

PACS: 61.72.Bb, 62.20.Fe

Ф.З. Утяшев

РОЛЬ МАСШТАБНОГО ФАКТОРА И МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ В ИЗМЕЛЬЧЕНИИ СТРУКТУРЫ В МЕТАЛЛАХ

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН
ул. С. Халтурина, 39, г. Уфа, 450001, Россия
E-mail: ufz1947@mail.ru

Установлены зависимости, показывающие, что с увеличением масштабного фактора – отношения площади поверхности очага деформации к объему – возрастает накопление зарядовой и соответственно тензорной плотности дислокаций в металлах, что приводит к формированию более мелких зерен.

Интенсивную пластическую деформацию (ИПД) применяют для измельчения зерен в металлах до нанометрических размеров с целью повышения физико-механических свойств. Между величинами измельченных зерен и обрабатываемых образцов наблюдается прямая корреляция [1,2]. Вместе с тем размеры измельченных зерен в конечном счете определяются размерами формирующихся малоугловых фрагментов-ячеек d_f . Согласно соотношению Д. Холта $d_f = C / \sqrt{\rho}$, где C – const, ρ – скалярная плотность дислокаций [3].

В этой связи в работе поставлена задача – определить зависимости плотности зарядовых дислокаций и размеров фрагментов-ячеек от масштабного фактора. В качестве последнего взято отношение площади A поверхности очага деформации к объему V . Эта величина характеризует также среднюю кривизну поверхности, которая с уменьшением поперечного сечения образца возрастает.

1. Предпосылки и подходы

Для решения задачи принимается гипотеза, утверждающая, что при холдной деформации приращения кривизны поверхности поликристаллического материала и кривизны-кручения кристаллической решетки в очаге деформации в среднем одинаковы. Основанием для такого утверждения является следующее:

1) справедливость гипотезы для монокристалла. Так, при относительном сдвиге частей монокристалла в плоскости легкого скольжения перемещение

и выход противоположных по знаку N сегментов петель дислокаций на противостоящие поверхности монокристалла приведут к приращению площади ΔA_d на $2Nbl/2$, где l – длина дислокационной петли, т.е.

$$\Delta A_d = Nbl. \quad (1)$$

Разделив части равенства на объем V очага деформации, охватывающий пачку кристаллографических систем скольжения дислокаций, получим

$$\Delta k_d = b\rho' = \beta, \quad (2)$$

где Δk_d – приращение кривизны поверхности, обусловленное образованием на ней дислокационных ступенек, b – вектор Бюргерса, ρ' – плотность зарядовых дислокаций, β – тензорная плотность дислокаций, характеризующая кривизну-кручение кристаллической решетки;

2) неизбежное увеличение площади и соответственно кривизны свободной поверхности при деформации поликристаллического тела. Элементарные относительные приращения площади и кривизны поверхности образца при равномерной деформации имеют вид

$$dA / A = \sum_{ij} d\varepsilon_{ij} \delta_{ij}, \quad (3)$$

$$dk / k = \sum_{ij} d\varepsilon_{ij} \delta_{ij}, \quad (4)$$

где ε_{ij} – компоненты тензора деформации поверхности, δ_{ij} – символ Кронекера;

3) неизбежное приращение кривизны-кручения кристаллической решетки вследствие увеличения плотности дислокаций, границ и угловых разориентировок последних;

4) основополагающее уравнение теории дисклинаций [4]: $\text{div}\beta = 0$, из которого следует, что кривизна-кручение кристаллической решетки возрастает только при выходе сегментов дислокаций на поверхность или при уходе с нее.

В качестве механизмов деформации рассматриваются кристаллографический сдвиг, осуществляемый движением дислокаций, и некристаллографический, осуществляемый движением мезодефектов, в частности ансамблей зернограничных дислокаций (ЗГД).

Механизм измельчения структуры представляется как «самоорганизующийся» процесс эволюции дефектов, приводящий к образованию и пересечению большого количества полосовых структур, возникающих с началом фрагментации вследствие движения мезодефектов (частичных дисклинаций) по границам областей разориентации (малоугловых фрагментов-ячеек). Размеры малоугловых фрагментов и полос взаимосвязаны. Совокупности возникающих малоугловых границ фрагментов, ориентированных в направлении макроскопического сдвига материала, становятся траекториями движе-

ния мезодефектов, образующих при этом полосовые границы. В свою очередь полосовые границы препятствуют коалесценции малоугловых фрагментов при совершенствовании их границ.

2. Зависимость между кривизной поверхности и степенью деформации образца

При равномерном удлинении цилиндрического стержня истинная деформация ε , исходная k_0 и конечная k главная кривизна поверхности стержня соответственно определяются уравнениями:

$$\varepsilon = \ln(L/L_0) = 2 \ln(R_0/R), \quad (5)$$

$$k_0 = 1/R_0, \quad (6)$$

$$k = 1/R, \quad (7)$$

где R_0 и L_0 – исходные, а R и L – конечные значения соответственно радиуса и длины стержня.

Совместное решение уравнений (5)–(7) с заменой $L_0/R_0 = m$ приводит к выражению

$$\Delta k = k - k_0 = (2/R_0) \left\{ \exp(\varepsilon/2) - \left\langle \frac{[\exp(-\varepsilon) - 1]}{m} \right\rangle - 1 \right\}. \quad (8)$$

Принимая во внимание, что для стержня $m \gg 1$, получим

$$\Delta k \approx k_0 [\exp(\varepsilon/2) - 1]. \quad (9)$$

В безразмерном виде кривизна поверхности выразится как

$$k/k_0 = \exp(\varepsilon/2). \quad (10)$$

Поскольку истинная степень деформации определяется длиной траектории деформации и не зависит от ее формы, уравнения (9), (10) можно обобщить для всех методов пластической деформации.

Из уравнения (10) следует:

$$\varepsilon = 2 \ln(k/k_0). \quad (11)$$

3. Плотность дислокаций и размеры малоугловых фрагментов

Средний размер d_f областей разориентации – ячеек, образующихся при фрагментации в металлах, в принципе, можно определить по вышеприведенному соотношению Д.Л. Холта. Однако рассчитать скалярную¹ плотность дислокаций при деформации можно лишь для случая сдвига γ частей монокристалла в плоскостях легкого скольжения. В этом случае сдвиговая

¹ В рассматриваемом случае деформации монокристалла скалярная плотность с большей точностью совпадает с плотностью зарядовых дислокаций.

деформация $\gamma = \rho b l$, где b – вектор Бюргерса, а l – длина траектории сдвига, неизвестная для поликристалла.

До определения зависимости $\rho(\epsilon)$ в поликристаллах сначала сопоставим плотности зарядовых дислокаций, необходимых для осуществления равных макроскопических сдвигов, в крупнозернистом и фрагментированном металле.

Сравнительная оценка плотности дислокаций. Фрагментацию можно рассматривать как «самоорганизующийся» процесс структурных изменений в металле, направленный на устойчивое развитие деформации. Устойчивость деформации обеспечивается тем, что в ходе фрагментации происходит замена множества большеугловых границ, труднопреодолимых для дислокаций, множеством малоугловых границ, которые легко преодолеваются дислокациями.

Пусть макросдвиг как в крупнозернистом, так и во фрагментированном металлах является результатом перемещения дислокаций по некоторой ломаной (зигзагообразной) линии, многократно пересекающей прямую линию l , в направлении которой происходит этот сдвиг. Каждый отрезок ломаной линии поставим в соответствие расстоянию, проходимому дислокациями в плоскостях легкого скольжения между границами зерна или малоуглового фрагмента. В обоих случаях величина сдвига определится суммой проекций векторов Бюргерса подвижных дислокаций, ориентированных параллельно каждому отрезку ломаной линии, на направление прямой линии сдвига. Плотность дислокаций в окрестностях ломаных линий для сравниваемых случаев будет пропорциональна числу дислокаций, а отношение плотностей дислокаций определяется по формуле

$$\rho'_g / \rho'_f = \sum_{i=1}^{M^f} \cos \alpha_i^f / \sum_{i=1}^{M^g} \cos \alpha_i^g, \quad (12)$$

где α_i^f и α_i^g – углы наклона i -го отрезка ломаной линии соответственно во фрагментированной и крупнозернистой структурах по отношению к направлению сдвига. Заменим суммы косинусов углов произведением косинуса среднего угла на число отрезков. Так как длина прямой l , по которой происходит сдвиг, намного больше размера зерен и малоугловых фрагментов, число отрезков определится соотношениями $M^g = l/d_g$ и $M^f = l/d_f$, где d_g и d_f – средние значения размеров соответственно зерен и малоугловых фрагментов. По порядку величины размер зерен $d_g \sim 100 \mu\text{m}$, а размер фрагментов $d_f \sim 0.1 \mu\text{m}$. Косинус малоугловой границы близок к единице, а большеугловой – к 0.5. Отсюда получим $\rho'_g / \rho'_f \sim 5 \cdot 10^2$.

В сущности, для совершения собственно сдвига в крупнозернистом материале необходимо примерно столько же дислокаций, сколько и в металле с фрагментированной структурой или в монокристалле. Однако в

крупнозернистом материале дислокации не способны преодолевать границы зерен. Поэтому сдвиг в них реализуется одновременно с фрагментацией, начинающейся уже при малых (~ 0.2) степенях деформации, и возникающая при этом большая плотность дислокаций преимущественно «тратится на подготовку развития сдвига» – образование новых границ, проницаемых для дислокаций, взамен старых непреодолимых, т.е. на фрагментацию.

Зависимость плотности зарядовых дислокаций от степени деформации. Для вывода уравнения зависимости плотности дислокаций от степени деформации используем выражение (9). Согласно принятым предпосылкам приращение кривизны поверхности и степень деформации запишем в виде сумм:

$$\Delta k = \Delta k_d + \Delta k_m, \quad (13)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_c + \varepsilon_{nc}, \quad (14)$$

где Δk_d – вклад дислокаций, Δk_m – вклад мезодефектов [5], ε_c – вклад кристаллографической компоненты, вносимый дислокациями, ε_{nc} – вклад некристаллографической компоненты, вносимый мезодефектами, в частности ансамблями ЗГД.

После подстановки (13) и (14) в выражение (9) получим

$$\Delta k_d + \Delta k_m \approx k_0 \{ \exp[(\varepsilon_c + \varepsilon_{nc})/2] - 1 \}. \quad (15)$$

Для определения изменений значений ε_c и ε_{nc} при деформации воспользуемся результатами многих экспериментов, показывающих, что при достижении определенной степени деформации фрагменты-ячейки в металлах с нарастанием деформации практически перестают измельчаться. В рамках принятых предпосылок прекращение измельчения можно объяснить тем, что значение кристаллографической компоненты по мере измельчения зерен уменьшается так, что соответствующая ей активность дислокаций становится недостаточной для образования во фрагментах новых скоплений и, следовательно, новых границ, разделяющих фрагменты на более мелкие части. В то же время возрастет значение некристаллографической компоненты деформации, которая не приводит к образованию новых границ, а лишь увеличивает разориентировку уже имеющихся.

Оценить степень накопленной деформации, при которой возникает множество измельченных фрагментов-зерен, необходимое для преимущественного осуществления сдвига по их границам, можно по кинетическому уравнению фрагментации. Последняя, как известно [6], начинается при относительно малой пороговой деформации ($\varepsilon_0 \approx 0.2-0.3$) и при некоторых значениях накопленной деформации завершается образованием почти 100% мелких фрагментов. Пренебрегая относительно малым значением ε_0 , авторы [1] получили кинетическое уравнение фрагментации

$$H = 1 - \exp(-3\varepsilon/2), \quad (16)$$

где $H = V_f/V$ – доля относительного объема, в котором сформировались минимальные по размеру фрагменты. Из этой зависимости следует, что фрагментация завершается при истинных деформациях $\varepsilon \approx 3-4$, что согласуется с экспериментом, например, для Fe [6].

На основании связи процесса фрагментации и механизмов деформации запишем относительные компоненты деформации $c_c = \varepsilon_c/\varepsilon$ и $c_{nc} = \varepsilon_{nc}/\varepsilon$ в виде

$$c_c = \exp(-3\varepsilon/2), \quad (17)$$

$$c_{nc} = 1 - \exp(-3\varepsilon/2). \quad (18)$$

Произведем в (15) замены: $\Delta k_d = \Delta A_d/V = b\rho'$ и $\varepsilon_c = \varepsilon \exp(-3\varepsilon/2)$. В левой части уравнения опустим компоненту, учитывающую приращение кривизны поверхности $\Delta k_m = \Delta A_m/V$ за счет мезодефектов, а в правой части соответственно опустим некристаллографическую компоненту деформации ε_{nc} . В рамках термодинамики необратимых процессов такая процедура оправдана принципом Онзагера [7], из которого следует, что влияние потока дислокаций на приращение кривизны поверхности Δk_m , обусловленное выходом на нее мезодефектов, можно принять таким же, как влияние мезодефектов на приращение кривизны поверхности Δk_d , обусловленное выходом дислокаций. В результате получим

$$\rho' \approx (k_0/b) \{ \exp[0.5\varepsilon \exp(-3\varepsilon/2)] - 1 \}. \quad (19)$$

Если в выражении (19) перенести значение вектора Бюргера b в левую часть, то получим зависимость изменения тензорной плотности при деформации.

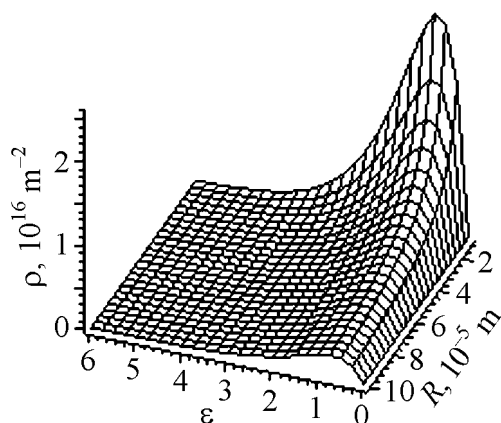


Рис. 1. Зависимость накопления зарядовой плотности дислокаций от степени деформации ε металлического образца из никеля и поперечного размера образца R

При $\varepsilon \approx 0.6-0.7$ и $R_0 = 1/k_0 = \text{const}$ зависимость (19) имеет локальный максимум, величина которого возрастает с уменьшением поперечного сечения образца, т.е. с повышением значения исходной кривизны поверхности (рис. 1). После деформации $\varepsilon \geq 3-4$ плотность зарядовых дислокаций снижается до уровня $\sim 10^{14}-10^{15} \text{ m}^{-2}$.

В целом характер расчетной зависимости качественно согласуется с экспериментальной зависимостью изменения скалярной плотности дислокаций в никеле, показывающей, что при деформациях $\varepsilon \approx 0.6-0.7$ плотность дислокаций достигает максимума или

насыщения в интервале значений $10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$ [8]. Отметим также качественное совпадение расчетного значения максимальной плотности дислокаций при $R_0 = 1/k_0 = \text{const}$ с известными данными. Максимальное значение плотности, близкое к 10^{17} м^{-2} , наблюдают в металлических слоях, напыленных на поверхность [9]. Толщина таких слоев обычно составляет от нескольких единиц до десятка микрон. Расчетная зависимость предсказывает такой же по порядку величины результат – близкая к 10^{17} м^{-2} плотность дислокаций достигается в образце толщиной меньше 10^{-5} м , т.е. $< 10 \text{ мкм}$. Увеличение же плотности дислокаций с уменьшением размера поперечного сечения образца отвечает возрастанию роли поверхности как источника дислокаций и «кривизны», поскольку с уменьшением размера поперечного сечения образца увеличивается относительная площадь A/V очага деформации.

Размеры фрагментов. Средний размер фрагментов в соответствии с [2,10] можно определить по выражению

$$d_f = \theta_f / f \Delta K_d, \quad (20)$$

где θ_f – угол разориентировки между фрагментами; $f = 1-2$ – коэффициент, учитывающий продольный и поперечный размеры фрагмента относительно направления главной деформации; ΔK_d – накопленная кривизна поверхности.

Используя гипотезу равенства средней кривизны поверхности и кристаллической решетки, вычислим значение ΔK_d как интеграл зависимости изменения тензорной плоскости дислокаций по траектории деформации:

$$\Delta K_d = \int_0^\varepsilon b \rho' d\varepsilon = k_0 \int_0^\varepsilon \{ \exp[0.5\varepsilon \exp(-3\varepsilon/2)] - 1 \} d\varepsilon, \quad (21)$$

где $k_0 = A_0/V \approx 2/R_0$ – исходная кривизна поверхности образца.

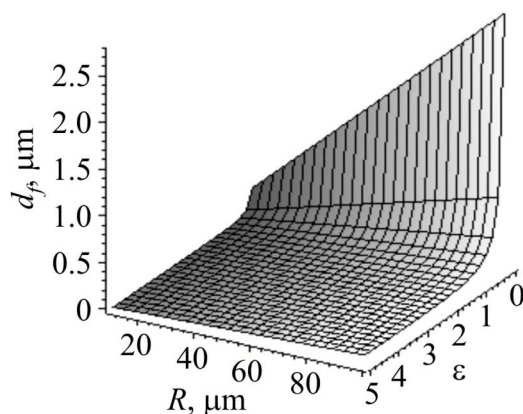


Рис. 2. Зависимость размеров малоугловых фрагментов d_f в никеле от степени деформации ε и поперечного размера образца R

Значение ΔK_d при постоянном значении поперечного размера образца с увеличением ε возрастает по экспоненте. Если принять разориентировку границ фрагментов равной разориентировке стенки краевых дислокаций $\sim 0.1^\circ$, то график зависимости размеров фрагментов в никеле от степени деформации и поперечного размера образца примет вид, показанный на рис. 2. Видно, что в интервале деформаций от 0 до $\varepsilon = 3-4$ размеры фрагментов интенсивно сокращаются с уменьшением поперечного сечения образца R_0 (с увеличением k_0).

Обсуждение результатов

Кривизна как характеристика деформированного состояния. Во многих работах для определения степени деформации при кручении используют выражения, в которых $\varepsilon \propto R$, поэтому при $R \rightarrow 0$ в центральной части диска получают значения $\varepsilon \rightarrow 0$. Между тем эксперименты показывают, что в центральной части тонкого (например, толщиной $h = 0.2$ mm) диска после 3–5 оборотов формируются мелкие зерна, размеры которых несущественно отличаются от размеров измельченных зерен на периферии диска, что свидетельствует о накоплении большой деформации в центре.

Степени деформации в центре тонкого диска при кручении под давлением можно оценить по накопленной кривизне-кручению: $k_t = h/2\pi n/[R^2 + (h/2\pi n)^2]$, где n – число оборотов, h – толщина диска. Мысленно выделим в окрестностях центра диска ($R \rightarrow 0$) прямую линию, параллельную оси. После 3–5 оборотов диска прямая приобретет форму винтовой линии с величиной кручения $k_t \approx 2\pi n/h = 2\pi(3-5)/0.2 \approx (94-157) \text{ mm}^{-1}$. Подставив это значение и $k_0 \approx 2/h = 10 \text{ mm}^{-1}$ в формулу (11), получим $\varepsilon \approx 4.5-5.5$ – достаточно большое значение накопленной деформации, объясняющее измельчение зерен в центре диска.

Плотность дислокаций. Экспериментальными методами обычно определяют скалярную плотность дислокаций. Типичный характер зависимости изменения скалярной плотности от степени деформации имеет вид кривой с насыщением или с некоторым максимумом. Судя по такой кривой, представленной в [8] для Ni, интенсивный рост плотности от $\rho \sim 10^{10} \text{ m}^{-2}$ до $\rho \sim (2-3) \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ происходит в интервале деформаций от 0 до 0.3. При деформации $\varepsilon \geq 0.6-0.7$ кривая плотности выходит на плато со значением скалярной плотности $\rho \sim (5-6) \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$.

Скалярную плотность рассчитывают по общему количеству дислокаций, предполагая, что в их скоплениях присутствуют дислокации разных знаков. Если бы при больших деформациях движение дислокаций было хаотичным, то наиболее вероятным следовало бы ожидать, что в дислокационных скоплениях общее количество дислокаций примерно вдвое превышает число однозначных дислокаций одного типа. Однако практически с началом фрагментации движение зарядных сегментов петель дислокации происходит в направлении массопереноса – атомы из зоны сжатия образца перемещаются в зону растяжения. Поэтому возникающие скопления дислокаций, по-видимому, состоят преимущественно из дислокаций одного знака, тогда $\rho' \approx \rho$.

Полученные зависимости ρ' и β при $\varepsilon \geq 0.6-0.7$ отражают среднюю кривизну-кручение кристаллической решетки, внесенную в нее возникшими при деформации скоплениями дислокаций. Собственно сами дислокации в плотных скоплениях, обособляющих несовершенные ячейки, исчезают вследствие слияния ядер при релаксационном преобразовании несовершенных границ таких ячеек в совершенные границы блоков. Для кривизны-

кручения кристаллической решетки это не существенно, поскольку преобразование несовершенных дислокационных границ в совершенные стенки дислокаций происходит с «сохранением» угла разворота [9]. Поэтому максимальная плотность зарядовых дислокаций, с точностью до b равная максимальной тензорной плотности дислокаций в сильнодеформированных металлах, характеризует не концентрацию дислокаций, а максимальную кривизну-кручение, приобретенную металлом при холодной деформации.

Размеры фрагментов. Образованию мелких зерен предшествует образование малоугловых фрагментов-ячеек, которые определяют размеры мелких зерен. Для металлов в соотношении Д. Холта $C = 16$. При $\rho_{\max} \sim 10^{17} \text{ м}^{-2}$ имеем $d_f^{\min} \sim 500 \text{ нм}$. Такие зерна получают в металлах после всестороннейковки, РКУ и винтового прессования.

При кручении тонких металлических дисков нередко образуются фрагменты и зерна $\sim 100 \text{ нм}$ и менее, а при шаровом размоле порошков и при влочении проволоки со степенью $\sim 99.98\%$ – нанофрагменты и нанозерна с размерами по порядку величины $\sim 10 \text{ нм}$. В этих процессах очаг деформации у деформируемых объектов меньше, чем у массивных заготовок, деформируемых методами прессования иковки. Соотношение Д. Холта не допускает формирования таких столь малых фрагментов-ячеек, поскольку для этого требуется недостижимая в металлах плотность дислокаций $\sim 10^{18} \text{ м}^{-2}$. Приведенное соотношение (20) такую возможность прогнозирует, если достигается большое значение накопленной кривизны ΔK_d , зависящее не только от максимальной плотности дислокаций, но и от степени ее снижения в ходе деформации. Это соотношение «объясняет» влияние масштабного фактора на размеры зерен. Из него также следует, что для предельного измельчения фрагментов и зерен в металлах необходимо ужесточение размеров очага деформации и/или создание компромиссных условий для развития большой деформации, направленных на снижение скорости возврата и в то же время на поддержание достаточной активности кристаллографического механизма деформации.

Заключение

В работе показана роль масштабного фактора – отношения площади поверхности очага деформации к его объему в структурообразовании при ИПД. Получены зависимости, позволяющие прогнозировать повышение плотности дислокаций и уменьшение размеров фрагментов в зависимости от размера поперечного сечения образца при холодной деформации.

1. Ф.З. Утяшев, Г.И. Рааб, ФММ **101**, 311 (2006).
2. F.Z. Utyashev, G.I. Raab, Rev. Adv. Mater. Sci. № 11, 137 (2006).
3. Э.В. Козлов, Вопросы материаловедения № 1 (29), 50 (2002).
4. P. de Vum, Континуальная теория дисклинаций, Мир, Москва (1977).

5. К. Оура, А.А. Саранин, А.В. Зотов, М. Катаяма, Введение в физику поверхности, Наука, Москва (2006).
6. В.В. Рыбин, Вопросы материаловедения № 1 (29), 11 (2002).
7. Дж. Кристиан, Теория превращений в сплавах. Ч. 1, Мир, Москва (1978).
8. В.В. Рыбин, Большие пластические деформации и разрушение металлов, Металлургия, Москва (1986).
9. М.А. Штремель, Прочность сплавов. Ч. 1, МИСИС, Москва (1997).
10. Ф.З. Утяшев, Г.И. Рааб, ФММ **104**, 605 (2007).

F.Z. Utyashev

THE ROLE OF SCALING FACTOR AND DEFORMATION MECHANISMS IN REFINEMENT OF METAL STRUCTURE

Dependences have been defined to show the increasing accumulation of the charge and tensor dislocation densities in metals and the formation of finer grains due to the increase of scaling factor – the ratio between the area of deformation site surface and the volume.

Fig. 1. Dependence of dislocation charge density accumulation on deformation degree ε for nickel sample and on cross-section R

Fig. 2. Dependence of low-angle fragment size d_f in nickel on deformation degree ε and cross-section R