, що матеріали отримані методами ІПД, демонструють особливу механічну поведінку, яка дозволяє реалізувати цей ефект в наноструктурних станах деформаційного походження.

Відповідно до теорії локалізації, величина деформації, яка відповідає початку шийкоутворення, визначається з рівняння Консидера (рів. 2.5).Значення величини рівномірної деформації можна визначити графічно по точці перетину кривих  $\sigma_{ist}$  - *e* і  $d\sigma_{ist}/de$  - *e*. Отже, для аналізу впливу того або іншого структурного параметра на величину рівномірної деформації необхідно проаналізувати структурну чутливість до цього параметра істинних кривих деформаційного зміцнення. Це положення повною мірою відноситься до залежності рівномірної деформації про чутливість до розміру зерна, яку можна проаналізувати на підставі інформації про чутливість до розміру зерна кривої деформаційного зміцнення, побудованої в координатах істинне напруження – істинна деформація.

Для розрахунку величини рівномірної деформації і її залежності від розміру зерна в молібдені ми скористалися уявленнями Консидера, згідно з якими, рівномірна деформація алгебраїчно визначається з рівняння Консидера а геометрично – точкою перетину кривої деформаційного зміцнення і її похідної. Алгоритм розрахунку рівномірної деформації для будь-якого розміру зерна зводиться до визначення кривої зміцнення, здобуття похідної від неї, і визначення точки перетину цих двох залежностей. На рисунку 3.10 наведені розрахункові залежності кривих зміцнення і їх похідних для різних розмірів зерен. Точка перетину відповідає значенню рівномірної деформації для експериментальних і теоретичних залежностей.

Побудовані по запропонованому алгоритму залежності рівномірної деформації від розміру зерна (рис. 3.11) демонструють збільшення цієї величини в зразках з малим розміром зерна. Розрахунки показують, що при певних співвідношеннях між зміцненням на границі плинності і коефіцієнтом лінійного зміцненням, при великих ступенях деформації, значення рівномірної деформації може істотно збільшуватися при зменшенні розміру зерна. Положення точки перетину залежить від виразів, які характеризують структурну чутливість зміцнення.



Рисунок 3.10 – Визначення значення рівномірної деформації графічним методом для різних розмірів зерен: а – 76, б – 46 мкм, в – 13 мкм, г – 3 мкм, д – 1 мкм, е – 0,25 мкм



Рисунок 3.11 – Структурна чутливість рівномірної деформації в широкому діапазоні розмірів зерен

Як видно з приведених графіків при великих розмірах зерна точка перетину знаходиться на ділянці, де параболічна залежність (крива зміцнення) перетинається з гіперболою (похідна) рисунок 3.10, *а-г.* В цьому випадку, при зменшенні розміру зерна спостерігається зменшення рівномірної деформації. При малих розмірах зерен момент шийкоутворення відповідає точці перетину лінійної залежності (крива зміцнення) і постійної величини (похідна) рисунок 3.10, *д-е.* В цьому випадку, значення рівномірної деформації істотно збільшується із зменшенням розміру зерна.

Розрахункові залежності рівномірної деформації від розміру зерна можуть бути отримані з рівнянь, що визначають структурну чутливість деформаційного напруження та її похідної на параболічній та лінійних стадіях. Для параболічної стадії структурна чутливість деформаційного напруження визначається рівнянням (3.17) та її похідної. Умова Консидера виконується коли значення напруження дорівнює похідній, тобто:

$$100 + 0.95d^{-1/2} + 550e^{1/2} + 0.9e^{1/2}d^{-1/2} = (275 + 0.45d^{-1/2})e^{-1/2}.$$
 (3.21)

Розділяючи змінні отримуємо зв'язок між розміром зерна та деформацією, що відповідає моменту шийкоутворення на параболічній стадії у вигляді:

$$d = \left(\frac{0,45e^{-1/2} - 0,9e^{1/2} - 0,95}{100 + 550e^{1/2} - 275e^{-1/2}}\right)^2.$$
(3.22)

Для лінійної ділянки кривої зміцнення відома структурна чутливість її похідної рів. 3.18. Для визначення структурної чутливості деформаційного зміцнення візьмемо інтеграл від цієї залежності:

$$\sigma = \int (200 + 1.58d^{-1/2}) de = (200 + 1.58)e + const.$$
 (3.23)

Щоб визначити константу в рівнянні 3.23 проекстраполюємо експериментальні лінійні ділянки кривих деформаційного зміцнення рис 3.4, *б* на нульове значення деформації як показано на рис. 3.12.



Рисунок 3.12 – Екстраполяція лінійної стадії кривих деформаційного зміцнення для визначення константи в рівнянні 3.23

З отриманих даних видно, що const = 300 МПа. Тоді враховуючи залежність границі плинності від розміру зерна рівняння 3.12 кінцевий вираз для структурної чутливості напруження на лінійній стадії зміцнення запишеться у вигляді:

$$\sigma = 100 + 0.95d^{-1/2} + (200 + 1.58d^{-1/2})e + 300.$$
(3.24)

Тоді з урахуванням умови Консидера структурна чутливість рівномірної деформації на лінійній ділянці зміцнення може бути визначення з рівняння:

$$100 + 0.95d^{-1/2} + (200 + 1.58d^{-1/2})e + 300 = 200 + 1.58d^{-1/2}.$$
(3.25)

З цього рівняння знаходимо зв'язок між рівномірною деформацією та розміром зерна у вигляді:

$$e = \frac{-200 + 0.68d^{-1/2}}{200 + 1.589d^{-1/2}}.$$
(3.26)

Графічне відображення залежностей на параболічній (крива 1) та лінійній ділянці кривої (крива 2) представлено на рис. 3.13.

Щоб зрозуміти яка з гілок наведених залежностей буде відповідати значенню рівномірної деформації, до цих залежностей на рис. 3.13 додамо залежність від розміру зерна деформації що відповідає переходу від параболічної ділянки кривої до лінійної ділянки кривої (крива 3). Зрозуміло що нижче кривої 3 деформаційне зміцнення підкорюється параболічному закону вище лінійному. Тобто зліва від точки перетину рівномірна деформація від розміру зерна змінюється за кривою 1 а правіше від точки перетину – за кривою 2.



Рисунок 3.13 – Розрахункові залежності структурної чутливості рівномірної деформації для: 1 – параболічної ділянки (рів. 3.22); 2 – лінійної ділянки (рів. 3.26); 3 – розрахункова залежність від розміру зерна деформації що відповідає переходу від параболічної до лінійної стадії кривої (рів. 3.20)

Зрозуміло, що отримана розрахункова результуюча залежність повністю співпадає з результатами отриманими графічно з використанням рівняння Консидера.

Таким чином, збільшення рівномірної деформації із зменшенням розміру зерна в наноструктурованих матеріалах може розглядатися як досить вірогідне явище. Наявність або відсутність цього ефекту значною мірою пов'язана з різною структурною чутливістю параметрів зміцнення на різних ділянках кривої зміцнення. Ще одним чинником, що впливає на структурну чутливість рівномірної деформації, є характер кривої деформаційного зміцнення. Як випливає з результатів експерименту, збільшення рівномірної деформації відбувається в тому інтервалі розмірів зерен, де точка перетину, відповідає реалізації умови Консидера, переміщається з параболічного на лінійну ділянку. Згідно теорії Моісєєва-Трефілова, показник параболічного зміцнення в рівнянні Конрада n = 1/2 характерний лише для матеріалів з ОЦК-граткою, тоді, як для інших типів граток цей параметр збільшується, наближаючись до 1 із зменшенням енергії дефектів упаковки матеріалів. Відповідно до даних роботи [8] цей параметр для міді і титану дорівнює відповідно 0,96 і 0,92. Це значно збільшує вірогідність отримання великої рівномірної деформації саме в сплавах на основі цих металів. Згідно даним Валієва [130] і інших авторів [82, 131] саме ці матеріали демонструють аномально високу деформацію в наноструктурному стані, отриманому методом ШД.

# 3.4 Про влив границь зерен на перехід від трансляції до ротаційного механізму деформації

Серед завдань фізики міцності питання про еволюцію структури в процесі деформації є не лише найбільш актуальним, але і найскладнішим. Проблема полягає в тому, що візуалізація зміни структури в макрозразку, що деформується, практично неможлива, а структура, яка фіксується в електронному мікроскопі після розвантаження, не відповідає реальній картині із-за процесів повернення. На жаль, слід констатувати, що ці проблеми істотно ускладнюються при переході до великих ступенів деформації. Широко використовуваний для дослідження малих і середніх ступенів деформації покроковий аналіз структурних перебудов, для великих деформацій виявляється мало ефективним із-за незначних змін в деформаційній наноструктурі.

Аналіз структурної чутливості кривих деформаційного зміцнення дозволяє досить точний визначити інтервал деформації, де відбувається перехід від

механізмів трансляцій деформації до ротаційних. М. Зехетбауер [18, 19] і Е. Нес [24] використовували результати механічних випробувань для дослідження впливу умов навантаження (температури і швидкості деформації) на зміну механізму деформації (рис. 3.1). У наших роботах [119, 120] за допомогою кривих деформаційного зміцнення вивчений вплив розміру зерна на характер кривої зміцнення і схильність до формування деформаційної наноструктури.

Грунтуючись на існуючих уявленнях про те, що перехід до ротаційного механізму відповідає початку стадії лінійного зміцнення [12, 20], і визначаючи цю точку з умови рівності швидкості зміцнення на параболічній і лінійній стадіях (третя і четверта стадія – згідно прийнятої класифікації). За рівняннями 3.19 та 3.20 можна визначити положення цієї точки на кривій зміцнення для кожного розміру зерна і проаналізувати структурна чутливість деформуючої напруження  $\sigma_{III=IV}$  і ступеню деформації е<sub>III-IV</sub>, відповідних зміні механізму деформації (табл. 3.2).

Представивши ці дані у вигляді графіків (рис. 3.14), можна виявити, що деформація, відповідна переходу від параболічного до лінійного зміцнення досить сильно зменшується із зменшенням розміру зерна (рис. 3.14, *a*). При цьому деформуюче напруження, навпаки, різко збільшується (рис. 3.14, *б*, крива 1), проте, це збільшення визначається не дислокаційними ефектами, а лише зростанням границі плинності. Величина деформаційного зміцнення, визначувана з умови  $\sigma_{dy} = \sigma - \sigma_{02}$ , практично не залежить від розміру зерна (рис. 3.14, *б*, крива 2). Оскільки зв'язок між величиною деформаційного зміцнення і щільністю дислокацій визначається рівнянням Тейлора (рів. 1.5), можна зробити висновок, що незалежно від розміру зерна перехід до ротаційного механізму відбувається при однаковій щільності дислокацій.

Величина деформації, відповідної переходу від параболічного до лінійного зміцнення, досить сильно зменшується із зменшенням розміру зерна (рис. 3.14, *a*). При цьому критична щільність дислокацій в матеріалах з малим зерном досягається значно швидшим, ніж в крупнокристалічних Таким чином, збільшення щільності границь сприяє прискоренню процесу структурних перебудов, і, як наслідок, досягненню критичної деформації, необхідної для зміни механізму деформації.



Рисунок 3.14 – Залежність від розміру зерна величини деформації (а) і напруження (б) при яких відбувається перехід від параболічного зміцнення до лінійного: 1 – деформуюче напруження, 2 – напруження деформаційного зміцнення  $\sigma_{dy}$ 

Про особливу роль границь в активізації ротаційних механізмів деформації свідчать дані роботи Г.А. Саліщева зі співробітниками [129], де зафіксована зміна розорієнтовки велико-кутових границь при формуванні поблизу них ротаційних дефектів. Слід також звернути увагу на те, що перехід від параболічного зміцнення до лінійного відбувається в досить вузькому діапазоні деформацій. Причиною швидкої зміни механізму деформації може бути те, що існуючі ротаційні дефекти провокують зародження нових джерел ротації. Сарафанов і Перевезенцев [128, 132] показали, що у присутності дисклінацій відбувається впорядкування довколишньої дислокаційної структури з утворенням полігонізаційних стінок.

У публікаціях Е.М. Борисовської з соавт. [133], присвячених дослідженню структурних перебудов в матеріалі, що деформується, методом дислокаційної динаміки, була розглянута робота дислокаційного джерела в полі дії дислокацій лісу. Оскільки залежно від співвідношення компонент напруження дислокації, що діє, здатні або ковзати, або переповзати, джерело Франка-Ріда може працювати в двох різних режимах: генерувати ріle-up або створювати полігонізаційні стінки. Така модель дозволила нам в роботі [134] проаналізувати вплив параметрів дисклінаційного дефекту і його положення відносно границь на еволюцію дислокаційної структури в сусідньому зерні, а також на зміну силових і енергетичних характеристик дислокацій, рухомих під дією прикладеного напруження.

При моделюванні методом дислокаційної динаміки використовували наступні параметри моделі: модельний матеріал – молібден, його модуль пружності E = 290 ГПа, модуль зсуву G = 190 ГПа, вектор Бюргерса  $b = 3,14 \cdot 10^{-10}$  м. Напруження тертя гратки (напруження Пайерлса) 5 МПа. Розмір модельного кристала 10000*b*. Дисклінація поблизу границі зерна представляється як висококутова дислокаційна стінка з різною кількістю дислокацій: 10, 70 і 100, вона може бути нахилена до границь зерна під кутами 0,  $\pi/8$  і  $\pi/4$ .

Напруження прикладалося, як показано на рис. 3.12 і збільшувалося покроково із швидкістю 5•10<sup>4</sup> МПа/с. Якщо напруження на дислокаційному джерелі перевершувала напруження Пайерлса, то джерело розблоковувалося і емітувало пару дислокацій. Всього в зерні розташовувалося 6 джерел, з них 3 емітували дислокації в площині прикладання навантаження, а 3 – в перпендикулярній площині (рис. 3.15).



Рисунок 3.15 – Схема модельного кристала
Дислокаційне ковзання відбувалося по двох системах ковзання, розташованих під кутом 90° одна до іншої. Частота моніторингу поточного положення дислокацій вибиралася так, щоб за час між двома вимірами дислокація встигала пройти відстань 2*b*, під дією максимальної прикладеної напруги. Деформація розраховувалася, як загальне переміщення дислокацій, які ковзають в площині *x*:  $\varepsilon = b\rho L$ , де  $\rho$  – щільність дислокацій, L – відстань вільного пробігу дислокації.

Наявність в модельному кристалі границі зерна вимагає обліку в силовому балансі сили зображення. В цьому випадку сумарне напруження, яка діє на кожну дислокацію, складається з наступних компонент: зовнішнього напруження ( $\sigma_v$ ); напруження власних сил зображення ( $\sigma_{ims}$ ); напруження з боку інших дислокацій ансамблю ( $\sigma_i$ ) і їх сил зображення ( $\sigma_{imi}$ ):

$$\sigma = \sigma_{v} + \sigma_{ims} + \sum_{i} (\sigma + \sigma_{im}), \qquad (3.27)$$

$$\sigma_i = -\sigma_{11} \cos\beta \sin\beta + \sigma_{22} \sin\beta \cos\beta + \sigma_{12} (\cos^2\beta - \sin^2\beta), \qquad (3.28)$$

де:

$$\sigma_{11} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{y(3x^2+y^2)}{(x^2+y^2)^2}$$
  

$$\sigma_{22} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{y(x^2-y^2)}{(x^2+y^2)^2}$$
  

$$\sigma_{12} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{x(x^2-y^2)}{(x^2+y^2)^2},$$
(3.29)

β – кут між векторами Бюргерса дислокацій [135]. Оскільки моделювалося велике зерно, бралися до уваги сили зображення лише від одної границі, поряд з якою розташовується дисклінація.

Швидкість дислокацій розраховувалася, як лінійна функція діючого напруження [136]. Залежно від того, яка компонента напруження, діючого на дислокацію, виявлялася більше, дислокація або ковзала, або переповзала з швидкістю:

$$V = V_{\tilde{n}} \sigma \,, \tag{3.30}$$

де

$$v_{\tilde{n}} = \frac{D_s b}{kT}, \qquad (3.31)$$

де  $D_s$  – коефіцієнт самодифузії,  $\sigma$  – діюче напруження.

Розрахунки показали, що у тому випадку, коли число дислокацій п в дисклінаційому дефекті не дуже велике (від 10 до 70), присутність дисклінації істотно не впливає на формовану дислокаційну структуру: дислокації рухаються в площині ковзання, створюючи плоскі нагромадження. На рис. 3.16, *а* приведена дисклоккаційна структура, що формується за наявності дисклінаційної стінки, що містить 10 дислокацій. За наявності потужної дисклінації (n = 100) змінюється механізм генерації дислокаційних пар: дислокації починають переповзати відразу з моменту їх емісії джерелом. Джерела швидко розблоковуються після появи чергової пари дислокацій, що веде до створення і швидкого зростання полігонізаційних стінок в сусідньому зерні (рис. 3.13, *б*). Їх незначний вигин обумовлений взаємодією між стінками, що утворилися.

Зміна механізму формування дислокаційної субструктури відбувається, коли кількість дислокацій в дисклінації досягає 70. За наявності такого дефекту джерела рівно імовірно можуть емітувати ковзаючі і переповзаючі пари дислокацій. В цьому випадку найяскравіше виявляється вплив положення дисклінації відносно границі зерна. При малих кутах відхилення від нормалі, наприклад на кут  $\pi/8$  (рис. 3.16, *в*), дислокаційна структура, що утворилася, формується як ковзаючими, так і переповзаючими дислокаціями. Хаотичний розподіл дислокацій, характерний для випадку, представленого на рис. 3.16, *а* змінюється утворенням полігональних стінок, проте, в даному випадку ці стінки малопотужні і складаються з одиничних і порівняно далеко розташованих дислокацій. При великих кутах відхилення дисклінації від нормалі, наприклад на кут  $\pi/4$  (рис. 3.16, *г*), формуються яскраво виражені полігональні стеки великої

потужності, помітний вигин яких обумовлений наявністю дисклінаційного дефекту, розташованого під кутом.

Рисунок 3.16 – Еволюція дислокаційної структури в процесі навантаження при різних потужностях дисклінацій: а – кут 0, n=10; б – кут 0, n=100; в – кут  $\pi/8$  n = 70; г – кут  $\pi/4$ , n = 70

Таким чином, процес зародження дисклінаційних стінок різко прискорюється за наявності границі зерна. Оскільки схильність до утворення стінок зменшується в міру їх віддалення від границь, для відновлення роботи даного механізму в сусідньому зерні необхідно, аби його границя знаходилася як можна ближче до тієї ділянки, де розташований дисклінаційний дефект. В цьому випадку розвиток ротаційного механізму деформації відбуватиметься по своєрідному естафетному механізму: зерна полікристала послідовно залучатимуться до цього механізму деформації, причому це відбуватиметься тим раніше, чим ближче один до одного розташовані границі, інакше кажучи, чим менший розмір зерна.

Наведені в таблиці 3.2 результати дозволяють розрахувати значення коефіцієнту C (рів. 3.1), який по аналогії з методикою, запропонованою в [24] визначається із співвідношення  $d\sigma/de_{IV} = C\sigma_{III-IV}$ .

Результаті вказують на те, що деформація яка відповідає переходу від параболічного до лінійного зміцнення зменшується зі зменшенням розміру зерна, що пов'язано з активізацією дисклінаційного механізму деформації при зменшенні розміру зерна. Графік структурної чутливості цього параметра наведений на рис. 3.17. З представлених результатів виходить, що значення параметра C сильно залежить від розміру зерна. Для зерен великих розмірів (сотні мікрон) значення параметра C знаходиться в межах 0,3 – 0,5, для середніх розмірів (десятки мікрон) – в межах 0,6 – 0,8 і для нанозерен може досягати величин більше одиниці.



Рисунок 3.17 – Залежність коефіцієнта С від розміру зерна молібдену

З даних, наведених в таблиці 3.2 видно, що при розмірі зерна меншому за 3 мкм деформація, що відповідає переходу від трансляційного до ротаційного механізму стає меншою за деформацію шийкоутворення, тобто перехід до

лінійного зміцнення відбувається ще на стадії рівномірної деформації. Це особливо важливо для зразків, що випробуються на одновісний розтяг, оскільки з'являється можливість визначати коефіцієнт лінійного зміцнення безпосередньо з експериментів на розтягування, за значенням так званого модуля пластичності. Його величина розраховується по тангенсу кута нахилу відрізку прямої на істинній діаграмі зміцнення, який поєднує точку з координатами істинне напруження і істина деформація в момент шийкоутворення з точкою, що відповідає істинним значенням напруження і деформації в момент руйнування. При значенні C = 1 значення модуля пластичності в точності збігається з параметром  $\theta_{Iv}$ . Цей результат буде використаний нами в подальшому при аналізі деформаційного зміцнення наноматеріалів деформаційного походження.

## 3.4.1 Розрахункові криві зміцнення для широкого діапазону деформацій та розмірів зерен

Суперпозиція рівнянь, що описують структурну чутливість зміцнення дослідженого матеріалу рів. 3.3, 3.16, 3.17, та 3.23, дозволяють побудувати узагальнюючі розрахункові криві зміцнення для широкого діапазону деформацій та розмірів зерен. На рис. 3.18, *а* наведені залежності деформуючого напруження від ступеню деформації для різних розмірів зерен на ній пунктирною лінією позначена залежність напруження, що відповідає переходу від третьої до четвертої стадії від ступеню деформацій. На рис. 3.18, *б* представлена залежність напруження від ступеню деформації. На рис. 3.18, *б* представлена залежність напруження від ступеню деформації. На рис. 3.18, *б* представлена залежність напруження від ступеню деформації. На рис. 3.18, *б* представлена залежність напруження від ступеню деформації. На рис. 3.18, *б* представлена залежність напруження від ступеню деформацій. На кожній кривій вказані точки, що відповідають моменту шийкоутворення та переходу від третьої до четвертої стадії.

Дані обох графіків перераховані в координатах Кокса-Мекінга, і результати цих розрахунків наведені на рис. 3.19, *а* та *б* для деформуючого напруження та напруження деформаційного зміцнення, відповідно.



1-0,5 мкм; 2-1 мкм; 3-2 мкм; 4-5 мкм; 5-13 мкм; 6-70 мкм; 7-277 мкм

Рисунок 3.18 – Узагальнені розрахункові криві зміцнення деформуючого напруження (а) та напруження деформаційного зміцнення (б) від ступеню деформації для різних розмірів зерен • - ромби на кривих зміцнення відповідають переходу від третьої до четвертої стадії від ступеню деформації, • - кола відповідають моменту шийкоутворення.



1 - 0,5 мкм; 2 - 1 мкм; 3 - 2 мкм; 4 - 5 мкм; 5 - 13 мкм; 6 - 70 мкм; 7 - 277 мкм

Рисунок 3.19 – Розрахункові залежності в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  для деформуючого напруження (а) та напруження деформаційного зміцнення (б)

На рис. 3.19, *а* в точці перетину бісектриси з відповідною кривою визначаються значення деформуючого напруження та швидкості зміцнення під час шийкоутворення. Точка переходу від трансляційного до ротаційного механізму деформації відповідає перетину гіперболи та горизонтальної лінії. Якщо з'єднати ці точки, як це зроблено в роботі Неса [24] та порівняти положення отриманої лінії з гіперболою, можна визначити при якому розмірі зерна лінійне зміцнення починається до моменту шийкоутворення.

Як відзначалось раніше, перехід відповідає розміру зерна 3 мкм. Нарешті, діаграми на рис.19, б демонструють зв'язок між деформуючим напруженням та деформаційним зміцненням в молібдені з різним розміром зерна. Видно, що криві розташовані практично одна під одною, оскільки перехід від третьої до четвертої стадії відбувається при практично однаковому деформаційному напруженні, оскільки, відповідно до Тейлора, цей перехід відбувається при однаковій щільності дислокацій, але, як було показано раніше, ця щільність дислокацій в матеріалах з різним зерном досягається при різній деформації.

## 3.5 Вплив кількості вуглецю на криві зміцнення феритних сталях

Для аналізу впливу вуглецю на формування кривих зміцнення у феритних сталях нами були використані результати досліджень В.А. Крохи [110], де приведені криві деформаційного зміцнення заліза з різним вмістом вуглецю, випробуваного на одновісний стиск по спеціальній методиці. Були вибрані криві зміцнення, отримані на сталях, що містять 0,02; 0,13; 0,22, 0,51 і 1,05 вуглецю (рис. 3.20). По аналогії з методологією, використаною в попередньому розділі, на напруження-деформація (рис. 3.20, *a*) виділена істинних кривих стадія деформаційного зміцнення. Для цього із значення деформуючого напруження відняла величина границі плинності. Перебудовані таким чином криві деформаційного зміцнення представлені на рис. 3.20, б.

Для більш детального дослідження нами було проведено розрахунок параметрів зміцнення для сталей з різним вмістом вуглецю в рамках моделі моделі Кокса – Мекінга. Графіки залежності наведені на рис. 3.21. Результати розрахунків параметрів зміцнення наведені в табл. 3.3.



Рисунок 3.20 – Криві деформаційного зміцнення заліза з різним вмістом вуглецю % :1 – 0,02, 2 – 0,13, 3 – 0,22, 4 – 0,51, 5 – 1,05 побудовані в координатах  $\sigma_{ist}$  - e (a) та  $\sigma_{\partial y}$  – e (б)



Рисунок 3.21 – Криві зміцнення сталей з різним вмістом вуглецю при стиску в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$ : 1 – 0,02% C; 2 – 0,07% C, 3 – 0,13% C, 4 – 0,51% C

З наведених даних можна зробити висновок, що підвищення вмісту вуглецю в сталях феритного класу впливає на величину границі плинності але параметри зміцнення на всіх трьох стадіях лишаються практично не змінними, тобто закони структуроутворення при деформації, що відбуваються у вуглецевих сталях, і впливають на закони деформаційного зміцнення в усіх випадках проходять у більш м'якій феритній матриці. Феритна матриця як відомо в усіх випадках має однаковий хімічний склад саме тому всі сталі демонструють практично однаковий закон деформаційного зміцнення.

Таблиця 3.3 – Результати розрахунків параметрів зміцнення сталей з різним вмістом вуглецю

	Сталь при випробуваннях на стиснення з різним вмістом							
Параметри	вуглецю							
зміцнення	0,02 ат.	0,07 ат.	0,13 ат.	0,51ат.				
	%С	%С	%С	%С				
K <sub>II</sub>	9.0	12.7	8.6	16.5				
K <sub>III</sub>	2.7	3.0 2.6		2.3				
σ <sub>II</sub> , ΜΠa	450	500	550	710				
σ <sub>III</sub> , MΠa	600	675	730	900				
$\theta_{IV}, M\Pi a$	230	180	240	260				
σ <sub>02</sub>	210 250		280	430				
$\sigma_{II}$ - $\sigma_{02}$	240	250	270	280				
$\sigma_{\text{III}}$ - $\sigma_{02}$	390	425	450	570				

Аналіз кривих зміцнення показує, що вуглець впливає на зміцнення сталі як при формуванні границі плинності, так і на стадії деформаційного зміцнення. Проте при деформаційному зміцненні його вплив виявляється значно слабкіше. Про це, зокрема, свідчать дані представлені на рис. 3.22 у вигляді залежності величини деформуючого напруження і деформаційного зміцнення при 20% деформації від кількості вуглецю в сталях. Залежність деформуючого напруження від вмісту вуглецю знаходиться набагато вище і проходить значно крутіше, ніж аналогічна залежність деформаційного зміцнення.



Рисунок 3.22 – Залежність напруження плину при *e* = 20% від вмісту вуглецю: ● – деформуюче напруження σ; ■ – напруження деформаційного зміцнення σ<sub>dy</sub>

Для аналізу впливу вуглецю на параметри зміцнення на стадії формування деформаційної наноструктури була побудована залежність швидкості лінійного зміцнення від кількості вуглецю в сталі. Представлена на рис. 3.23 залежність свідчить про те, що швидкість лінійного зміцнення трохи збільшується зі збільшенням вмісту вуглецю.

Таким чином, представлені дані говорять про те, що збільшення вмісту помітно впливати вуглецю повинне на формування деформаційної не Цe підтверджується багаточисельними дослідженнями наноструктури. деформованої структури заліза і сталі. Наприклад, в класичних роботах Лонгфорда з соавт. [20, 21] приведені результати електронної мікроскопії сильно продеформованого заліза і вуглецевих сталей, з яких виходить, що, не дивлячись на істотну відмінність хімічного складу, розмір структурних елементів після деформації в обох випадках практично збігається.



Рисунок 3.23 – Залежність між швидкістю зміцнення і вмістом вуглецю на стадії формування розорієнтованих нанозерен

Здається, що такий висновок протирічить концепції корисних домішок, розвиненим С.А. Фірстовим з сотр. [137]. Насправді, ніякого протиріччя немає. У розглянутому нами випадку вуглець в сталі зосереджена переважно в перлиті, роль якого в зміцненні обмежується підвищенням границі плинності [110]. Кількість вуглецю у фериті практично незмінно і складає згідно діаграмі розчинності приблизно 0,04%. Саме зміцнення феритної матриці відповідальне за формування кривої деформаційного зміцнення і, як наслідок, за закони конструювання наноструктури в сталях.

У теорії корисних домішок передбачається, що домішка взаємодіє з дислокацією безпосередньо у момент старту, підвищуючи потенційний бар'єр і, тим самим, збільшуючи силу тертя гратки. Тоді розмір структурного елементу, що формується, можна розрахувати по формулі:

$$L_{\min} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)\sigma_{tr}} , \qquad (3.32)$$

де *L<sub>min</sub>* – мінімальний розмір між стінками комірок, ν – коефіцієнт Пуассона, σ<sub>tr</sub> – сила тертя гратки.

Якщо вважати, відповідно [136], що такий механізм підвищує силу тертя гратки в залізі з 20 до 200 МПа, то можна чекати зменшення розмірів нанозерен з 250 до 25 нм. Враховуючи величезну кількість дислокацій, що беруть участь в процесі деформації і структуроутворенні, такий механізм може виявитися ефективним лише за наявності такої ж великої кількості вільних домішок в матеріалі. Враховуючи, що при розмірі в 20 нм об'єм, який займають границі, складає приблизно 50% від загального об'єму матеріалу, досить проблематично створити матеріал, що містить таку кількість домішок [138]. Проте, необхідні умови можна реалізувати або у відкритих системах, де «підкачка» домішок відбувається із зовні [92], чи за умов реалізації надвеликих (до e = 7) ступенів деформації [92]. У першому випадку в умовах поверхневої деформації домішки з атмосфери висаджується на дислокації і переносяться нею всередину матеріалу, звільняючи місце для наступної дислокації і наступної порції домішок. В результаті в приповерхневому шарі формується деформаційна наноструктура. Такий ефект було продемонстровано в роботі Н.І. Даниленко з співр. [92]. Розмір структурних елементів в поверхневому шарі в цьому випадку складає 20-30 нм (рис. 3.24). Глибина такого шару складає 1 - 1.5мкм, ЩО визначається відповідними параметрами дифузії домішок в досліджуваному матеріалі.



Рисунок 3.24 – Структура приповерхневого шару сталі Г65, продеформованої вальцюванням

В другому випадку домішки в феритну матрицю потрапляють з цементиту, який поступово розчиняється при надвисоких (*e* > 4) ступенях деформації. Такий ефект спостерігали на вуглецевій сталі в роботах [139-141]. Розмір структурного елементу зменшувався до 10 нм, а міцність тонкого дроту сягала 7000 МПа.

Враховуючи сказане вище, виявлене в даній роботі незначне підвищення параметрів зміцнення в сталі зі збільшенням вмісту вуглецю, можна пояснити з деяким збільшення розчинності вмісту вуглецю у фериті за рахунок руху дислокацій і взаємодією їх з перлітними колоніями. Проте цього додаткового вуглецю явно не вистачає для істотного зменшення розміру структурних елементів в деформованій сталі.

#### 3.6 Висновки до третього розділу

1. Для кривих деформаційного зміцнення молібдену, випробуваного на розтяг в діапазоні температур 20 – 1000 °С, перерахованих в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  показано, що нормування швидкості зміцнення на модуль пружності і границю плинності і віднімання від величини деформуючого напруження границі плинності при заданій температурі дозволяє звести всі криві деформаційного зміцнення до єдиної залежності.

2. В інтервалі температур 100 – 450 °С нормовані коефіцієнти зміцнення *K*<sub>II</sub>, *K*<sub>III</sub>,  $\theta_{IV}$  не змінюються із зростанням температури. Тобто, в цьому температурному інтервалі механізми колективної взаємодії між дислокаціями, відповідальні за формування дислокаційної субструктури залишаються незмінними.

3. При підвищенні температури вище 450 °С у зв'язку із збільшенням коефіцієнта дифузії вакансії збільшується здатність дислокацій до поперечного ковзання, що веде до зміни механізму взаємодії між дислокаціями, і, як наслідок, до зміни коефіцієнтів деформаційного зміцнення.

4. Деформація що відповідає переходу від параболічного до лінійного зміцнення досить сильно зменшується зі зменшенням розміру зерна. Деформуюче напруження, навпаки, різко збільшується із зменшенням розміру зерна, проте, це збільшення визначається не дислокаційними ефектами, а лише зростанням границі плинності.

5. Величина деформаційного зміцнення, визначена з умови  $\sigma_{dy} = \sigma - \sigma_{02}$ , практично не залежить від розміру зерна. З врахуванням рівняння Тейлора можна зробити висновок, що незалежно від розміру зерна перехід до ротаційного механізму відбувається при однаковій щільності дислокацій. При цьому критична щільність дислокацій в матеріалах з малим зерном досягається значно швидше, ніж в крупнокристалічних.

6. Процес зародження дисклінаційних стінок різко прискорюється за наявності границі зерна. Розвиток ротаційного механізму деформації відбувається по естафетному механізму. Зерна полікристала послідовно залучаються до цього механізму деформації, причому це відбувається тим раніше, чим ближче один до одного розташовані границі, інакше кажучи, чим менше розмір зерна.

7. При зменшенні розміру зерна деформація, що відповідає переходу від трансляційного до ротаційного механізму стає меншою за деформацію шийкоутворення, тобто перехід до лінійного зміцнення відбувається ще на стадії рівномірної деформації. Це важливо для зразків, що випробуються на одновісний розтяг, оскільки з'являється можливість визначати коефіцієнт лінійного зміцнення на розтяг за значеннями модуля пластичності.

8. Структурна чутливість рівномірної деформації визначається чутливістю до розміру зерна кривої деформаційного зміцнення і її похідної по деформації. Характер залежності  $\varepsilon_{pagh} = f(d)$  обумовлюється структурною чутливістю параметрів зміцнення на різних стадіях деформації і при певних співвідношеннях між цими параметрами рівномірна деформація може збільшуватися із зменшенням розміру зерна.

#### РОЗДІЛ 4

## ВПЛИВ ПОПЕРЕДНЬОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ФОРМУВАННЯ КРИВОЇ ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ

Безперечним є факт, що пластична деформація є найбільш ефективним методом отримання тривимірних виробів з наноструктурою. Така структура спостерігається в шийці зразка, випробуваного на одновісний розтяг або у виробах. продеформованих вальцюванням, куванням, волочінням і тому подібне. Наявність нанозерен позитивно впливає на підвищення міцності, проте структурна і кристалографічна анізотропія, що проявляється в поступовому вибудовуванні площин легкого ковзання у напрямі пластичної деформації, веде до зниження схильності до зміцнення при збільшенні деформації і не дозволяє реалізувати високі значення зміцнення при великих деформаціях. До того ж, спадкова текстура проявляється в зразках з наддрібним зерном, отриманого відповідають шляхом відпалу при температурах, шо раннім сталіям рекристалізації.

При аналізі закономірностей шийкоутворення в попередньо деформованому матеріалі виходитимемо з відомого постулату механіки деформування про співпадіння деформуючого напруження в матеріалі у момент його розвантаження і після повторного навантаження. Якщо повторне навантаження відбувається після малої попередньої деформації  $\varepsilon < \varepsilon_{pigh}$ , умова Консидера не виконується ( $\sigma_{ist} < d\sigma_{ist}/de$ ), тоді  $\varepsilon_{de\phi} = \varepsilon_{pigh} - \varepsilon_1$ .

У випадку, коли попередня деформація велика:  $\varepsilon > \varepsilon_{\text{рівн}}$  виконується співвідношення  $\sigma_{ist} > d\sigma_{ist}/de$  процес шийкоутворення повинен починатися практично відразу. В цьому випадку наявність незначної рівномірної деформації ~1% пов'язаний з необхідністю реновації джерел Франка – Ріда. Так само поводяться прутки, стрічки, листи і інші вироби, які продеформовані по технологіях холодної деформації. Деякі відмінності в механічній поведінці матеріалів цих класів пов'язані з анізотропією кристалографічної і дислокаційної

субструктури, яка виникає при формозміненні виробів, продеформованих по цих технологіях.

Для аналізу кривих зміцнення попередньо деформованих матеріалів запропоновано новий підхід (див. розділ 2) суть якого полягає в тому, що як основний метод випробувань пропонувалося використовувати випробування зразків на одновісне стиснення. При аналізі механічної поведінки деформованих зразків цей метод випробувань має безперечні переваги перед одновісним розтягом, де при дуже малих деформаціях утворюється шийка, і перед крученням, де складність виготовлення об'єкту дослідження утрудняє аналіз впливу структурної і кристалографічної анізотропії.

## 4.1 Випробування на одновісний розтяг вальцьованого титана

Вказані особливості зміцнення сильнодеформованих матеріалів виявляються і при їх випробуваннях на розтяг на стадії шийкоутворення. Номінальні криві зміцнення при розтязі досліджених титанових сплавів представлені на рис. 4.1. З графіків видно, що всі зразки мають достатньо малу область рівномірної деформації, оскільки в них достатньо швидко досягається умова Консидера, яка відповідає умові утворення шийки:  $d\sigma_{ist}/de = \sigma_{ist}$ . Подальше утворення шийки повинне йти тим швидше, чим менше швидкість зміцнення деформованого матеріалу. Враховуючи, що випробування проводилися у напрямі X (рис. 2.4), слід було чекати, що швидкість локалізації повинна зростати із збільшенням ступеня деформації. Дійсно, з рис. 4.1 видно, що швидкість утворення шийки (яка обернено пропорційна загальному подовженню зразка до руйнування) істотно збільшується при збільшенні попередньої деформації від 0,2 до 0,8, проте при подальшому збільшенні деформації швидкість утворення шийки істотно сповільнюється.

Цей на перший погляд парадоксальний факт знаходить достатньо просте пояснення з урахуванням анізотропії шийкоутворення у вальцьованому титані. Шийка всіх зруйнованих зразків має форму еліпса, мала вісь якого розташована вздовж осі Ү. Таким чином, шийкоутворення зразка відбувається в основному за рахунок стиснення зразка в напрямі Ү. Як буде показано далі, швидкість зміцнення при стисненні в цьому напрямі збільшується при переході до великих деформацій, що і приводить до уповільнення процесу шийкоутворення.

Перш за все звернемо увагу на деякі особливості первинних діаграм навантаження деформованого титану, представлених на рис. 4.1, *а*. Ці діаграми мають досить коротку ділянку інтенсивного зміцнення, на стільки ж коротка ділянка слабкого зміцнення з виходом навантаження на насичення, в зв'язку з чим в матеріалі реалізується мала рівномірна деформація. З іншого боку, стадія шийкоутворення і ділянка локалізації деформації розтягнуті в порівнянні з рекристалізованими матеріалами, діаграма навантаження яких представлена на рис. 4.1, *б*.



Рисунок 4.1 – Особливості первинних діаграм навантаження титану: попередньо деформованого до різних ступенів деформації (а) і вихідний стан (б)

Стандартні механічні характеристики зразків титану, попереднью деформованого вальцюванням до ступенів деформації  $e_{прок}$  представлені у табл. 4.1, а їх залежність від ступеню деформації – на рис. 4.2. Звернемо увагу на досить різку зміну границі плинності  $\sigma_{02}$  і границі міцності  $\sigma_B$  при малих і середніх ступенях деформації і відносно слабку зміну при великих попередніх деформаціях (e > 0,6) (рис. 4.2, a). Величина рівномірної деформації  $\varepsilon_{pien}$  (рис. 4.2,  $\delta$ ) різко зменшується вже на ранніх стадіях пластичної деформації і, починаючи з деформації e = 0,8, стабілізує своє значення на рівні  $\varepsilon = 1,0 - 1,5\%$  (рис. 4.2,  $\delta$ ). Величина загальної деформації  $\varepsilon_{sar}$  складає 10 - 15% через довготривалу стадію шийкоутворення. Граничні механічні характеристики, що вимірюються в момент руйнування: істинна руйнівне напруження  $\sigma_{fr}$ , істинна деформація в момент руйнування  $e_{fr}$ , і відносне звуження  $\psi$  слабко залежать від ступеню деформації у вихідних недеформованих зразках лише незначно перевищують аналогічні характеристики попередньо деформованих матеріалів (рис. 4.2,  $\delta$ ).



Рисунок 4.2 – Результати розрахунку стандартних механічних випробувань зразків титану продеформованих вальцюванням до різного ступеня попередньої деформації: ■ – границя плинності σ<sub>02</sub>, ● – границя міцності σ<sub>в</sub> (a); ● – рівномірна деформація, ▲ – відносне звуження (б)

Існують достатньо аргументовані та фізично обґрунтовані погляди, що пояснюють специфічний характер кривої навантаження деформованого матеріалу. Ділянку різкого зміцнення пов'язують із необхідністю введення нових дислокацій для активації існуючих у матеріалі дислокаційних джерел і перетворення існуючих у кристалі нерухомих дислокацій у рухливі. Мала довжина цієї стадії свідчить про те, що деформаційні механізми при повторному навантаженні відновлюються досить швидко і деформуюче напруження досягає значення близького до деформуючого попереднього навантаження. При цьому значення коефіцієнту деформаційного зміцнення різко зменшуються, наближаючись до значень характерних для сильнодеформованого матеріалу, що свідчить про практичне відтворення умов попереднього навантаження.

N⁰	<i>е</i> прок	σ <sub>02,</sub> МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>fr,</sub> ΜΠa	$e_{ m fr}$	ψ, %	θ <sub>IV</sub> , ΜΠα	ε <sub>рівн,</sub> %	ε <sub>заг,</sub> %
1	1,6	655	700	1442	1,38	74,8	544	1,6	11,3
2	1,25	675	712	1521	1,49	77,5	546,	1,7	12,6
3	1,0	660	685	1489	1,48	77,3	559	1,0	11,5
4	0,7	585	590	1403	1,41	75,6	604	0,85	9,2
5	0,5	575	619	1254	1,37	74,6	465	1,0	10,8
6	0,35	507	548	1342	1,49	77,6	531	1,5	12,5
7	0,2	393	423	1298	1,8	83,5	486	1,8	13,4

Таблиця 4.1 – Механічні властивості попередньо деформованого титану

Різке коефіцієнта деформаційного падіння зміцнення В сильнодеформованому матеріалі є визначальним для короткої стадії рівномірної деформації та швидкого переходу до стадії локалізації деформації, шо виражається y формуванні шийки. Чисельні експериментальні дані підтверджують правильність такого феноменологічного погляду на криві навантаження деформованого матеріалу.

### 4.2 Випробування на одновісний розтяг прокатаної сталі 20Х

Стадійність структурних змін та відзначені особливості структуроутворення в ферито-перлітних сталях були враховані нами при аналізі впливу ступеня деформації на механічні властивості матеріалу, що визначені за допомогою різних методів тестування: одновісний розтяг, одновісне стиснення.

істинні діаграми деформованих Умовні та навантаження зразків, продеформованих на одновісний розтяг, наведені відповідно, на рис. 4.3, а та 4.3, б. 3 умовних діаграм розраховані стандартні механічні характеристики:  $\sigma_{02}$  – границя плинності;  $\sigma_B$  – границя міцності;  $\psi$  – відносне звуження;  $\mathcal{E}_{\text{рівн}}$  – рівномірне подовження; *Е*заг – загальне подовження. З істинних діаграм визначається істинна руйнуюча напруження  $\sigma_{tr}$ , істинна деформація до руйнування  $e_{fr}$ , та коефіцієнт лінійного зміцнення  $\theta_{IV}$  – кут нахилу істинної кривої зміцнення між істинним значенням напруження в момент шийкоутворення  $\sigma_{tr}$  та істинним руйнуючим напруженням. Зазначимо, що подовжня вісь робочої частини зразка на розтяг розташовувалась вздовж напрямку вальцювання (вісь Х).



Рисунок 4.3 – Умовні (а) та істині (б) діаграми навантаження при розтязі зразків сталі 20Х прокатаних до різних ступенів деформації: 1–1,51; 2–1,21; 3–0,82; 4–0,43; 5–0, 28; 6–0,20; 7–0,1

Результати випробувань на одновісний розтяг наведені в табл. 4.2.

Наведені результати вказують на те, що границя плинності збільшується з деформацією монотонно, подібно до того, як ведуть себе істинні діаграми навантаження маловуглецевих сталей [110]. Інші характеристики змінюються з деформацією за більш складним законом. Щоб відокремити загальні закономірності, характерні для деформованих матеріалів, від особливостей, притаманних вуглецевим сталям, порівняємо отримані результати з даними, отриманими на титані технічної чистоти (табл. 4.1).

N⁰	епрок	σ <sub>02,</sub> МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>fr,</sub> M∏a	$e_{ m fr}$	ψ, %	θ <sub>IV</sub> , ΜΠα	ε <sub>рівн,</sub> %	<b>€</b> <sub>заг,</sub> %
1	1,51	849	886	1066	0,41	33	430	0,82	3,95
2	1,21	835	880	1108	0,45	36	498	1,04	5
3	0,82	734	780	1054	0,61	47	443	0,92	4,95
4	0,43	690	721	1030	0,64	48	480	0,88	4,98
5	0,28	651	666	1067	0,81	56	494	0,67	6
6	0,2	592	628	1078	0,91	60	493	1,15	7,5
7	0,1	552	564	984	0,85	58	494	1,29	7,7

Таблиця 4.2 – Механічні властивості деформованих зразків сталі 20Х

Як видно, характер зміни рівномірної деформації єрівн, подібний ДО отриманого на титані (рис. 4.2, б). Зазначена механічна поведінка пов'язана з особливостями реновації джерел дислокацій на стадії мікропластичності. При трансляційному механізмі деформації наявність дефектів збільшує швидкість зміцнення на ділянці мікропластичності, тоді як при необхідності включення ротаційної моди деформації необхідна додаткова стадія мікродеформації з меншим коефіцієнтом зміцненням, де відбувається адаптація до дисклінаційних механізмів попередньої деформації. Саме тому для дослідженої сталі і для титану характерне зменшення рівномірної деформації в зразках з хаотичною та слаборозорієнтованою комірковою структурою, але при формуванні розорієнтованої структури значення рівномірної деформації збільшується.

Деформація до руйнування (або відносне звуження) змінюється в сталях та титані за різними законами. В сталях ця характеристика зменшуються при збільшенні деформації, тоді як в титані ця характеристика незмінна. Ще однією особливістю шийкоутворення є те, що в титані в момент руйнування шийка формується у вигляді еліпса, довга вісь якого направлена в напрямку стискання, тоді як у залізі анізотропія шийкоутворення відсутня. Це пов'язано з різним механізмом руйнування цих матеріалів: в титані – ямкове руйнування спостерігається незалежно від ступеню попередньої деформації, в сталях – розшарування, що відбувається шляхом розтріскування в площині паралельній площині прокатки. Схильність до розтріскування зменшує значення граничної деформації, а наявність переважного напрямку розтріскування компенсує підвищену пластифікацію шийки в цьому напрямку і нівелює умови утворення еліпсу.

## 4.3 Випробування на одновісне стиснення вальцьованого титана

Враховуючи описані в попередньому розділі особливості кривих деформаційного зміцнення рекристалізованих матеріалів, представляє інтерес вивчити закономірності зміцнення попередньо деформованих матеріалів з ОЦК і ГЩУ структурою. Оскільки у цих матеріалів криві навантаження – деформація при одновісному розтязі мають дуже коротку область рівномірної деформації, а криві на стиснення, не дивлячись на відсутність торцевого мастила, демонструють рівномірну деформацію аж до 30 %, представляється доцільним дослідження законів зміцнення для попередньо деформованих матеріалів проводити методом одновісного стиснення.

Попередньо деформовані зразки отримували шляхом вальцювання заготовок з різним початковим розміром на лист, кінцева товщина якого завжди була 3 мм (ступінь деформації зразків представлена в табл. 4.1). Температура вальцювання відповідала 20 °C. Зразки на стиснення мали форму кубиків  $3 \times 3 \times 3$  мм, що дозволяло проводити дослідження в трьох взаємно перпендикулярних напрямах (рис.2.4) без додаткового врахування форми зразка. Ступінь деформації продеформованого вальцюванням титану складала e = 0, 2 - 1, 6.

За результатами випробувань розраховувалися істині криві деформаційного зміцнення, характерний вид яких для випадку титану приведений на рис. 4.4.

Ці криві перераховувалися в координатах  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$ . Вид залежності  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  для сильнодеформованого титану ( $e_{np} = 1,25$ ) представлений на рис. 2.5, б. На представленій залежність досить явно виділяється область різкого знеміцнення і область, де швидкість зміцнення практично постійна. По аналогії з підходом, розвиненим в теорії Кокса-Мекінга [12], вдається виділити 3 параметри, що характеризують процес зміцнення: модуль пластичності  $\theta_{IV}$  коефіцієнт зміцнення на початковій стадії,  $K_{III}$ , і напруження Войса  $\sigma_{III}$ . Схематично метод визначення цих параметрів представлена на рис. 2.5, *б*.



Рисунок 4.4 – Істині криві деформаційного зміцнення зразків титану, випробуваних на стиснення у напрямі прикладеного зусилля при вальцюванні до різних ступенів деформації: 1 – 1,6; 2 – 1,25; 3 – 1,0; 4 – 0,7; 5 – 0,5; 6 – 0,35; 7 – 0,2.

Результати розрахунків згаданих вище параметрів зміцнення, а так само значення границі плинності  $\sigma_{02}$  і деформуючого напруження на 10% деформації  $\sigma_{10}$  для досліджених зразків титану приведені в табл. 4.3 для трьох взаємно перпендикулярних напрямів і різних ступенів попередньої деформації. Для зручності подальшого аналізу були побудовані залежності цих параметрів від ступеня попередньої деформації для напряму перпендикулярного площині листа Z і напрямок вальцювання X.

Модуль пластичності  $\theta_{IV}$  характеризує швидкість лінійного зміцнення матеріалу при великих деформаціях і відповідає значенню похідної на істинній кривій зміцнення. Зміна параметра  $\theta_{IV}$  залежно від ступеня попередньої деформації, представлено на рис. 4.5. Залежність описується лінійно спадаючою

функцій, яка значною мірою нагадує залежність яка характеризує знеміцнення на стадії повернення початкового матеріалу. Оскільки значення коефіцієнта лінійного зміцнення попередньо деформованого матеріалу повинне співпадати із значенням швидкості зміцнення на кривій  $\sigma_{ist}$  - *e* початкового матеріалу при еквівалентному ступені деформації, то пониження параметра  $\theta_{IV}$  із збільшенням ступеня попередньої деформації може характеризувати процеси деформаційного повернення попередньо деформованого матеріалу.

Параметр  $K_{III}$ , визначається як кут нахилу на кривій  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  на початковій ділянці зміцнення. Він характеризує швидкість зміцнення на початковій стадії кривої деформаційного зміцнення. З таблиці 4.3 видно, цей параметр зростає із зростанням ступеня деформації. Причому, якщо при деформаціях менше 0,8 цей коефіцієнт відрізняється від аналогічного параметра для початкового матеріалу не більше ніж в 2 рази, то при деформаціях більше 0,8 його величина збільшується практично на порядок.

З фізичної точки зору параметр  $K_{III}$  характеризує швидкість реновації деформаційних процесів при повторному навантаженні: відродження джерел Франка-Ріда і перехід дислокацій з нерухомого стану в рухоме аж до відновлення умов деформації, які реалізовувалися в зразку до моменту розвантаження. Якщо зразки після розвантаження мають структуру, сформовану на стадії динамічного повернення, то при повторному навантаженні потрібно достатньо багато часу для відновлення рухливості деформаційної структури, тоді як при великих ступенях деформації, відродження деформаційних процесів і їх розвиток до колишнього рівня відбувається дуже швидко.

I нарешті, напруга  $\sigma_{III}$ , яка визначається як точка перетину спадаючої ділянки залежності  $d\sigma_{ist}/de - \sigma_{ist}$  з віссю напруження (рис 2.5, б). Формально ця точка відповідає напрузі Войса ( $\tau_v$  в теорії Кокса-Мекінга [12]). З таблиці 4.3 видно, що параметр  $\sigma_{III}$  змінюється із ступенем деформації по тому ж закону, що і початкова крива зміцнення рекристалізованого матеріалу. Це і не дивно, оскільки вибрана нами точка на кривій похідної з невеликим зсувом характеризує напруження, при якій різко сповільнюється швидкість зміцнення при повторному навантаженні зразка. Якщо припустити, що після повторного навантаження крива зміцнення повністю відтворює первинну криву, то напруга *о*<sub>III</sub> характеризує значення величини деформаційного зміцнення при заданому ступені попередньої деформації.

Таблиця 4.3 – Результати розрахунків параметрів зміцнення деформованих зразків титану

Ступінь	Параметри зміцнення деформованих зразків титану								
попередньої	σ	σ10.	θιν.		Ծա.				
деформації	о <sub>02</sub> , МПа	ото, МПа	Мпа	K <sub>III</sub>	MПа				
Напрям випробувань – вісь Х									
0,18	418	575	827	60	537				
0,36	565	750	867	13	776				
0,5	570	690	430	72	642				
0,7	640	745	595	35	720				
1,0	615	745	274	79	721				
1,25	607	635	354	169	707				
1,6	705	705	0	195	752				
Напрям випробувань – вісь Ү									
0,18	395	540	514	54	519				
0,36	647	660	44	347	649				
0,5	630	675	224	89	683				
0,7	620	705	194	46	686				
1,0	655	798	398	30	780				
1,25	705	815	351	47	793				
1,6	700	800	440	37	805				
Напрям випробувань – вісь Z									
0,18	470	605	722	11	603				
0,36	595	735	428	9	790				
0,5	610	810	428	16	805				
0,7	573	677	427	66	836				
1,0	730	970	208	83	959				
1,25	760	930	156	37	909				
1,6	860	980	36	80	987				

На рис. 4.5 наведена залежність параметра  $\theta_{IV}$  від ступеня попередньої деформації для зразків титана стиснених в трьох взаємно перпендикулярних напрямках. При випробуваннях в напрямках X і Z, швидкість зміцнення  $\theta_{IV}$  зменшується із зростанням ступеня попередньої деформації, досягаючи практично нульових значень при деформації  $e_{np} = 1,6$ . При випробуваннях в напрямі Y параметри зміцнення спочатку падають від 800 до 200 МПа, проте при деформаціях більше  $e_{np} = 0,8$  дещо підвищуються до 350 – 400 МПа.



Рисунок. 4.5 – Залежність швидкості зміцнення від ступеня попередньої деформації для зразків стиснених у різних напрямках X (▲), Y (■), Z (●)

Отримані результати дещо суперечать класичній теорії деформаційного зміцнення [1, 12], згідно до якої падіння швидкості зміцнення відбувається лише при середніх ступенях деформації, тобто при деформаціях  $e_{np} = 0,2 - 0,8$ , де формуються слаборозорієнтовані комірки. При великих ступенях деформації, коли формуються нанозерна, згідно деформаційної теорії швидкість зміцнення повинна зберігатися постійною. Спостережуване в нашому експерименті падіння зміцнення деформації швидкості при великих ступенях пов'язано, 3 кристалографічною анізотропією, яка найбільш яскраво виявляється саме в напрямах X i Z.

### 4.4 Випробування на одновісне стиснення сталі 20Х

В роботах [142, 143] нами проаналізовано вплив деформаційної субструктури на механічні властивості сталі 20Х. Обробка первинних кривих деформації дозволила отримати істині криві зміцнення  $\sigma_{ist}$  - *е* для зразків продеформованих до різних ступенів деформації, які наведені на рис. 4.6, *а-в*, відповідно для напрямків *X*, *Y* і *Z*. Порівняльний аналіз діаграм навантаження вказує на те, що незалежно від ступеню попередньої деформації всі зразки продеформовані в напрямку *Z* швидше (при меншій деформації) досягають напруження насичення, ніж зразки, що стиснені в інших напрямках, а зразки продеформовані в напрямку *Y*, в свою чергу, зміцнюються значно швидше, ніж в напрямку *X*.



Рисунок 4.6 – Істині криві зміцнення при стисненні зразків сталі 20X вальцьованих до ступенів деформації: 1–1,51; 2–1,21; 3–0,82; 4–0,43; 5–0, 28; 6–0,20; 7–0,1, випробуваних в різних напрямках: а – напрямок X; б– напрямок Y; в– напрямок Z

Подальша перебудова цих кривих в координатах  $d\sigma_{ist}/de - e$  дозволяє визначити швидкість зміцнення матеріалу при заданому ступеню попередньої деформації.



Рисунок 4.7 – Істині криві зміцнення та їх похідні зразків сталі 20X вальцьованих до ступенів деформації  $e_{np}$ : 1 – 1,51; 2 – 1,21; 3 – 0,82; 4 – 0,43; 5 – 0, 28; 6 – 0,20; 7 – 0,1, випробуваних на стискування у різних напрямах : а – напрям X; б – напрям Y; в – напрям Z

З даних, представлених на рис. 4.7 витікає, що всі досліджені зразки демонструють стадію лінійного зміцнення. Швидкість зміцнення стає постійною приблизно з 5% деформації на стиснення. Коефіцієнт лінійного зміцнення при всіх деформаціях і для всіх напрямках демонструє низькі значення. Його залежності від ступеню деформації для зразків сталі 20Х, випробуваних на стиснення в трьох напрямах наведені на рис. 4.8. Спостерігається зменшення коефіцієнта  $\theta_{IV}$  із збільшенням ступеню попередньої деформації. Подібний ефект був виявлений нами [144] при дослідженні впливу ступеню деформації на деформаційне зміцнення прокатаного титану (рис. 4.5). Проте, якщо в разі титану значення коефіцієнта зміцнення, лише наближаються до нульового значення, в дослідженій сталі 20Х в сильно деформованих станах коефіцієнт лінійного зміцнення демонструє негативні значення. Оскільки для існування такого ефекту немає фізичних обмежень, можна вважати наявність цього ефекту особливістю механічної поведінки дослідженої сталі.



Рисунок 4.8 – Залежності коефіцієнтів лінійного зміцнення від ступеню деформації для зразків сталі 20Х випробуваних на стискування в трьох напрямах: ■ – Х: • - Z; ▲-Y

## 4.5 Дослідження умов локалізації в деформованій сталі 20Х

Точка перетину цих кривих, представлених на рис. 4.7 згідно до умови Консидера (рів. 2.5) відповідає деформації, при якій в умовах розтягу відбувається локалізація деформації. Значення напруження і деформації, що відповідають цій точці для кожного структурного стану визначалися з експериментальних кривих, представлених на рис. 4.6. Залежності цих характеристик від величини попередньої деформації показані, відповідно, на рис. 4.9, *a* і *б*.

Оскільки в термінах одновісного розтягу таке напруження відповідає істинному напруженню на границі міцності, а деформація – граничній рівномірній деформації у момент початку шийкоутворення, на рисунках додатково приведені залежності цих характеристик від попередньої деформації, отримані в умовах одновісного розтягу. Результати показують практичний збіг значень напруження (рис. 4.9, *a*) при розтязі і стисненні, що свідчить про відсутність SD-ефекту (різниця напруження при розтязі і стисненні) при зміні знаку навантаження.



Рисунок 4.9 – Вплив попередньої деформації на значення напруження (a) і деформації (б) в точці перетину кривих  $\sigma_{ist}$  - *e* та  $d\sigma_{ist}/de$  - *e*: стиснення  $\blacktriangle$  - X: • – Z; • – Y; ---- розтяг

З даних, представлених на рис. 4.9, б, видно, що характер впливу попередньої деформації на схильність до локалізації, визначеної з експериментів на одновісний розтяг і одновісне стиснення практично ідентичний, проте абсолютні значення деформації, відповідно до умові Консидера при стисненні, виявляються

значно вищими, ніж при розтязі. При цьому у напрямі *X* величина деформації значно більше, чим в напрямах *Z* і *Y*, для яких значення практично збігаються.

Для з'ясування причин виявленого ефекту було проведено порівняння поведінки кривих зміцнення і їх похідних поблизу точки, де виконується умова Консидера. Аналізувалися три зразки, один з яких продеформований до малого ступеню деформації ( $e_{np} = 0,2$ ), другий до середнього ( $e_{np} = 0,48$ ) і третій до великого ( $e_{np} = 1,28$ ). Порівняльні результати наведені на рис. 4.10 відповідно.



Рисунок 4.10 – Залежності  $\sigma_{ist}$  - *e* та  $d\sigma_{ist}/de - e$  зразків сталі 20Х, заздалегідь продеформованих до  $e_{np} = 1,28$  (а);  $e_{np} = 0,43$ (б);  $e_{np} = 0,2$  (в) і випробуваних на стиснення в напрямах *Z*, *Y*, *X* і на розтягування – R

На кожному графіку представлені криві зміцнення і їх похідні для трьох напрямів стиснення і для розтягу. Спостерігається однакова поведінка

залежностей  $d\sigma_{ist}/de - e$  для всіх зразків. На початкових стадія деформації зразки, які випробувані у напрямі *Z*, найшвидше наближаються до точки локалізації, потім – зразки, які стиснені у напрямі *Y*, і найповільніше – у напрямку *X* а також зразки, піддані розтягу.

Проте, при наближенні до точки локалізації швидкість зміни зміцнення у напрямі Z різко зменшується, що може свідчити про зміну механізму деформації поблизу цієї точки. У двох інших напрямах уповільнення значно менше. У цьому сенсі найцікавіша поведінка зразка, який випробуваний на розтяг. При наближенні до точки локалізації цей зразок не демонструє уповільнення і першим перетинає криву зміцнення. Таким чином, поблизу точки локалізації виявляються відмінності в поведінці кривих зміцнення, що отримані при випробуванні деформованих зразків на одновісний розтяг і стиснення. Слід зазначити схожість локалізації поведінки кривих зміцнення поблизу точки для зразків, продеформованих до різних ступенів деформації, що свідчить про загальний характер виявлених явищ.

## 4.6 Висновки до четвертого розділу

1. Напруження зміцнення збільшується зі ступенем деформації монотонно, що пов'язано зі збільшенням густини деформаційних дефектів в феритній матриці. Величина рівномірної деформації змінюється зі ступенем деформації немонотонно, що пов'язано з чутливістю цих характеристик до стадійності змін розподілу деформаційних дефектів.

2. Закономірності деформаційного зміцнення попередньо деформованих зразків проаналізовані за результатами випробування на одновісне стиснення. Згідно умови Консидера визначені значення напруження та деформації, що відповідають моменту локалізації та встановлена чутливість цих параметрів до ступеню деформації та напрямку стиснення. Результати досліджень продемонстрували практичне співпадіння значень напруження при розтязі і стисненні, що свідчить про відсутність SD-ефекту при зміні знаку навантаження.

Хоча абсолютні значення відповідної деформації при стисненні виявляються дещо вищим, характер залежностей, отриманих при стисненні, практично співпадає з даними, отриманими при розтязі. Це свідчить про єдині механізми впливу вихідної деформаційної субструктури на формування кривих зміцнення при розтязі та стисненні.

3. Криві деформаційного зміцнення при стисненні виявляють лінійну стадію. Встановлено, що коефіцієнт лінійного зміцнення чутливий до ступеня деформації і для сильно деформованих станів може мати від'ємні значення. Спостерігається подібний характер залежності цього коефіцієнту від ступенів деформації для трьох взаємно перпендикулярних станів.

### РОЗДІЛ 5

# ЗАКОНОМІРНОСТІ ФОРМУВАННЯ КРИВИХ ДЕФОРМАЦІЙНОГО ЗМІЦНЕННЯ В МАТЕРІАЛАХ ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ ІНТЕНСИВНОЇ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ

Пластична деформація металів здавна використовувалась для надання матеріалу необхідної форми. Проте, приблизно з 50-х років минулого сторіччя, коли набула розвитку теорія дислокацій, деформаційні методи впливу на матеріал почали все частіше використовуватись для оптимізації його структури та підвищення властивостей. З того часу були створені теоретичні уявлення про вплив умов термомеханічної обробки на формування структури деформованого металу. В теоретичному плані, цей напрямок сформувався в фізичну теорію деформаційного зміцнення, в практичному – в конкретні технологічні умови одержання деформованих матеріалів 3 оптимальною структурою та максимальними властивостями. Починаючи з 90-х років, цей науковий напрямок отримав нове дихання у зв'язку з розвитком наноматеріалознавства. Виявилось, що деформаційні методи є одними з найперспективніших з точки зору отримання об'ємних наноматеріалів, що мають великі розміри в усіх трьох вимірах.

При отриманні таких матеріалів слід враховувати, що оптимальна структура залежить від кількох технологічних параметрів: температури та швидкості деформації, ступеню деформації та схеми деформування, а також від параметрів матеріалу. наслідок, структури вихідного Як проблема оптимізації багатопараметричною задачею, для вірного вирішення якої необхідно грунтовні наукові знання в галузі впливу деформаційних процесів на закономірності структуроутворення та формування властивостей. Нажаль традиційні схеми деформування (прокатка, вальцювання, ротаційна ковка) дозволяють сформувати неоднорідну деформаційну структуру з великою анізотропією структурних елементів. Тільки методами інтенсивної деформації (ІПД) вдається одержати зерену наноструктуру з великими кутами розорієнтації між структурними

елементами. До того ж, така схема деформації дозволяє отримувати тримірні наноструктурні об'єкти великих розмірів

Про позитивний вплив деформаційної наноструктури, отриманої методами ІПД, на фізико механічні матеріалів цього класу неодноразово наголошувалось як оригінальних публікаціях [130, 105, 102, 131, 145], так і в узагальнюючих оглядах [28, 97, 146] та монографіях [95, 99, 147]. Тим не менш багато питань, що стосуються закономірностей структуроутворення та механізмів деформації, що є відповідальними за формування унікальних властивостей залишається не вирішеними. Одним з таких не вирішених питань є проблема деформаційного зміцнення матеріалу попередньо продеформованого методами ІПД. Саме тому цей розділ присвячений дослідженню цього явища.

## 5.1 Криві зміцнення титану отриманого методами РКК-пресування

Як наголошувалося раніше, деградація зміцнення в сильнодеформованих станах пов'язана з перебудовами кристалічної гратки при деформації і орієнтацією площин ковзання в напрямі найбільш сприятливому до умов вальцювання. Використання сучасних схем інтенсивної пластичної деформації дозволяє усунути цей недолік. В основі цих схем лежить реалізація умов зсувної деформації, які дозволяють створювати великі деформації без зміни макроскопічних розмірів зразка.

Для аналізу законів деформаційного зміцнення в зразках, продеформованих по схемі, що дозволяє варіювати напрямок деформації, було проведено РКК-пресування. При такій схемі деформації площина максимального зсуву може змінюватися після кожного проходу. Деформація проводилася по методиці, розробленій у Физико-технічному інституті НАН Білорусі [99]. Зразки мали прямокутну форму 14×14×150 мм, яка зберігалася протягом всього випробування. Експерименти виконувалися на тому ж мало легованому титані. Напрям РКК-пресування мінявся після кожного проходу. Зразок був продеформований за 4

проходи при температурі 375 °С. Істинна деформація за кожний прохід складала  $e \sim 1$ , таким чином, сумарна деформація зразків складала  $e \sim 4$ .

Зразки були випробувані на стиснення в трьох площинах, прив'язаних до площин прямокутного зразка після рівноканального кутового пресування (РККП), і так само в площині паралельної площини легкого зсуву при останньому пресуванні (вона розташована під кутом 45° до площини основи зразка і позначена *T*). Крім того, були проведені випробування на розтяг зразків, вирізаних вздовж довгої осі заготовки. Результати експериментів на стиснення наведені на рис. 5.1.

Криві зміцнення для трьох взаємно перпендикулярних напрямів практично не відрізняються, а для площини легкого зсуву значення зміцнення приблизно на 100 МПа вище. По параметрах зміцнення РККП зразок перевершує зразки, що були провальцьовані, Звертає на себе увагу дуже високе значення швидкості лінійного зміцнення. Виходячи з умов Консидера, такий зразок при розтягуванні повинен повільно формувати шийку. Всі зразки демонструють дуже високий коефіцієнт лінійного зміцнення  $\theta_{IV} = 700 - 800$  МПа, який по абсолютному значенню близький до границі плинності матеріалу.



Рисунок 5.1 – Криві зміцнення РККП-титану в істинних координатах (а) і в координатах  $d\sigma_{ist}/de - e$  (б), випробуваного на стиснення в різних площинах
Відзначимо, що метод РККП дозволяє варіювати напрям деформації, а отже і площина максимального зсуву може змінюватися після кожного проходу. Це дозволяє не лише зберегти макроскопічні розміри зразка, але і створювати структуру з рівновісними нанозернами і значно зменшити кристалографічну анізотропію.

# 5.2 Механічні властивості сплаву ВТ – 1-0 після гвинтової екструзії

У цьому сенсі цікаво зіставити отримані дані з результатами дослідження деформованих зразків титану, отриманих іншим методом ІПД – гвинтовою екструзією. Метод розроблений українськими ученими в Донецькому фізикотехнічному інституті ім. А. А. Галкина НАН України [103]. Він дозволяє за декілька проходів на зразках прямокутної форми 30×50×90 мм, отримувати великі зсувні деформації, практично не змінюючи їх вихідні розміри. На відміну від попереднього випадку, при такому методі ІПД складніше варіювати напрям деформації після кожного проходу.

Брусок титанового сплаву ВТ1-0 розміром 30×50×90 мм, було продеформовано методом гвинтової екструзією [104] за схемою – 4 проходи при 400°С + 1 прохід при 20 °С. Після екструзії з деформованого матеріалу були виготовлені зразки на одновісний розтяг та одновісне стиснення. Результати випробувань викладені в роботі [112, 148]

На цих зразках була досліджена температурна залежність стандартних механічних характеристик та параметрів зміцнення в діапазоні температур 20 – 500 °C. Зразки на стиснення були випробувані при температурі в трьох взаємно перпендикулярних напрямах: висока грань – *Y*, більш широка – *X*, найвужча – *Z*. Криві стиснення при кімнатній температурі наведені на рис. 5.2, *a*. Абсолютні значення границі плинності уздовж вісі  $X - \sigma_{02} = 630$  МПа, по вісі  $Y - \sigma_{02} = 520$  МПа, по вісі  $Z - \sigma_{02} = 600$  МПа. Кут нахилу на лінійній стадії зміцнення дуже високий, тому коефіцієнт лінійного зміцнення у всіх випадках знаходиться в межах 700 – 850 МПа. На рис. 5.2, *б* ці дані приведені в координатах  $d\sigma_{ist}/de - e$ ,

прийнятих при аналізі кривих зміцнення. Розрахунок проводився за допомогою спеціальної програми обробки даних механічних випробувань. Результати свідчать про наявність стадії лінійного зміцнення, яка, як ми вважаємо, відповідає структурі з високо-кутовими границями.



Рисунок 5.2 — Криві зміцнення титану, продеформованого гвинтовою екструзією та випробуваного на стиснення в різних площинах: а — первинні криві; б — перераховані в координатах  $d\sigma_{ist}/de - e$ 

Ці дані перебудовані в координатах  $d\sigma_{ist}/de - e$  і визначені точки перетину кривих зміцнення і їх похідних (рис. 5.3). Результати експериментів свідчать про те, що умова локалізації виконується при великих ступенях деформації – для осі Z - 17%, для Y - 14% і для X - при 12%. Після точки перетину криві зміцнення і їх похідні практично збігаються, що свідчить про малу схильність таких структурних станів до локалізації.

Випробування на розтяг проводили на зразках, довга вісь яких розташовувалася вздовж осі Ү. Це дозволяло погоджувати умови формозмінення в експериментах на розтязі і стисненні. В цьому випадку коефіцієнт лінійного зміцнення  $\theta$  – визначався по методиці, описаній нами в роботі [112], як кут нахилу на істинній кривій зміцнення між істинним значенням напруженням у момент

шийкоутворення і істинним руйнівним напруженням. У експериментах на розтяг значення коефіцієнта лінійного зміцнення співвимірно з величиною границі плинності. Це, з одного боку, говорить про те, що шийкоутворення може починатися при деформації, яка не на багато більше, ніж деформація на границі плинності, з іншого це свідчить про те, що такі зразки повинні дуже повільно формувати шийку. Дійсно, при всіх температурах випробувань величина рівномірної деформації не перевищує 4%, а загальна — не більше 10%. При цьому порівняльний аналіз умовних діаграм навантаження зразків, підданих ІПД і прокатаних до різних ступенів деформації (рис. 5.4), показує, що процес шийкоутворення відбувається значно повільніше. У момент руйнування істинне напруження в шийці виявляється в 2 рази вище, ніж в будь-якого з вальцьованих зразків.



Рисунок 5.3 – Залежності  $\sigma_{ist}$  - *e* та  $d\sigma_{ist}/de$  - *e* зразків титану, про деформованому ІПД за схемою гвинтової екструзії і випробуваних на стиснення в напрямах *Z*, *Y*, *X* і на розтягування – *R* 

Експерименти на розтяг (рис. 5.4, крива РКК) показали, що хоча в РККП зразку шийка дійсно формується повільніше, ніж в зразках, що провальцьовані, проте, всупереч очікуванням, значно швидше, ніж в рекристалізованому зразку. Головна фізична причина цього явища пов'язана з наявністю в сильнодеформованих матеріалах перенапружених границь розділу, які є потенційними джерелами зародження тріщин і пор, прискорюючи процес локалізації при розтязі.



Рисунок 5.4 – Номінальні криві зміцнення деформованого титану, випробуваного на розтяг прокатаних до різних ступенів деформації: 7 –  $e_{np} = 0,18$ ; 6 –  $e_{np} = 0,35$ ; 5 –  $e_{np} = 0,5$ ; 4 –  $e_{np} = 0,8$ ; 3 –  $e_{np} = 1,0$ ; 2 –  $e_{np} = 1,25$ ; 1 –  $e_{np} = 1,6$ , ---- зразок після РККП

Фрактограмми зразків, виявляють фрагменти ямкового зламу з крупними порами (рис. 5.5, *a*). При великому збільшенні спостерігаються фрагменти крихкого руйнування вздовж границь розділу структурних елементів (рис. 5.5, *б*).



а б Рисунок 5.5 – Поверхня руйнування титану, продеформованого гвинтовою екструзією: ямковий злам з крупними порами (а), фрагменти крихкого руйнування вздовж границь розділу структурних елементів (б)

### 5.3 Температурна залежність параметрів лінійного зміцнення

Температурна залежність коефіцієнта лінійного зміцнення досліджувалась на титані сильнодеформованого вальцюванням до ступеню деформації e = 1,6. Результати випробування на одновісний розтяг за методикою визначення модуля пластичності наведені на рис. 5.5.



Рисунок 5.5 – Температурна залежність границі плинності та модуля пластичності титану, деформованого вальцюванням до *е* – 1,6

Як видно з цього рисунку, у разі вальцювання коефіцієнт лінійного зміцнення при температурах 20 – 300 °С нижчий за границю плинності (тому присутня швидка локалізація), а температурна залежність параметра  $\theta_{IV}$ , при температурах вищих 300 °С, перетинається з границею плинності і, як наслідок, при цій температурі з'являється значна рівномірна деформація.

Аналогічні дослідження температурної залежності параметрів зміцнення були проведені на ІПД титані, продеформованому методом гвинтової екструзії. На цих зразках досліджена температурна залежність стандартних механічних характеристик і параметрів зміцнення. Дослідженні температурної залежності проводилися в інтервалі 20 – 500 °C. Випробування виконувались на стиснення вздовж осі *X*. Вплив температури на границю плинності і коефіцієнта лінійного зміцнення приведені в таблиці 5.1.

Температура,	Стиснення		Розтяг	
°C	$\sigma_{02}$ , MPa	θ, MPa	$\sigma_{02}$ , MPa	θ, MPa
20	655	720	660	640
100	564	810	630	769
200	445	605	540	618
300	370	480	482	417
400	343	440	350	310
500	302	281	192	164

Таблиця 5.1 – Вплив температури на параметри зміцнення титану, деформованого гвинтовою екструзією, при стисненні і розтязі

Отримані результати демонструють, що зразки титану, продеформовані методом гвинтової екструзії в усьому температурному інтервалі демонструють дуже високий коефіцієнт лінійного зміцнення, навіть вищий, ніж при РККпресуванні. Зазначимо, що в цьому випадку умова Консидера не виконується і зразок локалізуватися не повинен. Тобто, в такому матеріалі значення параметра *C* близько до одиниці, не лише при кімнатній, але і при підвищених температурах. Це дозволило реалізувати метод вимірювання модуля пластичності для визначення коефіцієнта лінійного зміцнення при випробуваннях на одновісний розтяг в широкому інтервалі температур. В цьому випадку немає необхідності моніторити поточну зміну шийки, оскільки перехід від параболічної до лінійної відбувається раніше ніж початок шийкоутворення, тому істинні значення напруження беруться безпосередньо з діаграми навантаження, а істинна деформація у момент руйнування визначається розмірами зруйнованого зразка.

Була досліджена температурна залежність зразків випробуваних на розтяг вздовж осі Y в інтервалі 20 – 500 °C. Така різниця в виборі напрямку прикладання навантаження викликана тим, що для порівняння закономірностей зміцнення важливий однаковий напрям формозмінення зразків: тобто при стисненні і розтязі зменшення розмірів відбувалось вздовж напрямку Х. Результати випробувань на розтяг також наведені в табл. 5.1.

Представлені в таблиці 5.1 значення параметра  $\theta_{IV}$  для одновісного розтягу близькі до значень цього параметра, отриманого з експериментів на одновісне стиснення. Що свідчить про коректність використання обох методик. Випробування на розтяг показали, що досліджені зразки локалізуються достатньо швидко. Повна деформація розтягнутого зразка складає 9 %, а рівномірна – 2,5 %. Спостерігається слаба швидкісна чутливість границі плинності. При швидкості деформації 10<sup>-3</sup> границя плинності приблизно  $\sigma_{02} = 660$  МПа. При швидкості деформації 10<sup>-4</sup> границя плинності  $\sigma_{02} = 610$  МПа.

Якщо нанести на один графік температурну залежність границі плинності і температурну залежність параметра, то виявиться, що характер цих залежностей практично ідентичний (рис. 5.6). На відміну від методу екстраполяції, використаного при дослідженні молібдену (рис. 3.2), в даному випадку залежність лінійного зміцнення від температури отримана з прямого експерименту.

Температурна залежність параметрів зміцнення для розтягу наведена на рис. 5.6.



Рисунок 5.6 – Температурна залежність параметрів зміцнення титану, продеформованого гвинтовою екструзією при кімнатній температурі (одновісний розтяг)

З табл. 5.1 та рисунку 5.6 видно, що при всіх температурах значення напруження плину та коефіцієнти лінійного зміцнення співрозмірні. Падіння границі плинності з температурою свідчить про термоактиваційну природу руху дислокацій. Практичний збіг значень границі плинності і коефіцієнта лінійного зміцнення  $\theta_{IV}$  при всіх температурах свідчить про атермічний характер колективних процесів взаємодії між дислокаціями, що відповідають за процес структуроутворення в сильнодеформованих матеріалах.

Було проаналізовано вплив технологічних умов гвинтової екструзії на характер температурної залежності параметрів зміцнення деформованого титану. Зразки було продеформовано за двома схемами: перша – 4 проходи при 400 °C та один прохід при -196 °C; друга схема – 5 проходів при 400 °C.

Температурна залежність параметрів зміцнення при випробуваннях на розтяг титану, продеформованого гвинтовою екструзією при температурах -196 °C та 400 °C, представлена на рис. 5.7.



Рисунок 5.7 – Температурна залежність параметрів зміцнення титану, продеформованого гвинтовою екструзією при -196 °С (а) та 400 °С (б) при одновісному розтязі

Зазначимо, що в цьому випадку проявляється деяка анізотропія механічної поведінки в трьох взаємно-перпендикулярних напрямках при випробуваннях на стиснення. Крім того, при випробуваннях на розтяг зруйновані зразки проявляють

анізотропію шийкоутворення. Це свідчить про недосконалість режиму деформації при підвищених температури ГЕ та при деформації в рідкому азоті через складнощі підбору мастил для реалізації таких схем.

Нерівномірний розподіл деформації впливає на характер утворення деформаційної наноструктури, і, як наслідок, на характер температурної залежності параметрів зміцнення. В досліджених випадках значення границі плинності виявляється вищим ніж коефіцієнт лінійного зміцнення в усьому діапазоні температур випробувань.

# 5.4 Закономірності деформаційного зміцнення вальцьованого титану попередньо деформованого РККП

Оскільки РККП-зразки демонструють резерв деформаційного зміцнення, було цікаво додатково продеформувати їх шляхом низькотемпературного вальцювання. Брусок РККП титану заввишки 14 мм розрізали на дві пластини 4,6 і 8,4 мм, які потім вальцювали з кроком 0,2 мм за прохід до товщини 3 мм при кімнатній температурі. В доповненні до РККП деформації, ступінь деформації після вальцювання для першого зразка складав e = 0,5, для другого e = 1. По аналогії з першими експериментами зразки, що були провальцьовані, були випробувались на стиснення в трьох взаємно перпендикулярних напрямах.

Істинні криві деформаційного зміцнення представлені на рис. 5.8, a та b. Перш за все, звертають на себе увагу дуже високі значення границі плинності і деформуючого напруження зразків, стиснутих у напрямі Z. В першого зразка границя плинності 1000 МПа, у другого – 1200 МПа, а максимальна деформуюче напруження другого зразку – 1300 МПа. Ці значення близькі до рекордних для деформованого титана технічної чистоти. В напрямах X і Y ці значення помітно нижчі, проте теж знаходяться на високому рівні 1000 МПа.

Аналіз кривих зміцнення для зразків, випробуваних у напрямі Z утруднений, оскільки в них достатньо швидко починається локалізована деформація і, врештірешт, зразки руйнуються шляхом локалізованого зсуву по площині, співпадаючій

з площиною легкого зсуву при останньому проході РККП. В двох інших площинах аналіз параметрів зміцнення був проведений відповідно до методики представленої на рис. 2.5, *б*. Дані про ці параметри представлені в табл. 5.2.



Рисунок 5.8 – Криві зміцнення на стиснення зразків титану, продеформованих по схемі РККП + 33% прокатка (а) та РККП + 50% прокатка (б)

Таблиця 5.2 – Результати розрахунків параметрів зміцнення деформованих зразків РККП титану, підданого додатково вальцюванню

Деформація прокатки	Напрям стиснення	Параметри зміцнення			
		σ <sub>02</sub> , ΜΠa	σ <sub>10</sub> , ΜΠa	$θ_{VI}$ , ΜΠα	
$e_{\rm np} = 0,5$	Х	742	910	530	
	Y	769	890	500	
	Z	998	1065	-	
$e_{\rm np} = 1$	Х	665	930	195	
	Y	865	1015	400	
	Z	1200	1298	_	

Звертає на себе увагу, що абсолютні значення швидкості зміцнення зразків продеформованих по схемі «РККП + вальцювання» добре узгоджуються зі значеннями, отриманими на зразках продеформованих вальцюванням до тих же

ступенів деформації (табл. 4.3), зокрема, після великих ступенів деформації вальцюванням зразки, стиснуті у напрямі *X*, демонструють практично нульову швидкість зміцнення, а зразки, продеформовані в напрямі *Y*, зміцнюються із швидкістю 400 МПа. Нагадаємо, що ми пов'язували цей ефект з виникненням кристалографічної текстури після вальцювання.

Аналогічний ефект підвищення характеристик міцності після повторної деформації було отримано нами в роботі [149] де ми, вивчали, зміну розподілу твердості в зразку випробуваного на одновісний розтяг після ГЕ. Було встановлено, що в районі шийки зразки суттєво зміцнюються. Їх твердість зростає приблизно на 20%. Ці результати підтверджують відомі положення теорії інтенсивної пластичної деформації про позитивну роль одновісних схем повторній деформації. Таким навантаження при чином, використання комплексних схем деформації, що передбачають одночасну дію основної схеми зсувної пластичної деформації і додаткової схеми навантаження, дозволяє значно підвищити значення границі плинності та твердості деформованого матеріалу.

Це явище було використане нами в роботі [150] для збільшення поверхневого зміцнення зразків, інтенсивна поверхнева пластична деформація в яких була отримана за схемами протягування с одночасним крутінням або асиметричним накочуванням. В обох випадках реалізація комплексної схеми деформації дозволила значно підвищити твердість приповерхневого шару в порівнянні з більш простими схемами поверхневого деформування.

## 5.5 Вплив асиметричного вальцювання на зміцнення зразків титану

Ю. Жу з сотр. [145] показав, що компактний титан продеформований асиметричним вальцюванням до великого ступеню деформації демонструє не лише високе зміцнення, але і порівняно велику рівномірну деформацію ( $\varepsilon_{piвн} = 6$ %). Згідно даних цієї роботи значення максимального напруження та величини рівномірної деформації залежать від товщини деформованого шару HL який виникає в зв'язку із зміною напруженого стану при поверхневій зоні зразка

що піддається асиметричному вальцюванню. Вище зазначена товщина шару залежить від технологічних параметрів асиметричного вальцювання (Deformation Geometry and Through-Thickness Strain Gradients in Asymmetric Rolling). Отримані результати механічних властивостей титану технічної чистоти продеформованого методом асиметричного вальцювання в роботі [145] представлені в вигляді графіків залежностей: умовне напруження – умовна деформація (рис. 5.9, *a*), істинне напруження – істинна деформація (рис. 5.9, *b*).

На рис. 5.9, *а* і б показано, що шаруваті титанові зразки HL60 і HL80, є міцними як наддрібний титан і пластичні як грубозернисті. Квадратик рис. 5.9, *а* означає початок шийкоутворення у відповідності з умовою Консидера. Як HL60 і HL80 втроє міцніше чим грубозернистий титан але в той час зберігає певну пластичність (рівномірне подовження при розтязі). Більш того інші шаруваті титанові зразки міцніші та пластичніше чим грубозернистий. Навпаки наддрібний титан стає механічно нестабільним за границею плинності. Зразки шаруватого титану набувають підвищеної пластичності завдяки вищій швидкості зміцнення.

Отримані в роботі [145] результати вказують на те, що після асиметричного вальцювання вдається отримати механічні властивості які поєднують надзвичайно високу міцність та задовільну пластичність. Слід звернути увагу також на те що зміна умов деформування зразка методом асиметричного вальцювання суттєво механічну поведінку впливає на отриманих стрічок: зміна товщини деформованого шару від 60 – 100 нм знижує границю міцності матеріалу більше як на 200 МПа. Важливо, що характеристика рівномірної деформації є оцінки деформаційної здатності критеріальним параметром для листів (deformoability) на стадії надання листовим виробам складної форми (шляхом штампування, глибокій витяжці і тому подібне). Тому можливість управління цією характеристикою за рахунок вдосконалення схеми вальцювання має важливе практичне значення.



Рисунок 5.9 – Механічні властивості і деформаційне зміцнення HL титану при розтязі: умовні криві в координатах напруження – деформація (а), істинні криві напруження – деформація (б), криві деформаційного зміцнення від деформації (в) [145]

Наші експериментальні дані, отримані на порошкових титанових матеріалах [151, 152] зумовили спрямованість подальшого експерименту з використанням схем симетричного та асиметричного вальцювання. В роботах В.А. Назаренко зі співробітниками [153, 154] з використанням, розвинутої нами в роботах [151, 152] ідеології формування фізичного контакту, була продемонстрована можливість формування титанової стрічки з механічними характеристиками не гіршими, ніж в стрічках, отриманих з рекристалізованого титану.

В роботі [155] нами було проведено порівняння механічних властивостей на зразках титану порошкового генезису, що відповідають складу сплаву ВТ1-0, і

вальцьованих по асиметричній і симетричних схемах. Сутність процесу технології асиметричного вальцювання полягає в деформації смуги між валками однакового діаметру, які обертаються з різними швидкостями  $V_2 > V_1$ , або деформація з використанням валків різного діаметру. В цьому випадку, при однаковій радіальній швидкості, різниця в окружних швидкостях реалізується за рахунок різного діаметру валків. Це приводить до появи у осередку деформації протилежно направлених сил контактного тертя, які викликають в пластичній області додаткові зсувні деформації, завдяки чому значно знижується зусилля вальцювання, більш рівномірно розподіляється тиск по довжині осередку деформації, покращується якість вальцювання.

У роботі використовувалася схема асиметричного вальцювання, розроблена в ІПМ НАН України К.А. Гогаєвим з співр. [107, 156-159], яка використовується для вальцювання порошків. Вивчення режимів формування порошкових заготовок і подальшого ущільнюючого вальцювання спечених порошкових смуг проводили на стані ДУО, використовуючи валки з калібруванням рис. 5.10. Це дозволяло формувати і ущільнювати порошкову смугу як в умовах симетричного, так і асиметричного вальцювання без зміни геометричних параметрів осередку деформації. Коефіцієнт неузгодження при асиметричному вальцюванні складав 1,25.



Рисунок 5.10 – Схема калібрування валків стану ДУО: 1 – калібр для симетричного вальцювання, 2 – калібр для асиметричного вальцювання

Нами були проаналізовані можливості використання асиметричного вальцювання для отримання деформованих порошкових титанових смуг. Для цього були використані сирі порошкові титанові смуги, отримані асиметричним вальцювання. Згідно даним робіт [107, 156, 158] така схема вальцювання дозволяє отримати порошкові смуги з аномально високою сирою міцністю, а після спікання при формуванні фізичного контакту температурі 1000 °C [151] вони демонструють практично 100% щільність.

Спечені титанові смуги товщиною 1 мм повторно прокатувалися по симетричній і асиметричній схемі до товщини 0,35 мкм. Сумарна ступінь деформації склала 73%. Деформовані титанові смуги, були випробувані на одновісний розтяг в подовжньому і поперечному напрямах.

Результати механічних випробувань представлені в табл. 5.3. З таблиці видно, що міцність смуг, продеформованих асиметричним вальцювання, вище, ніж продеформованих симетричним вальцювання. Це свідчить про доцільність використання асиметричного вальцювання для здобуття порошкових титанових смуг.

Матеріал	σ <sub>001</sub> , ΜΠα	σ <sub>02</sub> , МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	δ <sub>рівн</sub> ,%	δ <sub>3aΓ</sub> ,%
1.Сим. 73%, узд.	630	670	720	1.45	2,15
1.Сим. 73%, поп.	600	618	669	0,23	0,23
2.Асим. 73%, узд.	719	745	780	4,9	7,76
2.Асим. 73%, поп.	655	682	700	2,4	2,4

Таблиця 5.3 – Механічні властивості деформованої титанової смуги

Якщо асиметричне вальцювання використовується лише на стадії формування порошкової смуги, а надалі деформація за допомогою симетричного вальцювання, то властивості таких виробів лише наближаються до властивостей литих компактних смуг. Для досягнення зіставних властивостей в цьому випадку потрібно менше додаткових вальцювань, чим при традиційній порошковій технології [159]. Якщо асиметричне вальцювання використовується, як на стадії формування порошкової смуги, так і на стадії зміцнюючих вальцювань, то механічні властивості смуги перевищують не лише характеристики аналогічної смуги, отриманої при традиційній порошковій технології, але і властивості компактних титанових смуг, отриманих з литого матеріалу.

Переваги використання асиметричного вальцювання при деформації порошкових смуг демонструють результати фрактографічного аналізу (рис. 5.11).





Рисунок 5.11 – Поверхня руйнування порошкових титанових смуг, випробуваних на одновісний розтяг: а – симетричне вальцювання (уздовж), б – симетричне вальцювання (упоперек), в – асиметрична вальцювання (уздовж), г – асиметрична (упоперек)

На поверхні зламу зразків, провальцьованих за симетричною схемою (рис. 5.11, *а-б*), хоча і виявлено переважно ямкове руйнування, але явно простежуються сліди пор і ділянки міжчасткового руйнування, що свідчать про порошковий генезис структури вальцьованих стрічок. При використанні асиметричного

вальцювання руйнування зразка, випробуваного уздовж напряму вальцювання (рис. 5.11, в) практично повністю ямкове внутрішньо-кристалітне. Виявлена відмінність у формуванні зламу пояснюється тим, що після спікання при 1000 °С фізичний контакт між порошинками в напівфабрикатах сформований не повністю і подальша низькотемпературна деформація симетричним вальцюванням не призводить до його подальшого удосконалення. При асиметричному вальцюванні відбувається подальше вдосконаленні контакту. Причина – як і на стадії консолідації - наявність зсувної компоненти деформації, характерної для асиметричного вальцювання. Цікаво, вирізаний шо зразок, упоперек асиметричного вальцювання, проявляє деяку схильність до міжчасткового руйнування (рис. 5.11, г). Це, мабуть, пов'язано з тим, що зсувна деформація розвивається у напрямку вальцювання і локалізований зсув в першу чергу відбувається у міжчасткових границях, розташованих уздовж напрямку вальцювання. Важливо, що при асиметричному вальцюванні не лише міцнісні, але і пластичні характеристики виявляються вищими, ніж у компактного титану

В наших роботах [119, 144], присвячених впливу ступеню деформації на рівномірну деформацію титану, отриманого за ливарною технологією, було показано, що в сильно деформованих титанових листах рівномірна деформація не перевищує 1,5% із-за сильної структурної і кристалографічної анізотропії. В матеріалах, отриманих методами ІПД її вплив значно менше і, як показав Р.З. Валієв [97], в цьому випадку сильно деформований титан може демонструвати чималу рівномірну деформацію. Ю. Жу з співр. [145] показав, що компактний титан продеформований асиметричним вальцюванням до великого ступеню деформації демонструє не лише високе зміцнення, але і порівняно велику рівномірну деформацію ( $\varepsilon_{\text{рівн}} = 6$  %). З даних, представлених в таблиці. 5.3, видно, після асиметричного вальцювання порошкового титану рівномірна ЩО деформація значно вища, ніж після симетричної, Для зразків, випробуваних в подовжньому напрямі, її величина близька до значень, отриманим Ю. Жу на компактному титані.

Характеристика рівномірної деформації є критеріальним параметром для оцінки деформаційної здатності листів (deformoability) на стадії надання листовим виробам складної форми (шляхом штампування, глибокого витягнення). Тому можливість управління цією характеристикою за рахунок вдосконалення схеми вальцювання має важливе практичне значення.

Таким чином, представлені результати механічних випробувань свідчать про безперечну перспективність використання методу асиметричного вальцювання для отримання титанових смуг. Проте слід враховувати при використання асиметричного вальцювання розподіл напруження деформацій значно складніший, ніж при симетричній. Для отримання оптимальних структур і максимальних механічних характеристик потрібний ретельний вибір параметрів деформації, заснований на глибокому розумінні процесів що відбуваються у осередку деформації при такій схемі ІПД.

# 5.6 Висновки до п'ятого розділу

1. В матеріалах продеформованих методами ІПД деградації зміцнення не відбувається. Ці матеріали мають високий коефіцієнт лінійного зміцнення, що помітно перевищує границю плинності, і згідно критерію Консидера робить їх потенційно придатним для реалізації великої рівномірної деформації в наноструктурному стані. Певною перешкодою до реалізації цього потенціалу може бути наявність перенапружених внутрішніх границь, слугують джерелами зароджень тріщин і пор на стадії формування шийки при одновісному розтязі.

2. Температурна залежність коефіцієнтів лінійного зміцнення пропорційна температурній залежності границі плинності матеріалу як для рекристалізованих матеріалів, так і для матеріалів, оброблених за допомогою попередньої деформації.

3. При деформації за схемою ІПД коефіцієнт лінійного зміцнення співпадає або перевищує значення границі плинності в усьому діапазоні температур випробувань.

4. При повторній прокатці РККП титана істотно зростають значення границі плинності, але знижується коефіцієнт лінійного зміцнення.

5. При використанні асиметричного вальцювання лише на стадії формування порошкової смуги, і подальшої деформації за допомогою симетричного вальцювання, властивості виробів лише наближаються до властивостей литих компактних смуг. Для досягнення зіставних властивостей в цьому випадку потрібно менше додаткового вальцювання, чим при традиційній порошковій технології. При використанні асиметричного вальцювання як на стадії формування порошкової смуги, так і на стадії зміцнюючих вальцювань, механічні властивості смуги перевищують не лише характеристики аналогічної смуги, отриманої по традиційній порошковій технологією, але і властивості компактних титанових смуг, отриманих з литого матеріалу.

6. Метод асиметричного вальцювання перспективним для отримання титанових смуг. При оптимізації режимів асиметричного вальцювання розподіл напруження деформацій значно складніший, ніж при симетричній. Тому для отримання оптимальних структур і максимальних механічних характеристик потрібний ретельний вибір параметрів деформації, заснований на глибокому розумінні процесів що відбуваються у осередку деформації при такій схемі ІПД.

### ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

 Розроблена методологія визначення параметрів зміцнення сильно деформованих матеріалів з використанням випробувань на стиснення.
 Запропоновано обраховувати криві зміцнення в координатах швидкість зміцнення – деформація або швидкість зміцнення – напруження, що значно спрощує визначення силових та деформаційних параметрів, які відповідають переходу від параболічного до лінійного зміцнення.

2. Для отримання єдиного характеру зміцнення ОЦК і ГЩУ металів нормування треба проводити не лише на відношення модулів, але ще на відношення границі плинності. Як для рекристалізованих, так і попередньо деформованих матеріалів, температурна залежність коефіцієнту лінійного зміцнення співпадає з температурною залежністю границі плинності. Цей результат вказує на те, що термоактиваційна природа зміцнення визначається термоактивацією руху дислокацій.

3. Дослідження структурної чутливості параметрів зміцнення ОЦК – металів показали що:

- деформація, яка відповідає переходу від параболічного до лінійного зміцнення, різко зменшується зі зменшенням розміру зерна;

- деформуюче напруження в цій точці різко збільшується зі зменшенням розміру зерна. Структурна чутливість визначається не дислокаційними ефектами, а лише зростанням границі плинності;

- напруження деформаційного зміцнення, що розраховане з умови *σ*<sub>*dy*</sub> = σ – σ<sub>02</sub>, при цій критичній деформації практично не залежить від розміру зерна;

- структурна чутливість рівномірної деформації визначається чутливістю до розміру зерна кривої деформаційного зміцнення і її похідної по деформації. При певних співвідношеннях між цими параметрами рівномірна деформація може збільшуватися зі зменшенням розміру зерна;

- завдяки різкій структурній чутливості параметра *C* перехід від трансляційної моди до ротаційної відбувається до моменту шийкоутворення.

Наслідком є можливість в наноматеріалах визначати коефіцієнти лінійного зміцнення безпосередньо з кривих зміцнення при розтязі.

4. Методом дислокаційної динаміки встановлено, що процес зародження дисклінаційних стінок різко прискорюється за наявності границі зерна. Зерна послідовно залучаються до ротаційного механізму деформації. Розвиток ротаційного механізму деформації в полікристалі відбувається по естафетному механізму, причому це відбувається тим раніше, чим ближче одна до одної розташовані границі, інакше кажучи, чим менше розмір зерна.

5. Вперше встановлено ефект деградації коефіцієнта лінійного зміцнення при збільшенні попередньої деформації прокаткою. Ефект пов'язаний з переорієнтацією площин легкого ковзання в напрямку найбільш сприятливому до умов прокатки.

6. В матеріалах, продеформованих методами ІПД, деградації зміцнення не відбувається. Ці матеріали мають високий коефіцієнт лінійного зміцнення, що помітно перевищує границю плинності, і згідно критерію Консидера робить їх придатними до реалізації великої рівномірної деформації в наноструктурному стані. Певною перешкодою до реалізації цього потенціалу може бути наявність перенапружених внутрішніх границь, які служать джерелами зароджень тріщин і пор на стадії формування шийки при одновісному розтязі.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

- Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов / [В. И. Трефилов, В. Ф. Моисеев, Э. П. Печковский и др.]; под ред. В. И. Трефилова. Киев: Наук. думка, 1987. 245 с.
- Некоторые закономерности деформационного упрочнения поликристаллических молибденовых сплавов / И. Д. Горная, В. Ф. Моисеев,
   Э. П. Печковский, В.И. Трефилов // Проблемы прочности. –1986. № 5. С. 77–82.
- Трефилов В.И. Физические основы прочности тугоплавких металлов / В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман, С.А. Фирстов. – К.: Наукова Думка, 1975. – 315 с.
- Фирстов С.А. Дислокационная субструктура и деформационное упрочнение ОЦК-металлов / С.А. Фирстов, Г.Ф. Саржан // Известия вузов, Физика. – 1991. – Т. 34, Вып. 3. – с. 23–34.
- Грайворонский Н.В. Механизм деформационного упрочнения ОЦКполикристаллов и кривая напряжение-деформация/ Н.В. Грайворонский, Г.Ф. Саржан, С.А. Фирстов // Металлофизика и новейшие технологии. – 1997. – Т. 19, № 1. – С. 2–9.
- Фирстов С.А. Деформация и дислокационные явления в материалах / С.А. Фирстов, Є.П. Печковский // Неорганические материалы. – 2008. – Т. 1. – С. 568–616
- 7. Подрезов Ю.Н. Два похода к анализу кривых деформационного упрочнения / Ю.Н. Подрезов, С.А. Фирстов // Физика и техника высоких давлений. 2006.
   Т. 16, № 4. С. 37–48.
- Моисеев В.Ф. Эффективный показатель деформационного упрочнения металлов/ В.Ф. Моисеев // Металлофизика и новейшие технологии. – 2001. – № 23. – С. 387–399.

- Подрезов Ю.Н. Структурная чуствительность параметров упрочнения / Ю.Н. Подрезов // Физика и техника высоких давлений.– 2010. – Т. 20, № 4. – С. 45– 58.
- Печковский Э.П. Физическое обоснование диаграммы истинная деформация

   температура поликристаллических ОЦК-металлов / Э.П. Печковский //
   Проблемы прочности. 2000. № 4. С. 104–117.
- Печковский Э.П. Анализ результатов механических испытаний металлов методом построения диаграмм структурных состояний / Э.П. Печковский // Проблемы прочности. – 2001. – № 5. – С. 29–40.
- Kocks U.F. Physics and phenomenology of strainhardening: the FCC case / U.F. Kocks, H. Mesking / Progress in Materials Science. – 2003. – V. 48 – P. 171–273.
- Конева Н.А. Закономерности субструктурного упрочнения / Н.А.Конева, Э.В.
   Козлов // Известия вузов, Физика. 1991. № 3. С. 56–70.
- 14. Конева Н.А. Физическая природа стадийности пластической деформации / Н.А.Конева, Э.В. Козлов // Известия вузов, Физика. 1990. № 2. С. 89–106.
- 15. Основы пластической деформации наноструктурных материалов / [А.М. Глезер, Н.А. Конева, Э.В. Козлов и др.]. Москва: Физматлит, 2016. 301 с.
- А.М. Глезер Принципы создания многофунциональных конструкционных материалов нового поколения / А.М. Глезер // Успехи физических наук. – 2011. – Т. 182, №5. – С. 559–566.
- Давиденков Н.Н. Анализ напряженного состояния в шейке растянутого образца / Н.Н. Давиденков, Н.Н. Спиридонова // Заводская лаборатория. – 1945. – Т. 11, №6. – С. 583–593.
- Zehetbauer M. Cold work hardening in stages IV and V of F.C.C. metals I. Experiments and interpretation./ M. Zehetbauer, V. Seumer //Acta metal. mater. – 1993. – Vol. 41, No. 2. – P. 577–588.
- Zehetbauer M. Effects of stress-aided static recovery in iteratively cold-worked aluminium and copper / M. Zehetbauer, D. Trattner // Materials science and engineering. –1987. –V. 89. – P. 93–101.

- 20. Langford G. Strain Hardening of Iron by Severe Plastic Deformation / G. Langford,
  M. Cohen // Trans. of the ASM. 1966. V. 62. P. 623-637.
- Clenn R.C. Electron microscope observation of wire-drawn and rolled steel in two and three jrthogonal sections / R.C. Clenn, G. Langford, A.S. Keh // ASM Trans Quan – 1969 – V.62. – P. 285–299.
- Tompson A.W. Substructure strengthening mechanisms / A.W. Tompson //Met. Trsns. -1977. - V. 8, Iss. 6. - P. 833-842.
- Mugrhrabi H. A two-parameter description of heterogeneous dislocation distributions in deformed metal crystals / H. Mugrhrabi // Mat. Sci. and eng. – 1987. – V. 85. – P. 15–31.
- 24. Nes E. Modelling o f work hardening and stress saturation in FCC metals / E. Nes
  // Progress in Materials Science. 1997. V. 41. P. 129–195.
- Prins F. The evolution of plastic resistance in large straine plastic flow of single phase subgraine forming metals / F.Prins // Acta metal. – 1984. –V. 32, No.7.– P. 1021–1034.
- Gil Sevillano J. Large strain work hardening and textures / J. Gil Sevillano, P. Van Houtte, E. Aernoudt // Prog. Mater. Sci. –1980. – V. 25, Iss. 2–4. – P. 69–104.
- 27. Estrin Y. A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation / Y. Estrin // Acta met. 1998. V. 46, No. 15. P. 5509–5522.
- Estrin Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science / Y. Estrin, A. Vinogradov // Acta Materialia. –2013. V. 61 Iss. 3. P. 782–817.
- Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / В.В.
   Рыбин. Москва: Металлургия, 1986. 224 с.
- Коллективные деформационные процессы и локализация деформации/ [В.А. Лихачев, В.Е. Панин, Е.Э. Засимчук и др.]. К.: Наукова думка, 1989. 317 с.
- Вергазов А.Н. Исследование фрагментированной структуры, образующейся в молибдене при активной пластической деформации / А.Н. Вергазов, В.А. Лихачев, В.В. Рыбин // ФММ. – 1976. – Т.42, вып. 6. – С. 1240–1246.

- Рыбин В.В. Структурно-кинетические аспекты физики развитой пластической деформации/ В.В. Рыбин // Известия вузов, Физика. 1991. –Т. 34, вып. 3. С. 7 –22.
- Ланин В.Е. Структурные уровни деформации твердых тел / В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. – Новосибирск: Наука, 1985. – 230 с.
- 34. Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена / [В. И. Трефилов, Ю.В. Мильман, Иващенко Р.К. и др.]; под ред. В. И. Трефилова. Киев: Наукова думка, 1983. 232 с.
- 35. Эволюция дислокационной структуры в ОЦК-металлах / В.И. Трефилов, С.А. Фирстов, А. Люфт, К. Шляубитц // Проблемы физики твердого тела и материаловедения. – 1976. – С. 97–112.
- 36. Исследование структурныхизменений при деформации поликристаллического ванадия / [Ю.Е. Зубец, В.А. Манилов, Г.Ф. Саржан и др.] // ФММ. −1978. −Т. 45, вып. 2. – С. 403–409.
- Структурные изменения при деформации малолегированного молибдена/ [Я.М. Виторский, С.Н. Каверина, Ю.Е. Зубец и др.].// ФММ. – 1972. –Т. 33, вып. 4. – С. 831–837.
- 38. Изучение структурных состояний хрома в зависимости от условий деформации / [Ю.Е. Зубец, В.А. Манилов, Г.Ф. Саржан и др.]. // ФММ. – 1969. – Т. 28, вып. 6. – С. 1055–1063.
- 39. Takeuchi T. Temperature dependence of work-hardening rate in iron single crystals / T. Takeuchi // J. Phys. Soc. Jap. 1969. V. 26, No. 2. P. 354–362.
- Dobromyslov A.V. Effect of normal stress of molybdenum single crystals at slip on the plane / A.V. Dobromyslov, G.V. Dolgikh, I.A. Pereturina // Phys. status solidi A. – 1984. – V. 87, No. 1. – P. 559–563.
- 41. Температурная зависимость предела текучести и дислокационная структура монокристаллов твердых растворов ниобий–молибден / Н.Е. Носкова, И.А. Перетурина, Н.Ф. Виледанова, В.А. Павлов // ФММ. 1977. Т. 43, вып. 5. С. 1063 1068.

- Ashby M.F. A first report on deformation-mechanism maps / M.F. Ashby // Acta met. – 1972 – V.20, No. 2. – P. 887–895.
- 43. Schultz H. Point defects in the B. C. C. metals / H. Schultz // Mater. Sci. and Eng. 1968. –V.3, No. 1. P. 189 –193.
- 44. Конрад Г. Текучесть и прерывистое течение ОЦК-металлов при низких температурах / Г. Конрад // Структура и механические свойства металлов. М.: Металлургия, 1967. С. 225–254.
- 45. Бабий О.А. Грайворонский Н.В. Статтистические иследования соотношений на границах зерен в спеченных материалах / О.А. Бабий, Н.В. Грайворонский //Новые порошкове материалы и технологи в машиностроении. – 1988. – С. 64–68.
- 46. Горная И.Д. Особенности структурных изменений в поликристаллическом молибдене при активной деформации / И.Д. Горная Н.В. Грайворонский // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 1989. – С. 77–84.
- 47. Грайворонский Н.В. Особенности структурных изменений в поликристаллическом молибдене при активной деформации / Н.В. Грайворонский, Фирстов С.А. // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 1989. – С. 85–92.
- 48. Закономерности структурообразования при пластической деформации порошкового железа/ Н.И. Даниленко, Ю.Н. Подрезов, А.Г. Жердин, Д.В Падалко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 1993. – вып. С. 25-34.
- Даниленко Н.И. О структурной чувствительности механических свойств предварительно деформированных ОЦК-металлов./ Н.И. Даниленко, Ю.Н. Подрезов, Д.Г. Вербило // Электронная микроскопия и прочность материалов. –1996. – С. 56-64.
- Рид В.Т. Дислокации в кристаллах / В.Т. Рид. М.: Металлургиздат. 1957. 275 с.
- 51. Владимиров В.И. Дисклинации в кристаллах / В.И. Владимиров, А.Е. Романов. Л.: Наука, 1986. 223 с.

- Белл Дж. Экспериментальные основы механики деформируемых тел / Дж. Белл – М.: Наука, 1984. – 287 с.
- 53. Фридель Ж. Дислокации./ Ж. Фридель. М.: Мир, 1967. 643 с.
- 54. Структурная чувствительность параметров деформационного упрочнения сплавов системы Ti-Si-Al-Zr / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, А.В. Котко [и др.] // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2007. – Вып. 14. – С. 33-39.
- 55. Voce E. The relationship between stress and strain for gamogeneous deformation / E. Voce // J. Inst. Metals. 1948. V. 74, No. 7. P. 537–562.
- Nix W. Time-dependent deformation of metals / W. Nix, J. Gibeling, D. Hugher // Metallurgical Transactions A. – 1985. – V. 16. – P. 2215 – 2226.
- 57. Schafler E. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis / E. Schafler, M. Zehetbauer, T. Ungar //Materials Science and Engineering. – 2001. – V. A319 – 321. – P. 220 – 223.
- A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation / Y. Estrin, L.S. To'thb, A. Molinari, Y. Bre'chet / Acta Materialia. – 1998. –V. 46, Iss. 15. – P. 5509–5522.
- Tóth L.S. Strain hardening at large strains as predicted by dislocation based polycrystal plasticity model / L.S. Tóth, A. Molinari Y. Estrin // J Eng. Mater. Technol. – 2001–V. 124. – P. 71–77.
- Les P. Evolution of Microstructural Parameters in Large Strain Deformation: Description by Zehetbauer's Model / P. Les, M. Zehetbauer // Key. Eng. Mater. – 1994. –; V. 97–98 – P. 335–340.
- Zehetbauer M. Cold work hardening in stages IV and V of F.C.C. metals II. Model fits end physical results / M. Zehetbauer //Acta metal. mater. –1993. – V. 41. – P. 589–599.
- 62. Strain rate sensitivity of ultrafine-grained materials/ H.W. Höppel, J. May, P. Eisenlohr, M. Göken // Z. Metall. 2005. –V.96 P. 566–572.

- Höppel, H.W Enhanced strength and ductility in ultrafine-grained aluminum produced by accumulative roll bonding/ H.W. Höppel, J. May, M. Göken, //Adv. Eng. Mater. – 2004. –V. 6. –P. 219–222.
- Markushev M. Severe plastic deformation: towards bulk production of nanostructured materials. / M. Markushev A. Vinogradov //Nova Science Publishers. – 2006. – P. 233–442.
- 65. Fatigue properties of 5056 Al-Mg alloy produced by equal-channel angular pressing / [A. Vinogradov, S. Nagasaki, V. Patlan et al.]. //Nanostruct Mater. 1999. V. 11. P. 925-940.
- 66. Estrin Y. Ultrafine grained aluminium alloys: processes, structural features and properties / Y. Estrin, M.Yu. Murashkin R.Z. Valiev // Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications. – 2010.– P. 468–503.
- Cyclic response of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing / V. Patlan, K. Higashi, K. Kitagawa, A. Vinogradov //Kawazoe Mater. Sci. Eng. – 2001. –V. 319 – 587–594.
- Fatigue life of fine-grain Al–Mg–Sc alloys produced by equal-channel angular pressing,/ A. Vinogradov, A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov // Mater. Sci. Eng. – 2003.– V. 349. –P. 318–326.
- Improvement of High-Cycle Fatigue in a 6061 Al Alloy Produced by Equal Channel Angular Pressing/ C.S. Chung, J.K. Kim, H.K. Kim W.J. Kim // Mater. Sci. Eng. –2002. – V. 337 – P. 39–44.
- 70. Cavaliere P. Effect of Sc and Zr additions on the microstructure and fatigue properties of AA6106 produced by equal-channel-angular-pressing / P. Cavaliere, M. Cabibbo // Materials Characterization 2008. V. 59. P. 197–203.
- Mechanical properties of aluminum alloys processed by SPD: Comparison of different alloy systems and possible product areas / H.J. Roven, H. Nesboe, J.C. Werenskiold, T. Seibert // Mater. Sci. Eng. – 2005 – V.410–411. – P. 426–429.
- 72. Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure/ T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe K. Higashi // Scripta. Mater. -2001. -V.45. - P. 89-94.

- 73. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route A equal channel angular extrusion: Experiments and simulations/ [S.R. Agnew, P Mehrotra, TM Lillo et al.]. // Acta Mater. – 2005. – V. 53, Iss. 11 –P. 3135 –3146.
- Zuberova Z. The effect of deformation processing on tensile ductility of magnesium alloy AZ31 / Z. Zuberova, I. Sabirov, Y. Estrin. // Metallic Materials. – 2011. –V. 49. – P. 29–36.
- 75. The effect of warm equal channel angular extrusion on ductility twinning in magnesium alloy ZK-60 / R. Lapovok, P.F. Thomson, R. Cottam, Y. Estrin // Mater. Trans. – 2004. –V. 45. – P. 2192–2199.
- 76. Figueiredo R.B. Record superplasticity in a magnesium alloy processed by equalchannel angular pressing / R.B. Figueiredo, T.G. Langdon // Adv. Eng. Mater. – 2008. –V. 10. – P.37–40.
- 77. Figueiredo R.B. Principles of grain refinement and superplastic flow in magnesium alloys processed by ECAP / R.B. Figueiredo, T.G. Langdon // J Mater Sci Eng. 2009. V. 501. P. 105-114.
- 78. Enhanced Superplasticity in a Magnesium Alloy Processed by Equal-Channel Angular Pressing with a Back-Pressure / R. Lapovok, Y. Estrin, M.V. Popov, T.G. Langdon // Adv. Eng. Mater. – 2008. – V.10 – P. 429–433.
- Valiev R. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties/ R. Valiev // Nature Materials. – 2004. – V. 3. – P. 511–516.
- Cyclic deformation behaviour of ultrafine grain size copper produced by equal channel angular extrusion / [H.W. Höppel, M Brunnbauer, H Mughrabi et al.]. // Phil Mag. – 2002. – V. 82. –P. 1781–1794.
- Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper / H.W. Hoppel, Z.M. Zhou, H. Mughrabi, R.Z. Valiev // Philos. Mag. – 2002. – V. 82. – P. 1781–1794.
- High tensile ductility in a nanostructured metal / Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma // Nature. 2002. V.419. P. 912–915.

- Berbenni S. Impact of the grain size distribution on the yield stress heterogeneous materials / S. Berbenni V. Favier, M. Berveiller // Int. J. Plasticity. – 2007. –V. 23. –P. 114–142.
- Pozdnyakov V.A. Ductility of nanocrystalline materials with a bimodal grain structure / V.A. Pozdnyakov // Tech. Phys. Lett. – 2007. – V. 33, Iss. 12. – P. 1004–1006.
- 85. Figueiredo R.B. The development of superplastic ductilities and microstructural homogeneity in a magnesium ZK60 alloy processed by ECAP / R.B. Figueiredo T.G. Langdon // Materials Science and Engineering. 2006. V. 430, Iss. 1–2. P. 151–156.
- 86. Holt D.L. Dislocation Cell Formation in Metals / D.L. Holt // J Appl Phys. 1970.
   V. 41. –.P. 3197-3201.
- Critical grain size for dislocation storage and consequences for strain hardening of nanocrystalline materials / O. Bouaziz, Y. Estrin, Y. Bréchet, J.D. Embury // Scripta Mater. – 2010. – V. 63, Iss. 5. – P. 477–479.
- Dislocation density-based modeling of deformation behavior of aluminium under equal channel angular pressing / S. C. Baik Y.Estrin H. S.Kim R.J. Hellmig // Materials Science and Engineering. – 2003. – V. 351, Iss.1–2. –P. 86 –97.
- Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes / [F. Dalla Torre, R. Lapovok, J. Sandlin, et al.]. // Acta Materialia. –2004. – V. 52, Iss. 16. – P. 4819 – 4832.
- Kopilov V.I. Ultimate graine refinement by ECAP: experiment and theory/ V.I. Kopilov, V.N. Chuvil'deev //Nanostructure materials by high-pressure sever plastic deformation. – 2006. – V. 212. – P. 69–75.
- 91. Борисовская Е.М. Динамика структурных перестроек с учетом процесса зарождения дислокаций / Е.М. Борисовская, Ю.Н. Подрезов, С.А. Фирстов // Электронная микроскопия и прочность матер. – 2007. – Вып. 14. – С. 3 – 11.
- 92. Gradient Structure Formation by Severe Plastic Deformation / M. Danylenko, V. Gorban, Yu. Podrezov // Nanomaterials by sever plastic deformation (Edited by Zenji Horita. Ttp Trans Tech publications Switherland-Germany-UK-USA)/

Proceeding of the 3th International conference on nanomaterials by Severe Plastic Deformation held in Fukuoka, Japan on September 22-26. – 2005. – P. 787-792.

- 93. Вербило Д.Г. Особенности расчета истинных кривых нагружения при кручении / Д.Г. Вербило // Проблемы прочности. 2011. №3. С. 110–122.
- 94. Valiev R. Structure and properties of ultra fine –grained materials produced by severe plastic deformation / R. Valiev, A. Korznikov, R. Milyukov // Mater. Sci. and Eng. – 1993. – V. 168. – P. 141–148.
- 95. Валиев Р.З. Нанокрислаллические материалы, полученные путем интенсивной пластической деформации / Р.З. Валиев, И. В. Александров. М.: Логос, 2000 272 с.
- 96. Валиев Р.З. Создание объемных наноструктурных материаловметодами интенсивной пластической деформации для инновационных применений в технике и медицине/ Р.З. Валиев // ФТВД. – 2008. – Т. 18, № 4. – С. 9 – 17.
- 97. R.Z. Valiev, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R.Z. Valiev, T.G. Langdon //Progress in Materials Science. – 2006. –V. 51 – P. 881–981.
- 98. Бриджмен Б. Иследование больших пластических деформаций и разрыва / Б. Бриджмен. М.: Изд-во иностр. Лит., 1955. 44 с.
- 99. Процессы пластического структурообразования металлов / [В. М. Сегал, В. И. Резников, В. И. Копылов и др.]. Минск: Наука и техника, 1994. 232 с.
- 100. Segal V.M. Materials processing by simple shear / V.M. Segal // Materials Sci. Eng. A. - 2002. - V. 197. - P. 157-164.
- 101. Kopylov V.I. Application ECAP technology for producing nano- and microcristalline marerials. / V.I. Kopylov // Investigation and Application of Severe Plastic Deformation. Proc. of NATO ARW, Moscow, Russia, 1999 / Ed. by Lowe T.C. and Valiev R.Z. – KAP: Netherland. – P. 23 – 29.
- 102. Effect of strain path on structure and mechanical behavior of ultra-fine grain Cu–Cr alloy produced by equal-channel angular pressing / A.Vinogradov, T. Ishida, K. Kitagawa, V.I. Kopylov // Acta Materialia. – 2005. – V. 53, Iss. 8. – P. 2181–2192.

- 103. Beygelzimmer Y. On ultrafine grained materials: properties and structure / Y. Beygelzimmer, V. Varyukhin, D. Orlov // Proceedings of the Second Int. Symp., Los Alamos Nat. Lab. Edition. 2002. P. 234–238.
- 104. Microstructural evolution of titanium under twist extruzion / Y. Beygelzimer, V.Varyukhin, D. Orlov [et al.] // Ultrafine Grained Materials: Processing and structure, Washington. – 2002. – P. 137–142.
- 105. Сравнительный анализ структуры и свойств безкислородной меди после различных способов интенсивной пластической деформации / С.В. Добаткин, Г.А. Салищев, А.А. Кузнецов [и др.] // Физика и техника високих давлений. – 2006. – Т. 16, № 4. – С. 23–36.
- 106. Структурные и текстурные изменения в нержавеющей стали X18H10T при деформации способом прокатка-волочение / В.Н. Выдрин, В.Я. Гольдштейн, Л.М. Агеев [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 1976. – Т. 41, №3. – С. 46–64.
- 107. Получение полос из порошка титана с использованием технологии асимметричной прокатки / К.А. Гогаев, В.С. Воропаев, Ю.Н. Подрезов [и др.]
   // Порошковая металлургия. 2012. № 9/10. С. 11–20.
- 108. Трефилов, В.И. Дисперсные частицы в тугоплавких металлах / В.И. Трефилов, В.Ф. Моисеев. – Киев: Нукова думка, 1978. – 240 с.
- 109. О влиянии локальных внутренних напряжений на особенности интеркристаллитного разрушения сплавов молибдена в области вязкохрупкого перехода / В.А. Денисюк, А.С. Драчинский, Ю.Н. Подрезов, В.И. Трефилов // Проблемы прочности. – 1979. – № 8. – С. 68–78.
- 110. Кроха В.А. Кривые упрочнения металлов при холодной деформации / В.А. Кроха. М.: Машиностроение, 1968. 131 с.
- 111. Влияние параметров дислокационной структуры на скорость деформационного упрочнения железа и титана / Ю. Н. Подрезов, Д. Г. Вербило, В. І. Даниленко [и др.] // Наноструктурное материаловедение. 2007. № 1. С. 52–65.

- 112. Подрезов Ю. Н. Анализ влияния повторной деформации на механическое поведение образцов титана, продеформированных методом винтовой экструзии / Ю. Н. Подрезов, В. И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2009. – Вып. 16. – С. 68-79.
- 113. Mechanical stability of individual austenite grains in TRIP steel studied by synchrotron X-ray diffraction during tensile loading / R. Blondé, E. Jimenez-Melero, L. Zhao [et al.] // Materials Science & Engineering. –2014. – V. 618. P. 280–287.
- 114. Малыгин Г.А. Пластичность и прочность микро и нанокристалличных материалов / Г.А. Малыгин //Физика твердого тела. – 2007. –Т. 49, Вып. 8. – С. 961–982.
- 115. Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности сильнодеформированных материалов / Ю. Н. Подрезов, В. И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений.– 2012. Т. 22, № 4. С.47-60.
- 116. Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности деформированных материалов / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // 12-я Международная конференция "Высокие давления-2012. Фундаментальные и прикладные аспекты", Судак, Крым, Украина, 2012. – С. 115.
- 117. Подрезов Ю. Н. Анализ параметров упрочнения молибдена, испытанного при разных температурах / Ю. Н. Подрезов, В. І. Даниленко, И. Д. Горная // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2008. Вып. 15. С.43 –50.
- 118. Подрезов Ю. Н. Влияние размера зерна на параметры упрочнения / Ю. Н. Подрезов, В. І. Даниленко, В. А. Писаренко // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2010. Вып. 17. С.21-32.
- 119. Подрезов Ю.Н. Особенности упрочнения при формировании деформационной нано-структуры / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 3-4. – С.90-101.

- 120. Подрезов Ю.Н. Структурная чувствительность равномерной деформации в области нанозерен / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, С.А. Фирстов // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 1-2. – С.66-89.
- 121. Hall E.O. The Deformation and Ageing of Mild Steel/ E.O. Hall // Proc. Phys. Soc.
   1951. V. 64, Iss. 9. P. 747-753.
- 122. Petch N.J. The Cleavage Strength of Polyerystals / N.J. Petch // J. Iron and Steel Inst. – 1953. – V. 174, Iss. 1. – P. 25–28.
- 123. Конрад Х. Модель деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения материалов./ Х. Конрад // Сверхмелкое зерно в металлах. – М. Металлургия, 1973. – С. 206 –219.
- 124. Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous materials / M.F. Ashby // Philosophical Magazine. 1970. V. 21, Iss. 170. P. 399 424.
- 125. Crystal plasticity model with enhanced hardening by geometrically necessary dislocation accumulation // L.P. Eversa, D.M. Parks, W.A.M. Brekelmans, M.G.D. Geersb // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 2002. –V. 50. – P. 2403–2424.
- 126. Hansen N. The effect of grain size and strain on the tensile How stress of copper at room temperature/ N. Hansen // In: Haasen, P., Gerold, V., Kostorz, G. (Eds.), Proceedings of the 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys. Vol. 2. Pergamon Press, Oxford. – 1979. – P. 849–854.
- 127. Arsenlis A. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically stored dislocation density / A. Arsenlis, D.M. Parks, // Acta Mater. 1999. V. 47. P. 1597–1611.
- 128. Sarafanov G.F. Screening of the Disclination Elastic Field by a System of Dislocations/ G.F. Sarafanov,V.N. Perevezentsev.// Technical Physics Letters. – 2005. – № 31. – C. 936–938.
- 129. Changes in misorientations of grain boundaries in titanium during deformation / G. Salishchev, S. Mironov, S. Zherebtsov, A. Belyakov // Materials Characterization. –2010. V. 61, Iss.7. P. 732 –739.

- Recent developments of SPD processing for fabrications of bulk nanostructured materials/ R.Z. Valiev // Materials Science Forum. – 2003.– V. 426-432. – P. 237– 244.
- 131. Wang Y.M. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal / Y.M. Wang, E. Ma // Acta Materialia. – 2004. –V. 52. – P. 1699 – 1709.
- 132. Sarafanov G.F. Computer simulation of terminated sub-boundary formation in the disclinatio elastic field / G.F. Sarafanov, V.N. Perevezentsev // Materials Science and Engineering A. – 2009. – V. 503 – C. 137–140.
- 133. Борисовская Е.М. Динамика структурных перестроек с учетом процесса зарождения дислокаций./ Е.М. Борисовская, Ю.Н. Подрезов, С.А. Фирстов // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2007. № 14. С. 3–11.
- 134. О влиянии границ зерен на переход от трансляционного к ротационному механизму деформации / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, Е.М. Борисовкая // Физика и техника высоких давлений.– 2016. Т. 26, № 1-2. С.28-37.
- 135. Semenov V.I. Computer simulation of drawing process with shear / V.I. Semenov,
  A.G. Raab // Machines, Technolgies, Materials. 2012. V. 11. P. 41–46.
- 136. Хирт Дж. Теория дислокацій /Дж. Хирт, Н. Лоте.– М.: Атомиздат, 1972. 599 с.
- 137. Концепція "корисних" домішок і механічні властивості наноструктурованих плівок хрому та молібдену / С.О. Фірстов, Т.Г. Рогуль, В.Л. Свешников [и др.] // ФХММ. – 2006. – Т. 42, № 1. – С. 113–119.
- 138. Андриевский Р.А. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. II Механические и физические свойства / Р.А Андриевский, А.М. Глезер // ФММ. – 2000. – V. 89, вып. 1. – С. 91 –112
- 139. Mechanisms of subgrain coarsening and its effect on the mechanical properties of carbon-supersaturated nanocrystalline hypereutectoid steel / Y.J. Li, A. Kostka, P. Choi [et al.] // Acta Materialia. – 2015. – V. 84. – P. 110–123.

- 140. Segregation Stabilizes Nanocrystalline Bulk Steel with Near Theoretical Strength / Y.J. Li, D. Raabe, M. Herbig [et al.] // Phys. Rev. Lett. 2014. V. 113. P. 106104.
- 141. Evolution of strength and microstructure during annealing of heavily cold-drawn
  6.3 GPa hypereutectoid pearlitic steel wire / J. Li, P. Choi, S. Goto [et al.] // Acta
  Mater. 2012. V. 60. P. 4005-4016.
- 142. Вплив деформаційної субструктури на механічні властивості сталі 20Х / Ю.
  Н. Подрезов, В. И. Даниленко, С. А. Фирстов [и др.] // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2015. Вып. 21. С. 47–55.
- 143. Особенности прокатки упрочненных композитов на основе железа / В.И. Даниленко, А.К. Радченко, К.А. Гогаев [и др.]// Материалы Международнай конференции "Порошковая металургия: ее сегодня и завтра", Киев, Украина, 2012. – С. 108.
- 144. Подрезов Ю.Н. Линейное упрочнение при больших деформациях / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2012. – Вып. 18. – С.92–103.
- 145. Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility / Yu. Zhu, X. Wu, G. Wu[ et al.] // PNAS. – V. 112, No. 47. – P. 14501 – 14505.
- 146. Fundamentals of Superior Properties in Bulk NanoSPD Materials / R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, Y.Estrin [et al.] // Mater.Res.Lett. 2016. Vol. 4, No. 1. P. 1–21.
- 147. Пашинская Е.Г. Физико-механические основы измельчения структуры при комбинированной пластической деформации / Е.Г. Пашинская. – Донецк: Вебер, 2009. – 352 с.
- 148. Danilenko V.I. Mechanical properties of titanium deformed by twist extrusion / V.I. Danilenko, Yu.M. Podrezov, L.V. Sukach // Міжнародна конференція "До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень", Київ, Україна, 2007. – С. 34.
- 149. Твердость деформированного титана, полученного разными схемами деформации / Ю.Н. Подрезов, Н.Д. Рудык, В.И. Даниленко [и др.] // Физика и техника высоких давлений.– 2009. Т. 19, № 4. С. 101–110.
- 150. Поверхностное упрочнение изделий сложной формы с использованием комплексних схем деформирования / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.Д. Рудык [и др.] // Электронная микроскопия и прочность материалов. 2013. Вып. 19. С. 7–14.
- 151. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. Ш. Анализ процесса контактообразования в порошковом титане по результатам исследования физико-механических свойств при спекании / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, В.А. Назаренко [и др.] // Порошковая металлургия. 2009. № 3/4. С. 98–110.
- 152. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. IV. Физико-механические свойства и закономерности контактообразования в порошковом титане, полученном горячим динамическим прессованием / Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, В.И. Даниленко [и др.] // Порошковая металлургия. 2009. № 5/6. С. 60–68.
- 153. Назаренко В.А. Материалы на основе титана, полученные методами порошковой металлургии. / В.А. Назаренко // Вісник Донбаської державної машинобудівної академії. – 2010. – № 2(19). – С. 203–207.
- 154. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. V Свойства титановой ленты полученной прокаткой порошка / К.А. Гогаев, В.А. Назаренко, В.А. Воропаев [и др.] // Порошковая металлургия.– 2009. – № 11/12. – С. 68–67.
- 155. Получение высокопрочных титановых лент путем консолидации порошка с использованием технологии ассиметричной прокатки / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, К.А. Гогаев [и др.] // Физика и техника высоких давлений. 2016. Т. 26, № 3-4. С. 5–19.

- 156. Применение асимметричной прокатки для упрочнения компактного и пористого титана / К.А. Гогаев, В.С. Воропаев, Д.Г. Вербило [и др.] // Физика и техника высоких давлений. – 2007. – Т. 17, № 1. – С. 103–109.
- 157. Воропаев В.С. Влияние величины рассогласования при асимметричной прокатке порошков на эпюру суммарного нормального контактного напряжения / В.С. Воропаев // Технологические системы. 2012. № 4(61). С. 26–30.
- 158. Гогаев К.А. Асимметричная прокатка металлических порошков II. Угловые параметры асимметричной прокатки / К.А. Гогаев, Г.Я. Калуцкий, В.С. Воропаев // Порошковая металлургия. – 2009 – №5/6 – С. 35–42.
- 159. Математическая модель определения параметров порошковой ленты / К.А. Гогаев, В.А. Назаренко, В.А. Воропаев [и др.] // Порошковая металлургия. 2009. № 11/12. С. 51–60.

## **ДОДАТОК**

## Список опублікованих праць за темою дисертації:

- Влияние параметров дислокационной структуры на скорость деформационного упрочнения железа и титана / Ю.Н. Подрезов, Е.М. Борисовская, Д.Г. Вербило, В.И. Даниленко, Я.И. Евич, В.А. Писаренко, С.А. Фирстов // Наноструктурное материаловедение. – 2007. – № 1. – С. 52-65.
- Структурная чувствительность параметров деформационного упрочнения сплавов системы Ti-Si-Al-Zr / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, А.В. Котко, С.А. Фирстов, Я.И. Евич, Н.Н. Кузьменко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2007. – Вып. 14. – С. 33-39.
- Подрезов Ю.Н. Анализ параметров упрочнения молибдена, испытанного при разных температурах / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, И.Д. Горная // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2008. – Вып. 15. – С. 43-50.
- Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. III. Анализ процесса контактообразования в порошковом титане по результатам исследования физико-механических свойств при спекании / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, А.В. Вдовиченко, О.С. Коряк // Порошковая металлургия. – 2009. – № 3/4. – С. 98-110.
- 5. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его Физико-механические получения. IV. свойства И закономерности контактообразования порошковом титане, полученном В горячим динамическим прессованием / Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, А.В. Лаптев, А.И. Толочин, В.И. Даниленко, О.С. Коряк // Порошковая металлургия. – 2009. – № 5/6. – С. 60-68.
- 6. Твердость деформированного титана, полученного разными схемами деформации / Ю.Н. Подрезов, Н.Д. Рудык, В.И. Даниленко, Р.Ю. Кулагин,

А.В. Решетов, Я.Е. Бейгельзимер // Физика и техника высоких давлений.–
2009. – Т. 19, № 4. – С. 101-110.

- Подрезов Ю.Н. Анализ влияния повторной деформации на механическое поведение образцов титана, продеформированных методом винтовой экструзии / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2009. – Вып. 16. – С. 68-79.
- Подрезов Ю.Н. Влияние размера зерна на параметры упрочнения / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, В.А. Писаренко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2010. – Вып. 17. – С. 21-32.
- Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности сильнодеформированных материалов / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений.– 2012. – Т. 22. – № 4. – С. 47-60.
- Подрезов Ю.Н. Линейное упрочнение при больших деформациях / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2012. – Вып. 18. – С. 92-103.
- Поверхностное упрочнение изделий сложной формы с использованием комплексних схем деформирования / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.Д. Рудык, С.А. Фирстов, С.Е. Шейкин, С.Ф. Студенец, Д.А. Сергач, А.Г. Рааб// Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2013. – Вып. 19. – С. 7-14.
- Структурная чувствительность равномерной деформации в области нанозерен / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, С.А. Фирстов // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 1-2. – С. 66-89.
- Подрезов Ю.Н. Особенности упрочнения при формировании деформационной наноструктуры / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений.– 2015. – Т. 25, № 3-4. – С. 90-101.
- 14. Вплив деформаційної субструктури на механічні властивості сталі 20Х / Ю.М. Подрезов, В.І. Даниленко, Н.М. Марченко, В.А. Назаренко, С. О.

Фирстов // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2015. – Вып. 21. – С. 47-55.

- О влиянии границ зерен на переход от трансляционного к ротационному механизму деформации / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, Н.М. Марченко, Е.М. Борисовкая // Физика и техника высоких давлений.– 2016. Т. 26, № 1-2. С. 28-37.
- Получение высокопрочных титановых лент путем консолидации порошка с использованием технологии ассиметричной прокатки / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко, К.А. Гогаев, В.С.Воропаев, Я.И. Евич // Физика и техника высоких давлений. – 2016. – Т. 26, № 3-4. – С. 5-19.
- Danilenko V.I. Mechanical properties of titanium deformed by twist extrusion / V.I. Danilenko, Yu.M. Podrezov, L.V. Sukach // Міжнародна конференція "До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень", Київ, Україна, 2007. – С. 34. (Очна участь)
- Подрезов Ю.Н. Феноменология модуля пластичности деформированных материалов / Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко // 12-я Международная конференция "Высокие давления-2012. Фундаментальные и прикладные аспекты", Судак, Крым, Украина, 2012. – С. 115. (Очна участь)
- Даниленко В.И. Особенности прокатки упрочненных композитов на основе железа / В.И. Даниленко, А.К. Радченко, К.А. Гогаев, Л.А. Радченко, Н.Ф. Гадзыра, Ю.Н. Подрезов // Материалы Международнай конференции "Порошковая металургия: ее сегодня и завтра", Киев, Украина, 2012. – С. 108. (Очна участь)