

## Анализ параметров упрочнения молибдена, испытанного при разных температурах

Ю. Н. Подрезов, И. Д. Горная, В. И. Даниленко

*Проанализированы кривые деформационного упрочнения молибдена в координатах  $d\sigma/d\varepsilon$ — $\sigma$  для широкого интервала температур 20—1000 °С. Показано, что нормировка скорости упрочнения на модуль упругости и предел текучести и вычитание из величины деформирующего напряжения предела текучести при заданной температуре позволяют свести все кривые деформационного упрочнения к единой зависимости. Проанализирована температурная зависимость коэффициентов упрочнения.*

### Введение

Многообразие структурных состояний, присущих деформированным материалам, лишь подчеркивает общие законы деформационного упрочнения, связывающие процессы структурообразования с характером кривой нагружения материала. Тейлор показал, что деформационное упрочнение происходит благодаря изменению с деформацией плотности дислокаций. Рассматривая дислокации как источники дальнедействующих полей, он записал уравнение, связывающее упрочнение с плотностью дислокаций, в виде

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{1/2}, \quad (1)$$

где  $\sigma_0$  — вклад в упрочнение структурных элементов, формирующих предел текучести;  $\alpha$  — коэффициент, величина которого формирует взаимодействие между дислокациями;  $G$  — модуль сдвига;  $b$  — вектор Бюргера;  $\rho$  — плотность дислокаций.

Связь между законами движения дислокаций и приростом пластической деформации выражается уравнением Орована

$$e = 0,5 b \rho L, \quad (2)$$

где  $L$  — длина свободного пробега дислокаций.

Расширение экспериментальных возможностей визуализации дислокаций с помощью электронной микроскопии позволило установить важные закономерности эволюции дислокационной структуры при деформации: по мере увеличения степени деформации в кристалле возникает структура с хаотически распределенными дислокациями, которая затем перестраивается в слабаразориентированную ячеистую и далее в разориентированную ячеистую структуру или нанозерна. Такие структурные переходы происходят в узком диапазоне деформаций и сопровождаются изменением механизмов упрочнения деформируемого материала.

Наличие стадий на кривой деформационного упрочнения многократно подтверждалось экспериментально, а соответствие перегибов на кривых упрочнения границам структурных состояний неоднократно отмечалось как одно из ключевых положений теории деформационного упрочнения.

© Ю. Н. Подрезов, И. Д. Горная, В. И. Даниленко, 2008

Стадийность упрочнения в равной мере проявляется как у ОЦК металлов при анализе параболического упрочнения [1], так и у ГЦК металлов при исследовании изменения скорости упрочнения [2]. В работе [3] проанализированы общие черты упомянутых подходов. Показано, что, несмотря на различие в формальном описании законов упрочнения у ОЦК и ГЦК металлов, общность физических принципов построения этих теорий приводит к единому физическому результату: чувствительности параметров моделей (показателя деформационного упрочнения для первого случая и критического напряжения Войса — для второго) к величине энергии дефекта упаковки — физической характеристике, ответственной за протекание дислокационных реакций.

### **Температурная и скоростная чувствительность деформационного упрочнения**

Не менее важным для понимания процессов упрочнения является исследование температурной и скоростной чувствительности параметров упрочнения. Роль этих факторов сложно переоценить, поскольку термоактивационные процессы положены в основу большинства механизмов пластической деформации и законов структурообразования материалов. Температура и скорость деформации — параметры, которые проще всего изменять в модельных экспериментах или технологических процессах, направленных на оптимизацию деформационной структуры.

Учет стадийности упрочнения является важнейшим элементом термоактивационного анализа, поскольку температура по-разному влияет на взаимодействие между дислокациями на разных стадиях. Следует иметь в виду, что температурная чувствительность параметров упрочнения для ГЦК и ОЦК металлов различна, и эти два случая целесообразно рассмотреть отдельно.

Температурная и скоростная чувствительность кривой упрочнения ГЦК металлов анализировалась многими авторами. Наиболее подробно этот вопрос описан в работе [2]. Экспериментально установлено, что начальная стадия упрочнения ГЦК металлов (формирование структуры леса дислокаций или полосовых структур) не является термоактивированным процессом. После нормировки на модуль упругости скорость упрочнения не зависит от температуры, ее величина для всех материалов оценивается как  $G/200$ .

В то же время параметры упрочнения на следующей стадии, соответствующей возникновению слаборазориентированной структуры, зависят от температуры и скорости деформации, поскольку упрочнение на этой стадии сопровождается динамическим возвратом. Это следует, например, из анализа температурной и скоростной чувствительности кривых упрочнения алюминия, полученных Зехетбауэром с сотрудниками [4] (рис. 1, *a*).

Подобные кривые упрочнения, полученные для разных ГЦК металлов, были обобщены Коксом в рамках теории скоростной чувствительности деформационного упрочнения [2]. Сделанные Коксом обобщения рассматриваются как классические при описании начальных стадий упрочнения ГЦК металлов. Температурная зависимость параметров упрочнения на стадии формирования нанозерен (четвертая стадия)

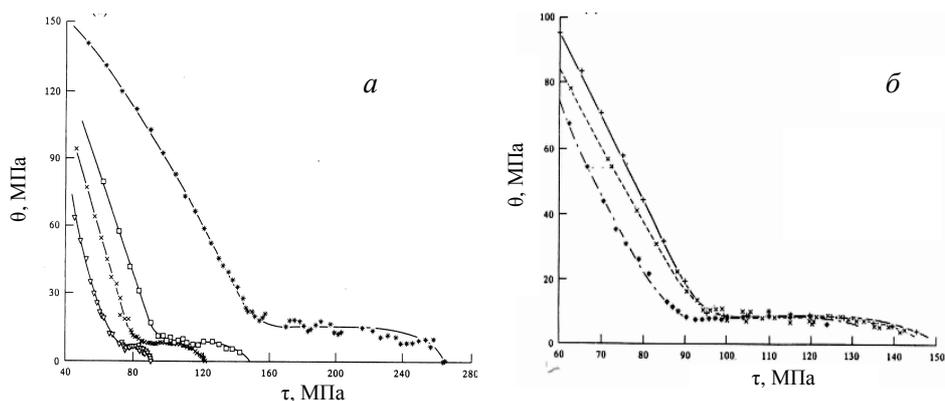


Рис. 1. Влияние температуры (а) и скорости деформации (б) на параметры упрочнения меди (99,95%), деформированной кручением: а — \* — 77; □ — 293; x — 373; ∇ — 473 К;  $\dot{\gamma} = 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ; б — + — 1; x —  $10^{-2}$ ; \* —  $10^{-4} \text{ c}^{-1}$ ;  $T = 293 \text{ K}$ .

наиболее детально исследована в работах [4, 5]. Показано, что эта стадия деформационного упрочнения ГЦК металлов не является чувствительной к температуре и скорости (рис. 1).

Для ОЦК и ГПУ металлов проведение термоактивационного анализа упрочнения осложнено тем, что термоактивационная природа упрочнения проявляется не только на стадиях развитой деформации, но намного раньше, когда формируется предел текучести. Поскольку формирование предела текучести заканчивается на начальной стадии пластической деформации (при 0,2%), а кривая деформационного упрочнения формируется при больших деформациях, возникает обманчивое впечатление, что эти процессы легко разделить по степени деформации.

Согласно принципу аддитивности [6], сопротивление движению дислокаций со стороны дефектной структуры в обобщенном виде можно описать тремя слагаемыми:

$$\sigma_T = \Sigma\sigma_{1i} + \Sigma\sigma_{2i} + \Sigma\sigma_{3i}, \quad (3)$$

где  $\Sigma\sigma_{1i}$  — сумма вкладов микромеханизмов упрочнения, которые имеют термоактивационную природу;  $\Sigma\sigma_{2i}$  — суммарное упругое поле дальнего действия напряжения от различных препятствий;  $\Sigma\sigma_{3i}$  — суммарное сопротивление, обусловленное структурными параметрами типа границ зерен, субграниц, дисперсных частиц и т. п., прохождение которых невозможно без концентрации напряжения.

В первое слагаемое  $\Sigma\sigma_{1i}$  в качестве основной составляющей входит напряжение Пайерлса—Набарро — сопротивление движению дислокаций со стороны кристаллической решетки. Именно наличие этого слагаемого обуславливает для ОЦК металлов резкую температурную зависимость предела текучести в области низких температур (до  $0,2 T_{пл}$ ). Напряжение Тейлора входит во вторую группу слагаемых  $\Sigma\sigma_{2i}$ , где сопротивление движению дислокации вызвано упругими полями. Чувствительность упругих полей к температуре определяется только чувствительностью упругих характеристик, изменение которых с температурой в ОЦК металлах много меньше изменения предела текучести. Согласно этой логике, температурная зависимость коэффициентов упрочнения должна быть достаточно слабой и определяться, как и в случае ГЦК металлов, либо

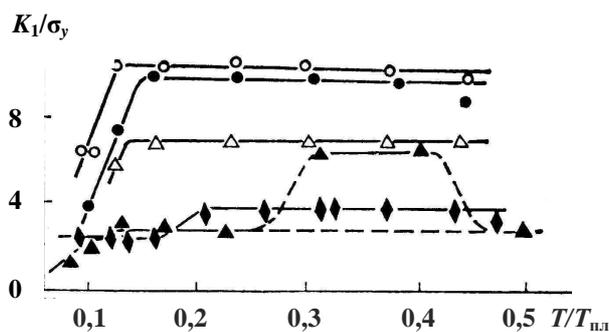


Рис. 2. Влияние температуры на соотношение параметров деформационного упрочнения  $K_1/\sigma_y$ :  
 ○ — МЧВП ( $D = 100$  мкм);  
 ● — МЧВП ( $D = 40$  мкм);  
 △ — Mo + 4,5% TiN;  
 ▲ — V; ◆ — Fe + 3,2% Si.

температурной зависимостью упругих констант либо процессами коллективного взаимодействия между дислокациями.

Однако эксперименты свидетельствуют о другом. В работе [1] В. Ф. Моисеев с сотрудниками при исследовании параметров упрочнения молибдена и его сплавов в широком интервале температур ( $-196—1000$  °С) показал (рис. 2), что практически во всем исследованном интервале температур отношение коэффициента упрочнения  $K_1$  к пределу текучести  $\sigma_{02}$  является постоянной величиной.

Природу резкой температурной зависимости коэффициентов упрочнения можно объяснить тем, что в первое слагаемое уравнения (3), кроме силы Пайерлса—Набарро, входит параметр  $\sigma_l$ , характеризующий сопротивление со стороны дислокаций леса при их пересечении с подвижными дислокациями. Поскольку температурная чувствительность этого напряжения такая же, как напряжения Пайерлса—Набарро, то коэффициенты упрочнения проявляют чувствительность к температуре, подобную той, которая наблюдается для предела текучести.

Представляло интерес сравнить температурную чувствительность параметров упрочнения ГЦК и ОЦК металлов. Для этого исследовали температурную чувствительность коэффициентов упрочнения молибдена на разных стадиях в широком диапазоне температур испытаний. Для удобства сопоставления обработку кривых упрочнения проводили в координатах  $d\sigma/de—\sigma$ .

Если аппроксимировать кривую упрочнения параболой  $\sigma = ke^n$  и взять производную от этой функции, то с учетом условия  $1 < n \leq 0,5$  в общем случае получим гиперболическую зависимость типа

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{kn}{e^{1-n}}. \quad (4)$$

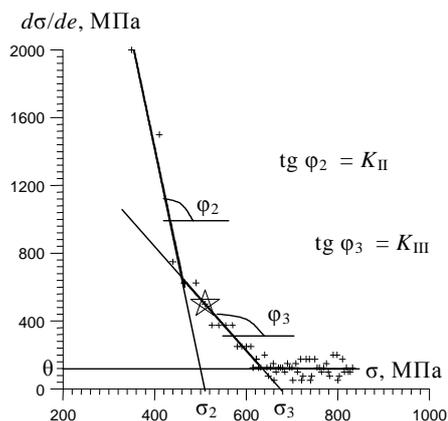
В идеальном случае (при  $n = 1$ ) производная превратится в постоянную величину, не зависящую от напряжения и деформации. В случае ОЦК металлов при  $n = 0,5$  эта зависимость принимает вид

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{k}{2e^{1/2}}. \quad (5)$$

Учитывая, что для ОЦК металлов напряжение связано с деформацией соотношением  $\sigma \approx ke^{1/2}$ , связь между скоростью упрочнения и напряжением для ОЦК металлов выразится в виде

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{1}{2\sigma}. \quad (6)$$

Рис. 3. Кривая упрочнения деформированного железа, пересчитанная в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$ :  $K$  — угол наклона на прямой  $d\sigma/de$ — $\sigma$ ;  $\sigma_v$  — точка пересечения прямой, построенной в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$ , с осью напряжения;  $\theta$  — модуль пластичности, который характеризует скорость линейного упрочнения материала при больших деформациях.



Таким образом, параболическая зависимость деформационного упрочнения при обработке в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$  в общем случае преобразуется в гиперболу. Последнюю, в свою очередь, согласно теории, развитой для ГЦК металлов, можно представить в виде трех прямых линий, характеризующих различные стадии упрочнения. Расчет коэффициентов упрочнения ОЦК металлов в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$  предложен в работе [7] и представлен на рис. 3. Данная кривая есть результат компьютерной обработки истинной кривой упрочнения железа, испытанного на сжатие. На кривой видны три четко выраженных прямолинейных участка, которые в теории упрочнения обозначаются II, III и IV (поскольку первый участок оставлен для монокристаллов, где размножаются отдельные дислокационные полосы). Второй участок — резкое замедление скорости упрочнения, которое характерно для ОЦК металлов со структурой леса дислокаций. Третья область, где скорость упрочнения не так резко снижается, характерна для слабо-разориентированных ячеек, четвертая стадия с постоянным значением  $d\sigma/de$  — для больших степеней деформации, когда формируются нанокристаллические структуры.

В работе [1] нами показано, что для железа технической чистоты перегибы на кривых, рассчитанных в координатах  $\sigma$ — $e^n$  и  $d\sigma/de$ — $\sigma$ , наблюдаются практически при одних и тех же деформациях. Эти перегибы на графиках соответствуют изменению структурных состояний материала.

Кривые деформационного упрочнения молибдена, испытанного на растяжение в диапазоне температур 20—1000 °С, пересчитанные в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$ , представлены на рис. 4, а. Как и в случае железа, рассчитанные кривые имеют вид гиперболических функций. Несколько отличается от остальных кривая упрочнения, полученная при 20 °С. Это различие связано с тем, что образец разрушился при деформации 20%, поэтому большие степени деформации при испытании на растяжение этого образца реализовать не удалось.

В соответствии с теорией Тейлора (уравнение (1)), при анализе температурной зависимости параметров упрочнения проведена нормировка на температурную зависимость модуля упругости молибдена. Однако, поскольку в исследованном диапазоне температур изменение модуля незначительно (не более 20%), такая нормировка не позволила

получить единую кривую упрочнения, как это имеет место для ГЦК металлов [2].

С учетом данных В. Ф. Моисеева, представленных на рис. 2, была проведена повторная нормировка параметра, характеризующего скорость упрочнения при заданной температуре, на величину предела текучести при этой температуре. Для удобства сопоставлений нормированных кривых упрочнения нормировочные коэффициенты рассчитывали в относительных единицах, приведенных к пределу текучести и модулю упругости молибдена, которые определяли при комнатной температуре. Таким образом, нормированное значение скорости упрочнения находили по выражению  $\theta^* = \theta (\sigma_{02}^{(20)}/\sigma_{02}^T)(E^{(20)}/E^T)$ . Полученное значение откладывалось на оси ординат. Поскольку деформационное упрочнение материала начинается выше его предела текучести, ось абсцисс на рис. 4, а также была преобразована путем вычитания значения предела текучести молибдена при заданной температуре из величины приложенного напряжения:  $\sigma_{\text{д.у.}} = \sigma - \sigma_{02}^T$ . В преобразованном виде графики зависимостей нормированных кривых упрочнения молибдена представлены на рис. 4, б. Видно, что после нормировки наблюдается достаточно хорошее совпадение кривых упрочнения. Это свидетельствует о целесообразности проведения такой нормировки. В то же время параметры упрочнения, рассчитанные для разных температур, согласно рис. 3, несколько отличаются. Значения коэффициентов упрочнения ( $K_{II}$ ,  $K_{III}$ ,  $\theta_{IV}$ ) и деформирующего напряжения ( $\sigma_{II}$  и  $\sigma_{III}$ ) для разных температур на каждой стадии упрочнения приведены в таблице.

Близость параметров  $\sigma_{II}$  и  $\sigma_{III}$  (аналоги напряжения Войса для ГЦК металлов) свидетельствует о хорошем совпадении нормированных кривых упрочнения молибдена во всем исследованном интервале температур испытания. Наблюдаемые отклонения коэффициентов упрочнения  $K_{II}$ ,  $K_{III}$  и  $\theta_{IV}$  от постоянной величины можно объяснить влиянием коллективных процессов взаимодействия между дислокациями на разных стадиях в различных температурных интервалах. Значения параметров  $K_{II}$  и  $K_{III}$  при комнатной температуре существенно (в 2—3 раза) выше, чем при более высоких температурах. В то же время в диапазоне температур 100—450 °С величина этих параметров практически постоянна. При

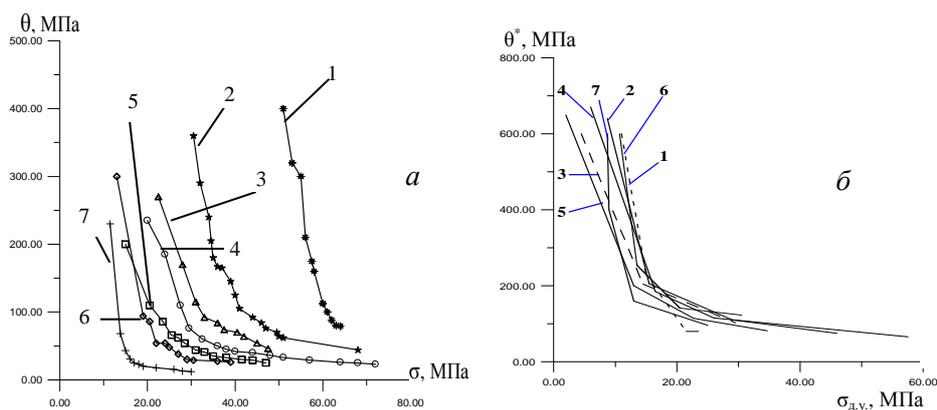


Рис. 4. Кривые упрочнения молибдена в координатах  $d\sigma/de-\sigma$  (а) и после нормировки (б), полученные при растяжении в интервале температур (°С): 1 — 20; 2 — 100; 3 — 220; 4 — 330; 5 — 450; 6 — 610; 7 — 1000.

### Влияние температуры на параметры упрочнения молибдена

$T, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$K_{II}$	$K_{III}$	$\sigma_{II}$ , МПа	$\sigma_{III}$ , МПа	$\theta_{IV}$
20	40	92	23	17,5	25	—
100	22,5	63	7,1	18,5	44,5	110
220	18	40	6,8	19,5	44,5	102
330	14	46	7,4	20	43,5	115
450	12,3	41	8,8	18	35	113
610	8,5	123	16	16	29	141
1000	5	667	60	10	15,5	160

повышенных температурах 610—1000 °С коэффициенты упрочнения резко возрастают. Параметр  $\theta_{IV}$  для комнатной температуры экспериментально определить не удалось, поскольку образец имел малую деформацию до разрушения. В диапазоне температур 100—450 °С параметр  $\theta_{IV}$  практически не изменяется, при более высоких температурах он несколько возрастает.

Таким образом, в интервале температур 100—450 °С нормированные коэффициенты упрочнения  $K_{II}$ ,  $K_{III}$  и  $\theta_{IV}$  не изменяются с ростом температуры. То есть в этом температурном интервале механизмы коллективного взаимодействия между дислокациями, ответственные за формирование дислокационной субструктуры, остаются неизменными. При повышении температуры >450 °С в связи с увеличением коэффициента диффузии вакансии возрастает способность дислокации к поперечному скольжению, что приводит к изменению механизма взаимодействия между дислокациями и, как следствие, к изменению коэффициентов деформационного упрочнения.

Увеличение коэффициентов упрочнения в области низких температур может иметь физическую природу и быть обусловленным активацией винтовой компоненты дислокаций у ОЦК металлов при низких температурах [6]. Однако следует обратить внимание, что при низких температурах в ОЦК металлах меняется соотношение между термоактивационными и атермическими составляющими в величине предела текучести. Тогда предложенная нормировка на предел текучести для выделения вклада термоактивационных процессов, связанных с движением отдельных дислокаций в области низких температур, может быть не корректной.

### Выводы

Для кривых деформационного упрочнения молибдена, испытанного на растяжение в диапазоне температур 20—1000 °С, пересчитанных в координатах  $d\sigma/de$ — $\sigma$ , показано, что нормировка скорости упрочнения на модуль упругости и предел текучести и вычитание из величины деформирующего напряжения предела текучести при заданной температуре позволяют свести все кривые деформационного упрочнения к единой зависимости.

В интервале температур 100—450 °С нормированные коэффициенты упрочнения  $K_{II}$ ,  $K_{III}$  и  $\theta_{IV}$  не изменяются с ростом температуры. То есть в этом температурном интервале механизмы коллективного взаимодействия

между дислокациями, ответственные за формирование дислокационной субструктуры, остаются неизменными.

При повышении температуры  $>450$  °С в связи с увеличением коэффициента диффузии вакансии возрастает способность дислокации к поперечному скольжению, что приводит к изменению механизма взаимодействия между дислокациями и, как следствие, к изменению коэффициентов деформационного упрочнения.

1. *Трефилов В. И., Мусеев В. Ф., Печковский Э. П. и др.* Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов / Под ред. В. И. Трефилова. — К.: Наук. думка, 1987. — 248 с.
2. *Kocks U. F., Mesking H.* // *Progress in Materials Science.* — 2003. — **48.** — P. 171—273.
3. *Подрезов Ю. Н., Фирстов С. А.* Два подхода к анализу кривых деформационного упрочнения // *Физика и техника высоких давлений.* — 2006. — **16**, № 4. — С. 37—48.
4. *Zehetbauer M., Seumer V.* Cold work hardening in stages IV and V of F. C. C. metals. I. Experiments and interpretation // *Acta Metal. Mater.* — 1993. — **41**, No. 2. — P. 577—588.
5. *Zehetbauer M., Trattner D.* Effects of stress-aided static recovery in iteratively cold-worked aluminium and copper // *Mater. Science and Engineering.* — 1987. — **89.** — P. 93—101.
6. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* Физические основы прочности тугоплавких металлов. — К.: Наук. думка, 1975. — 315 с.
7. *Борисовская Е. М., Вербилло Д. Г., Даниленко В. И. и др.* Влияние параметров дислокационной структуры на скорость деформационного упрочнения железа и титана // *Наноструктурное материаловедение.* — 2007. — № 1 (январь—март). — С. 52—65.