Вплив структурних факторів на характеристику пластичності

С. І. Чугунова, І. В. Гончарова*, В. А. Гончарук, О. А. Голубенко, Н. П. Захарова, О. І. Лук'янов

Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України Україна, 03142, Київ, вул. Омеляна Пріцака, 3 *E-mail: i.goncharova@ipms.kyiv.ua

Виконано експериментальну перевірку теоретичних положень про вплив структурних факторів на характеристику пластичності, визначену при індентуванні та при стандартних механічних випробуваннях для матеріалів з різним рівнем пластичності. Показано, що структурні фактори, які збільшують границю плинності (зниження розміру зерна, збільшення щільності дислокацій), призводять до зниження пластичності. Зіставлення експериментальних результатів з теоретичними уявленнями показало задовільний збіг теорії з експериментом. Визначення характеристики пластичності суттєво збільшує обсяг інформації про механічні властивості матеріалу.

Ключові слова: механічні властивості, пластичність, структура, щільність дислокацій.

Вступ

Основними фундаментальними властивостями, що визначають механічну поведінку матеріалів, є міцність та пластичність.

Міцність визначається як здатність матеріалу чинити опір незворотній деформації і руйнуванню (розділенню на частини) під дією навантажень або інших факторів.

Щодо пластичності, то це властивість твердих тіл під дією зовнішніх сил змінювати, не руйнуючись, свою форму та розміри і зберігати набуту деформацію після припинення діяння цих сил [1]. Зазвичай пластичність матеріалу визначають зі стандартних механічних випробувань подовженням до руйнування δ або поперечним звуженням до руйнування ψ . Однак ефективність механічних випробувань на розтяг для крихких матеріалів різко знижується: для них можна тільки визначити границю міцності як напруження руйнування. Відносно пластичності цих матеріалів при випробуваннях на розтяг можна тільки стверджувати, що для них $\delta = 0$.

Ситуація, що склалася, зробила доцільним введення нової характеристики пластичності, яка вперше була запропонована в роботі [2] у вигляді безрозмірного параметра, який змінюється в межах від 0 до 1:

$$\delta^* = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_t} = 1 - \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon_t},\tag{1}$$

де δ^* — характеристика пластичності; ε_p , ε_e і ε_t — відповідно пластична, пружна та загальна деформація у напрямку прикладеного навантаження, причому $\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p$.



Рис. 1. Розкладання загальної деформації ε_t у точці А на пластичну ε_p та пружну ε_e компоненти для розрахунку характеристики пластичності при випробуванні на розтяг.

Як бачимо, ця характеристика пластичності визначається як частка пластичної деформації у загальній деформації, характерризуючи таким чином здатність матеріалу до пластичної деформації. Тобто ця характеристика є універсальною у тому сенсі, що вона може бути визначена за будьяких методів стандартних механічних випробувань, а також при індентуванні.

У роботі [2] показано, як розраховувати характеристику пластичності δ^* з кривої деформації на розтяг в координатах напруження σ —деформація ε_t (рис. 1).

За одновісним розтягом або стиском за формулою (1) та законом Гука характеристику пластичності δ* можна розраховувати:

$$\delta^* = 1 - \frac{\sigma}{E\varepsilon_r},\tag{2}$$

де σ — напруження для досягнення деформації; *E* — модуль Юнга матеріалу; ε_t — деформація, визначена по подовженню робочої частини зразка.

Як бачимо, δ^* залежить від загального ступеня деформації ε_t , тому порівняння пластичності різних матеріалів краще проводити за деяким визначеним ступенем деформації $\varepsilon_t = \text{const.}$ Ця умова автоматично забезпечується при індентуванні матеріалу.

Так, при індентуванні чотиригранною пірамідою Вікерса або тригранною пірамідою Берковича загальний ступінь деформації становить $\varepsilon_t = 8$ —9%, що є досить зручним для зіставлення пластичності різних матеріалів.

У роботі [2] отримано формулу для визначення характеристики пластичності методом індентування, яку позначили δ_H :

$$\delta_{H} = 1 - 14,3 \left(1 - \nu - 2\nu^{2}\right) \frac{HV}{E}, \qquad (3)$$

де v — коефіцієнт Пуассона; *HV* — твердість за Вікерсом; *E* — модуль Юнга.

Створення та застосування останніми роками широкого класу матеріалів функціонального призначення (тонкі покриття, плівки, градієнтні матеріали та ін.) потребують визначення механічних властивостей цих нових матеріалів. Тому характеристику пластичності δ_H досить широко використовують у своїх роботах дослідники багатьох країн.

Характеристика пластичності δ_H виявилася чутливою та інформативною при дослідженні механічних властивостей мікроламінатів [3]. Було показано, що для мікроламінатів Nb₅Si₃/Nb залежно від способу

отримання значення δ_H змінюються в широкому діапазоні від 0,373 до 0,824.

У дослідженнях мікромеханічних властивостей за кріогенних температур нанокристалічних матеріалів автори робіт [4, 5] використовували δ_H . Так, у роботі [5] встановлено, що значення δ_H для нанокристалічного титану (77 К – δ_H = 0,76; 300 К – δ_H = 0,83) набагато нижче значень, ніж для полікристалічного стану (δ_H = 0,973).

У ході досліджень впливу мікроструктури на пластичну деформацію міді при температурах 295 і 77 К з'ясовано, що незалежно від розміру зерна і температури характеристика пластичності δ_H змінюється від 0,93 до 0,96, це свідчить про високу пластичність міді під індентором за низьких температур [5].

Мета цього дослідження полягає в експериментальній перевірці теорії залежності характеристики пластичності матеріалів з різним рівнем пластичності від структурних факторів (розмір зерна, щільність дислокацій).

Матеріали та методика дослідження

Для досліджень вибрано ARMCO-Fe, алюмінієві сплави AMr5 (Al— 4,8—5,8% Mg), 7075 (Al—5,6—6,1% Zn—2,1—2,5% Mg—1,2 і 1,6% Cu) та монокристалічний кремній. Дослідження виконували на прутках технічно чистого ARMCO-Fe.

Дослідні сплави алюмінію були виготовлені в ІПМ НАНУ, їх плавку проводили в графітових тиглях. Для виливання розплаву застосовували керамічний фільтр, а також продування розплаву аргоном впродовж 2—3 хв перед розливанням у виливниці. Температура розплаву становила 820 °C. Для шихти використовували алюміній марок A95 і A97, а для виготовлення сплавів — подвійні лігатури, які послідовно вводили в розплав. Зі зливків сплавів (масою 1,5 кг) виготовлено напівфабрикати у вигляді прутків методом подвійної екструзії з Ø 55 до Ø 25 мм, з Ø 25 до Ø 6 мм при температурі екструзії 350—400 °C.

Також дослідження проводили на монокристалічному кремнії *n*-типу, який був продеформований стиском на різні ступені (від 1 до 23%) при температурі $T^* \approx 1000$ °C (характеристична температура деформації для кремнія, за якої він проявляє макропластичність).

Для визначення механічних властивостей стандартними методами виготовлено зразки на розтяг (діаметром 3 мм, довжиною робочої частини 15 мм) та стиск (Ø 3 х 5 мм). Випробування зразків на розтяг та стиск здійснювали на машині P1246 типу INSTRON з автоматичним записом кривої навантаження в діапазоні від 1 H до 100 кН. Швидкість деформації дорівнювала 10^{-3} с⁻¹. У процесі випробувань інформацію про механічну поведінку матеріалу отримували у вигляді діаграми в координатах прикладене навантаження *P*—зміна довжини зразка ΔL . У разі випробувань на розтяг одержали криву з максимумом, а при випробуваннях на стиск — навантаження безперервно зростає зі збільшенням деформації. Для металевих матеріалів крива напруження—деформація на стиск є більш інформативною, ніж при розтязі, оскільки за стиском зберігається постійність схеми одновісної деформації, навіть за деформації вище >30%. Більшість зразків під час розтягу проявляють постійність схеми одновісної деформації до 9—15% (до початку утворення "шийки").

Характеристику пластичності δ_H визначали зі значень твердості, отриманих на мікротвердомірі ПМТ-3 алмазним індентором Вікерса за кімнатної температури.

Структури металевих сплавів досліджували методами оптичної та просвічувальної електронної мікроскопії. Методом трансмісійної електронної мікроскопії вивчали дислокаційну структуру деформованих стиском на різні ступені деформації монокристалічного кремнію та алюмінієвого сплаву AMr5. Дослідження виконували на електронному мікроскопі JEM-100CX за прискорюючою напругою 100 кВ. Приготування об'єктів для електронної мікроскопії здійснювали методом електролітичного (АМГ-5) та хімічного (Si) стоншення. По електронних мікрофотографіях визначали щільність дислокацій р за формулою

$$\rho = \frac{2NM}{Lt}, \qquad (4)$$

де *N* — кількість перетинів лінії довжиною *L* з дислокаціями; *M* — збільшення на негативі; *t* — товщина фольги.

Обговорення результатів

У роботі [2] показано, що з використанням теорії залежності напруження плину від структурних факторів (розмір зерна, щільність дислокацій та інш.) можна отримати рівняння впливу цих факторів на характеристику пластичності.

Залежність границі плинності від розміру зерна *d* у досить широкому інтервалі значень *d* описується рівнянням Холла—Петча [6—11]

$$\sigma_s = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}, \qquad (5)$$

де σ_0 — границя плинності монокристалу; K_y — коефіцієнт.

3 урахуванням співвідношення Тейбора ($H = C \cdot \sigma_s$, де C —

константа; σ_s — напруження плину за одновісним стиском, що відповідає деформації під індентором Вікерса ~8%) та формули (3) у роботі [2] отримано залежність δ_H від розміру зерна:

$$\delta_H = \delta_0 - K_1 d^{-1/2} \,, \tag{6}$$

де δ_0 — пластичність монокристалу;

$$K_1 = 14, 3(1 - v - 2v^2)C\frac{K_y}{E}$$

Рівняння (6) було експериментально перевірено у роботі [12] для Си, в якій показано, що характеристика пластичності δ_H лінійно знижується зі зменшенням *d* в інтервалі значень 400—25 нм.

У роботі [13] отримано аналогічну формулу залежності характеристики пластичності δ^* , визначену зі стандартних механічних випробувань, від розміру зерна:

$$\delta^* = \delta_0 - K_2 d^{-1/2}, \qquad (7)$$
$$K_2 = \frac{1}{\varepsilon_t} \frac{K_y}{E}.$$

де

Нами було виконано експериментальну перевірку застосування рівнянь (6) та (7) для ARMCO-Fe та зміцненого алюмінієвого сплаву 7075. Розмір зерна в обраних матеріалах змінювався режимами ТМО.

Оптична мікроскопія ARMCO-Fe з різним розміром зерна наведена на рис. 2. Виконані дослідження на розтяг показали, що зі зміною розміру зерна від 20 до 550 мкм границя плинності σ_s знижується від 320 до 250 МПа, а границя міцності σ_b — від 407 до 351 МПа.

Встановлено, що характеристики пластичності δ_H та δ^* , отримані з вимірів твердості і при розтязі, для ARMCO-Fe в інтервалі розмірів зерна 20—550 мкм близькі за значеннями і лінійно знижуються зі зменшенням зерна (рис. 3, *a*). У цьому випадку подовження до руйнування δ також знижується зі зменшенням розміру зерна.

Під час випробувань на розтяг алюмінієвого сплаву 7075 з різним розміром зерна (від 4 до 60 мкм) визначено границі плинності σ_s та міцності σ_b , значення яких знижуються від 514 до 278 МПа та від 580 до 355 МПа відповідно. Як і у разі дослідження ARMCO-Fe, для алюмінієвого сплаву 7075 отримано лінійну залежність $\delta^* = f(d^{-1/2})$ в межах зміни зерна від 4 до 60 мкм. У цьому разі з'ясовано, що δ^* та δ знижуються зі зменшенням зерна (рис. 3, δ).

Отже, ARMCO-Fe та алюмінієвий сплав 7075 мають різну пластичність, але, як бачимо, для них у дослідженому інтервалі зміни розміру зерна пластичність знижується зі зменшенням зерна.

Розглянемо вплив щільності дислокацій ρ на характеристику пластичності. Залежність границі плинності σ_s від щільності дислокацій в області відносно однорідного розподілу дислокацій та недостатньо розорієнтованих комірок, коли границі комірчастої структури чинять



Рис. 2. Оптична мікроскопія ARMCO-Fe з різним розміром зерна *d* (мкм): *a* — вихідний стан, *d* = 20 мкм; *б* — 110; *в* — 420; *г* — 550.



Рис. 3. Вплив розміру зерна на характеристики пластичності δ^* , δ_H та подовження до руйнування δ для ARMCO-Fe (*a*) та для сплаву 7075 (*б*).

опір руху дислокацій на кшталт дислокацій "лісу", задовільно описується рівнянням [8]

$$\sigma_{s} = \sigma_{0} + \alpha \eta G b \sqrt{\rho(\varepsilon)} , \qquad (8)$$

де σ_0 — опір руху дислокацій в ідеальній гратці; $\alpha \eta Gb \sqrt{\rho(\epsilon)}$ враховує опір, що вноситься хаотично розподіленими дислокаціями та слабкорозорієнтованими субграницями; α — коефіцієнт, який зазвичай знаходиться в інтервалі 0,2—1,0; η — коефіцієнт однорідності розподілу дислокацій, $\eta = 1$ за однорідним розподілом дислокацій у кристалі та знижується з утворенням комірчастої дислокаційної структури [8, 14, 15]; G — модуль зсуву; b — вектор Бюргерса дислокацій.

Залежність δ_H від щільності дислокацій за роботою [2] має вигляд:

$$\delta_H = \delta_{01} - K_3 \sqrt{\rho} , \qquad (9)$$

де

$$\delta_{01} = 1 - \frac{14, 3C(1 - v - 2v^2)}{E} \sigma_0;$$
 (9a)

$$K_3 = 14, 3\left(1 - \nu - 2\nu^2\right)C \frac{\alpha\eta Gb}{E}$$

З метою дослідження впливу щільності дислокацій на характеристику пластичності обрано монокристалічний кремній, який продеформовано стиском на різні ступені при температурі 1000 °С, та вивчено дислокаційну структуру методом трансмісійної мікроскопії на фольгах. Як видно на рис. 4, вже при деформації 2% спостерігається просторова сітка дислокацій, а після деформації 15% вже досить чітко формується комірчаста структура, яка подібна до такої ж в металах з високою енергією дефекта пакування [8]. Границі комірок у кремнії мають чітко виражену дислокаційну структуру. Була визначена щільність дислокацій в області відносно однорідного розподілу дислокацій, побудовано залежність характеристики пластичності δ_H від щільності дислокацій (рис. 5) та розраховано значення кута нахилу лінійної залежності $\delta_H(\sqrt{\rho})$.



Рис. 4. Дислокаційна структура деформованого стиском на різні ступені деформації кремнію: a — бездислокаційний монокристал; δ , b — $\varepsilon = 2$ та 15% відповідно.





6

Виконуючи теоретичні розрахунки кута нахилу залежності $\delta_H(\sqrt{\rho})$ для монокристалічного кремнію, використовували такі значення: модуль зсуву G = 79 ГПа; модуль Юнга E = 169 ГПа; вектор Бюргерса 3,86·10⁻⁸ см; $\varepsilon_t = 7,6\%$; $\alpha \eta = 0,2$; коефіцієнт Пуассона v = 0,22; коефіцієнт C = 1. По розрахунках за формулою (9а) отримуємо значення кута нахилу $K_3 = \text{tg} \approx 4,7\cdot10^{-8}$, arctg $= 0^{\circ}0'0'',01$.

Значення кута нахилу $\delta_H(\sqrt{\rho})$, розраховане з експериментальних даних (рис. 5), становить: tg $\approx 4,0\cdot10^{-6}$, arctg = 0°0′0′′′′,83. Експериментальні та теоретичні значення кута нахилу $\delta_H(\sqrt{\rho})$ менш 1″. Таким чином, характеристика пластичності Si в області відносно однорідного розподілу дислокацій слабко знижується із збільшенням щільності дислокацій.

Експериментальна перевірка залежності характеристики пластичності від щільності дислокацій також була виконана на алюмінієвому сплаві АМг5, який продеформовано стиском на різні ступені деформації

Рис. 5. Залежність характеристики пластичності δ_H від щільності дислокацій $\sqrt{\rho}$ для кремнію.





Рис. 6. Електронна мікроскопія продеформованого на різні ступені деформації сплаву АМг5: *а* — вихідний стан;

б

б, *в* — ε = 2 та 10% відповідно.

(від 2 до 30%). Як бачимо на рис. 6, *в*, після деформації 10% відбувається активне зростання дислокацій "лісу" та визначення щільності дислокацій стає неможливим. Значення характеристики пластичності δ_H майже не змінюється в інтервалі значень $\rho = (7-10) \cdot 10^8$ см⁻².

Таким чином, на кремнії та сплаві АМг5 було показано, що характеристика пластичності, визначена при індентуванні, майже не залежить від щільності дислокацій ρ в області відносно однорідного розподілу дислокацій в зерні.

Висновки

Виконано експерименти по визначенню характеристики пластичності δ_H при індентуванні та за кривими стандартних механічних випробувань δ^* матеріалів з різним рівнем пластичності (ARMCO-Fe, алюмінієві сплави АМг5, 7075 та монокристалічний кремній).

Дослідження впливу структурних факторів на значення пластичності показало, що фактори, які збільшують границю плинності (зниження розміру зерна, збільшення щільності дислокацій) призводять до зниження пластичності. Доведено, що характеристика пластичності майже не залежить від щільності дислокацій в області відносно однорідного розподілу дислокацій в зерні. ARMCO-Fe та алюмінієвий сплав 7075 мають різний рівень пластичності, однак зі зміною розміру зерна більш ніж на порядок (20—550 мкм для ARMCO-Fe та 4—60 мкм для алюмінієвого сплаву) характеристика пластичності пропорційно знижується зі зменшенням зерна. Зіставлення експериментальних даних з теоретичними уявленнями про вплив структурних факторів на характеристику пластичності показало задовільний збіг теорії з експериментом.

Список літератури

- Українська радянська енциклопедія. Т. 8. Олефіни-Поплін: Бажан М.П. (гол. ред.), Антонов О.К. та ін. (редкол.). 2-ге вид. Київ: Головна редакція УРЕ, 1982. 403 с.
- MilmanYu.V., Galanov B.A., Chugunova S.I. Plasticity characteristic obtained though hardness measurement (overview 107). *Acta Met. Mater.* 1993. Vol. 41, No. 9. P. 2523—2531. https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90122-9
- Rawal S.P., Swanson G.M., Moshier W.C. Mechanical properties and microstructure of sputter-deposited Nb₅Si₃/Nb microlaminates. *J. Mater. Res.* 1995. Vol. 10, No. 7. P. 1721—1729. https://doi.org/10.1557/JMR.1995.1721
- Fomenko L.S., Rusakova A.V., Lubenets S.V., Moskalenko V.A. Micromechanical properties of nanocrystalline titanium obtained by cryorolling. *Low Temp. Phys.* 2010. Vol. 36. P. 645—652. https://doi.org/10.1063/1.3481266
- Estrin Y., Isaev N.V., Lubenets S.V., Malykhin S.V., Pugachov A.T., Pustovalov V.V., Reshetnyak E.N., Fomenko V.S., Fomenko L.S., Shumilin S.E., Janecek M., Hellmig R.J. Effect of microstructure on plastic deformation of Cu at low homologous temperatures. *Acta Materialia*. 2006. Vol. 54. P. 5581—5590. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.036
- Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results. *Proc. Phys. Soc.* 1951. Vol. 64B. P. 747—753. https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303
- Petch N.J. The cleavage strength of polycrystals. J. Iron Steel Inst. 1953. Vol. 174. P. 25–28.
- 8. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наук. думка, 1975. 351 с.
- Suryanarayana C., Mukhopadhyay D., Patankar S.N., Froes F.H. Grain size effects in nanocrystalline materials. *J. Mater. Res.* 1992. Vol. 7, No. 8. P. 2114—2128. doi: 10.1557/JMR.1992.2114
- Zhilyaev A.P., Nurislamova G.V., Kim B.-K. Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. *Acta Mater*. 2003. Vol. 51. P. 753—765. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00466-4
- Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: Horita Z. (ed.). SPD-3: 3rd Int. conf. on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, 2006. 1050 p. https://doi.org/10.4028/b-RTF9Wr
- Yurkova A.I., MilmanYu.V., Byakova A.V. Structure and mechanical properties of iron subjected to surface severe plastic deformation by attrition: II. Mechanical properties of nano- and submicrocrystalline iron. *Metally*. 2010. No. 4. P. 258– 263. https://doi.org/10.1134/S0036029510040026
- Milman Yu.V., Galanov B.A., Goncharuk V.A., Voskoboinik I.V., Goncharova I.V. Determination of new plasticity characteristic of alloys at mechanical compression and tensile tests and the influence of structural factorson plasticity. *Solid State Phenomena*. 2022. Vol. 331. P. 11–24. https://doi.org/10.4028/p-43wx05
- Ikeda S. Dislocation distribution and work-hardening in iron single crystals extended in the [100] and the [110] axes. J. Phys. Soc. Jpn. 1969. Vol. 27. P. 1564—1578. https://doi.org/10.1143/JPSJ.27.1564
- Takeuchi T. Theory of high-temperature type work-hardening of body-centred cubic metals. J. Phys. Soc. Jpn. 1970. Vol. 28. P. 955—964. https://doi.org/10.1143/JPSJ.28.955