

# І СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ. ОПІР РУЙНУВАННЮ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ

УДК 539.385

Д-р техн. наук В. Ф. Терентьев  
ИМЕТ им. А. А. Байкова РАН, г. Москва

## ЦИКЛИЧЕСКАЯ ПРОЧНОСТЬ СУБМИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ (ОБЗОР)

*Рассмотрены закономерности циклического упрочнения / разупрочнения и усталостного разрушения субмикро- и нанокристаллических металлов и сплавов. Усталостная прочность может быть существенно повышена после интенсивной пластической деформации за счет уменьшения размера зерна и повышения плотности дислокаций, однако циклическая трещиностойкость часто снижается при ультрамелкозернистой структуре.*

**Ключевые слова:** нанокристаллические материалы, плотность дислокаций, циклическое деформационное упрочнение, трещиностойкость, усталостное разрушение.

### Введение

В настоящее время имеются технологии интенсивной пластической деформации (ИПД) (равноканальное угловое прессование – РКУП, экструзия и др.), с помощью которых можно получить массивные металлические субмикрокристаллические (СМК) материалы с размером зерна 100–500 нм и высокими статическими прочностными характеристиками [1–10]. Некоторыми специальными технологиями (кручение под гидростатическим давлением – КГД, напыление, электроосаждение, спекание порошков и др.) удается получить нанометаллические материалы с размерами зерен меньшими 100 нм [11]. Весьма перспективным способом повышения физико-механических свойств металлических материалов является формирование в них наноструктурного состояния только в поверхностном слое материала [12–14, 47]. Особенно это может быть эффективно для деталей, работающих в условиях износа или усталости.

Поведение СМК и нанометаллических материалов в условиях циклического деформирования вызывает большой интерес [3, 9, 15–20], поскольку часто нет однозначной зависимости между высокими механическими свойствами при статическом деформировании этих материалов и характеристиками усталости. Кроме того, испытания на усталость очень чувствительны к структурному состоянию и стабильности этого состояния материала под нагрузкой, что позволяет более надежно выбрать оптимальные режимы термомеханической обработки для получения нужных эксплуатационных свойств СМК материалов.

В обзорной статье Х. Муграби [15] выделяются следующие аспекты проблемы металлических СМК материалов, которые следует изучить применительно к оценке их сопротивления усталостному разрушению: характер циклического скольжения, циклическое упрочнение / разупрочнение, закономерности хода кривых циклического деформирования, локализация циклической деформации (устойчивые полосы скольжения, полосы сдвига), распределение дислокаций и дислокационные механизмы деформации, закономерности усталостной повреждаемости (внутризеренное и межзеренное зарождение усталостных трещин, распространение усталостных трещин), долговечность при усталости, коррозионная усталость. Усталостные характеристики ряда металлических СМК материалов рассмотрены в работах [2–8, 16, 19, 20 и др.]. В таблице 1 приведены некоторые данные о статических и циклических характеристиках механических СМК материалах [17]. Ниже мы рассмотрим более подробно поведение СМК – и наноматериалов на примере сплавов на основе железа, титана и никеля при циклическом деформировании в зависимости от их структурного состояния и режимов интенсивной пластической деформации.

В настоящем обзоре рассмотрено поведение при циклическом деформировании некоторых металлических СМК- и наноматериалов на основе железа, титана и магния.

### Сплавы на основе железа

В ряде работ [21–26] было показано, что получение СМК структуры приводит к существенному повыше-

Таблиця 1 – Механические свойства СМК металлических материалов [17]

Материал	Обработка	$d$ , мкм	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_R$ , МПа
Си 99,96 %	ХП75 %, ТО 550 °С 2h	35	140	240	46	65
Си 99,96 % [15]	РКУП, В 8	0,25р	390	440	22	80
Си 99,96 %	РКУП, Вє 12	0,2р	410	480	17	80
<u>Си-0,8Сг-0,07Zr</u>	3, вытяжка, С 500 °С, lh	N/A	100			100
<u>Си-0,8Сг-0,05Zr</u>	РКУП Вє 8, С450 °С, lh	0,18р	490	630	14	245
<u>Си-0,44Сг-0,21Zr</u>	РКУП Вє 8, С 500 °С, lh	0,16р	650	720	12	285
Си-0,36Сг	РКУП А 8, С 500 °С, lh	-п	409	427	24	170
Си-0,36Сг	РКУП Са8, С 500 °С, lh	-р	456	467	20	160
Си-0,36Сг	РКУП Вє 8, С 500 °С, lh	-р	438	454	23	180
Ti VT1-00	ХП >	15	380	460	26	240
Ti VT1-00	РКУП Вє 8 400 °С	0,3р	640	810	15	380
Ti VT1-00	РКУП Вє 8 400 °С,	0,15р	970	1050	8	420
	ХП 75 %					
Fe-36Ni Invar	ХП 75 %		275	490	40	137
Fe-36Ni Invar	РКУП Вє 2	0,3р	570	732	47	280
Fe-36Ni Invar	РКУП Вє 8	0,26р'	690	790	35	290
Fe-36Ni Invar	РКУП Вє 12	0,18п	835	912	52	330
5056 Al сплав	О	25	122	290	43	116
5056 Al сплав	H18		407	434	10	152
5056 Al сплав	РКУП С 4, 150 °С	0,35п	280	340	25	116
5056 Al сплав	РКУП Вє 8, 110 °С	0,22р	392	442	7	116
6061 Al сплав	О	40–80	150	270	48	40
6061 Al сплав	T6	–	276	310	12	50
6061 Al сплав	РКУП, 1,125 °С	-п	310	375	20	80
6061 Al сплав	РКУП Вє 4, 125 °С	0,4р	380	425	20	<60
Al-4Mg-0,3Sc	Вытяжка		315	415	17	160
Al-1,5Mg-0,2Sc-Zr	РКУП, Вє 8, 150 °С		280	280	17	120
Al-3,0Mg-0,2Sc-Zr	РКУП, Вє 6, 150 °С		340	360	13	135
Al-4,5Mg-0,2Sc-Zr	РКУП, Вє 6, 160 °С		370	400	15	140
Al-6,0Mg-Sc-Zr						110

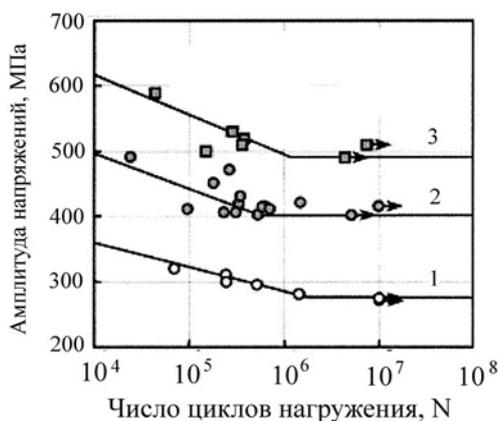
Примечание:  $d$  – размер зерна,  $\sigma_{0,2}$ , МПа – условный предел текучести,  $\sigma_B$  – предел прочности,  $\delta$  – деформация до разрушения,  $\sigma_R$  – предел усталости на базе  $10^7$  циклов, ХП – холодная прокатка, 3 – закалка, С – старение, ТО – термическая обработка; р и п – равновесная и полосовая структуры, соответственно. Цифра, стоящая после маршрута РКУП, указывает число проходов. Следом за числом проходов указана температура прессования, если она отличалась от комнатной.

нию предела усталости железа, стали и сплавов на его основе. Так, в работе [21] исследовали циклическую прочность (симметричное растяжение-сжатие, частота нагружения 30 Гц) СМК низкоуглеродистой стали. Испытывали три серии гладких и надрезанных образцов: 1 – образцы с диаметром ферритного зерна 12,5 мкм; 2 – 0,8 мкм; 3 – 1,0 мкм. Образцы со сверхмелким зерном получали в результате прокатки. Химический состав первых двух серий образцов был одинаков (0,16С; 0,44Si; 1,3Mn; 0,013Nb; 0,012Ti; 0,037Al; 0,003N; вес. %), а у образцов серии 3 несколько отличался (0,15С; 0,20Si; 1,8Mn; 0,030Nb; 0,099Ti; 0,030Al; 0,026N; вес. %). Предел прочности соответственно составлял 640, 800 и 1190 МПа. На рис. 1 представлены кривые усталости исследованных серий образцов. Видно, что максимальный предел усталости наблюдается у образцов серии 3 с максимальным уровнем предела прочности и с размером зерна 1,0 мкм. Наличие концентрации напряжений у образцов серии 3 снижает уровень предела усталости ~ в 2 раза (рис. 2).

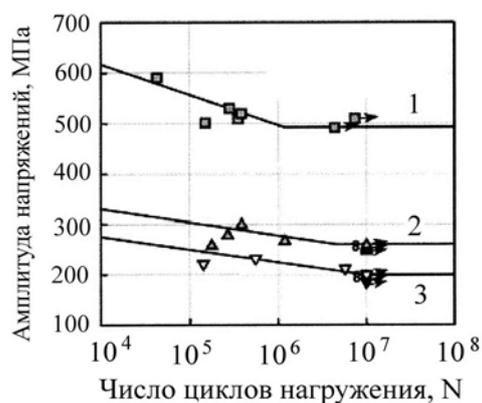
Максимальная длина нераспространяющихся усталостных трещин в образцах с теоретическим коэффициентом концентрации напряжений  $K_t = 2,0$  составляла 2 мкм, а для  $K_t = 2,8-4$  мкм, т.е. составляла 2–4 размера зерна.

В работе [25] изучали влияние СМК структуры на характеристики циклической прочности низкоуглеродистых сталей после интенсивной пластической деформации. Химический состав и механические свойства исследованных сталей представлены в таблицах 2 и 3.

Из таблицы 3 следует, что предел усталости сталей с СМК структурой примерно на 120 МПа выше, чем у образцов после нормализации. Из кривых статического и циклического деформирования видно, что у стали с 0,15С в этом структурном состоянии наблюдается циклическое разупрочнение, а в случае нормализованного состояния начальное циклическое разупрочнение сменяется упрочнением уже в пределах площадки текучести (рис. 3).



**Рис. 1.** Кривые усталости низкоуглеродистой стали при асимметрии цикла нагружения  $R = -1$ . Номера на рисунке соответствуют сериям образцов [21]



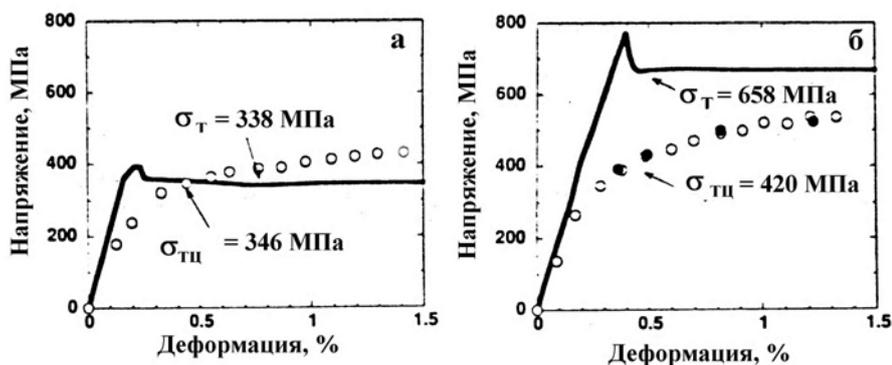
**Рис. 2.** Кривые усталости низкоуглеродистой стали серии 3 с различным теоретическим концентратором напряжения  $K_f$ : 1 –  $K_f = 1$ ;  $K_f = 2,0$ ;  $K_f = 2,8$ . Номера на рисунке соответствуют сериям образцов [21]

**Таблица 2** – Химический состав низкоуглеродистых сталей [25]

Материал	Химический состав, вес. %							
	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Другие элементы
СМК сталь 0,05С	0,049	< 0,01	1,98	0,021	0,0009	0,025	0,0014	
СМК сталь 0,15С	0,150	0,30	1,45	0,009	0,0008	0,029	0,0025	
Норм. сталь 0,05С	0,049	0,01	2,01	0,022	0,0010	0,032	0,0018	
Норм. сталь 0,15С	0,150	0,32	1,44	0,010	0,0010	0,029	0,0019	
Норм. сталь 0,45С	0,460	0,21	0,78	0,020	0,0022			Ni 0,02; Cr 0,15; Cu 0,02

**Таблица 3** – Механические свойства низкоуглеродистых сталей в зависимости от размера зерна [25]

Материал	Нижний предел текучести, $\sigma_T$ , МПа	Предел прочности, $\sigma_B$ , МПа	Размер зерна $d$ , мкм	Циклический предел текучести, $\sigma_{TC}$ , МПа	Предел усталости $\sigma_R$ , МПа
Ультрамелкозернистая сталь с 0,05 %С	645	645	0,7	408	378
Ультрамелкозернистая сталь с 0,15 %С	658	668	0,9	420	378
Нормализованная сталь с 0,05 %С	249	408	15,0	297	232
Нормализованная сталь с 0,15 %С	338	495	10,0	346	243
Нормализованная сталь S45C (0,45 %С)	453	700	7,5	385	290



**Рис. 3.** Кривые статического и циклического деформирования низкоуглеродистой стали с 0,15 %С в нормализованном и СМК состояниях:  $\sigma_T$  – статический предел текучести;  $\sigma_{TC}$  – циклический предел текучести [25]

Такая же закономерность наблюдается и образцов из низкоуглеродистой стали с 0,05 %C. Долговечность при малоциклового усталости ультрамелкозернистой стали с 0,15 %C в сравнении с данными, полученными на образцах из нормализованной стали S45CN (0,46 %C) с примерно одинаковыми значениями предела прочности ( $\sim 670$  МПа) практически одинакова в интервале амплитуд пластической деформации от  $2 \cdot 10^{-2}$  до  $10^{-3}$ .

Авторы [25] считают, что связь между пределом усталости и размером зерна на основе полученных ими данных, хорошо отвечает соотношению Холла-Петча. Также было показано, что наблюдается линейная зависимость между циклическим пределом текучести и пределом прочности углеродистых сталей  $\sigma_{\text{ци}} = 0,613\sigma_B$  в различном структурном состоянии вплоть до уровня предела прочности 1200 МПа.

В работе [27] исследовали влияние размера зерна на усталость при симметричном растяжении – сжатии плоских образцов из низкоуглеродистых сталей (0,11C; 0,20Si; 1,44Mn; 0,007P; 0,005S; вес. %). Образцы вырезались из плит толщиной 50 мм, подвергнутых специальной контролируемой прокатке. В поверхностном слое плиты толщиной 7 мм была получена СМК структура с размером зерен в направлении прокатки  $\sim 4$  мкм, а в поперечном – 1,8 мкм (образцы серии 1). Образцы 2-й серии вырезались из слоя металла непосредственно расположенным ниже поверхностного слоя и размер зерна в этих образцах в направлении прокатки составлял  $\sim 9$  мкм, а в поперечном – 6,7 мкм. У образцов 1-й серии предел прочности  $\sigma_B = 520$  МПа, предел текучести  $\sigma_T = 446$  МПа и предел усталости  $\sigma_R = 285$  МПа. У образцов 2-й серии  $\sigma_B = 476$  МПа,  $\sigma_T = 368$  МПа и  $\sigma_R = 245$  МПа. Таким образом, все механические характеристики у поверхностного СМК металла выше, чем у образцов, вырезанных из внутренней области плиты. Из-за наличия текстуры, субграней и поперечного скольжения отношение между пределом усталости и размером зерна для СМК металла не подчиняется зависимости Холла-Петча, хотя в работе [10] было показано наличие такой зависимости у образцов из низкоуглеродистой стали с СМК – структурой между статическим пределом текучести и размером зерна. В обзоре [15] отмечается, что для СМК – металлов требуется иная модель, объясняющая взаимосвязь между усталостными характеристиками и размером зерна. Усталостные трещины в образцах серии 1 зарождаются в области границ зерен, где одновременно наблюдаются микрополосы скольжения с экструзиями и интрузиями и области с поперечным скольжением [27].

Циклическую трещиностойкость образцов из низкоуглеродистой стали (Fe – 0,15 %C – 0,25 %Si – 1,15 %Mn; вес. %) после РКУП (размер зерна  $\sim 0,2$  мкм) исследовали при частоте нагружения 20 Гц и коэффициентах асимметрии цикла  $R = 0,1; 0,3$  и  $0,5$  в работе [23]. После РКУП предел текучести по сравнению с исходным состоянием возрастает более чем в 3 раза (в исходном состоянии  $\sigma_T = 300$  МПа, а после РКУП  $\sim 900$  МПа), однако при

этом резко падает пластичность и наблюдается разупрочнение при нагружении. При циклическом деформировании стали после РКУП также наблюдается разупрочнение. При амплитуде общей деформации за цикл нагружения 0,5 % максимальные напряжения в цикле растяжения и сжатия за 100 циклов уменьшаются на 16 %. Кинетические диаграммы усталостного разрушения при  $R = 0,1$  представлены на рис. 4.

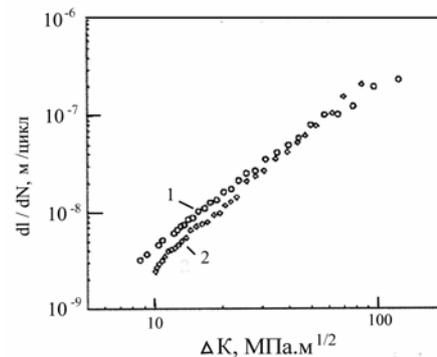


Рис. 4. Кинетические диаграммы усталостного разрушения низкоуглеродистой стали (0,15 %C) при  $R = 0,1$ : 1 – состояние после РКУП (4 прохода); 2 – состояние поставки [23]

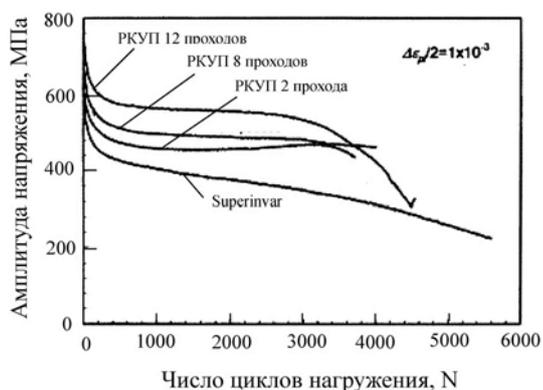
При низких значениях размаха коэффициента интенсивности напряжений скорость распространения усталостной трещины выше у материала после РКУП по сравнению с исходным состоянием, однако при высоких значениях  $\Delta K$  скорости распространения трещины примерно одинаковы. Наихудшие характеристики циклической трещиностойкости после РКУП наблюдаются при коэффициенте асимметрии цикла нагружения  $R = 0,5$ .

В работе [22] изучали циклическую прочность ультрамелкозернистого стабильного аустенитного сплава Fe – 36Ni Invar (36,1 %Ni; 0,02 %C; ост. Fe, вес. %), полученного технологией РКУП. Для сравнения исследовали технический сплав Superinvar (31Ni; 4–6Co; 0,3–0,4 Mn; 0,07C; ост. Fe; вес. %). Испытания на многоцикловую усталость проводились с частотой 10 Гц, а на малоцикловую усталость – 0,15 Гц на образцах с рабочим сечением  $2 \times 2$  мм<sup>2</sup>. Механические свойства и размер зерна исследованных материалов представлены в таблице 4.

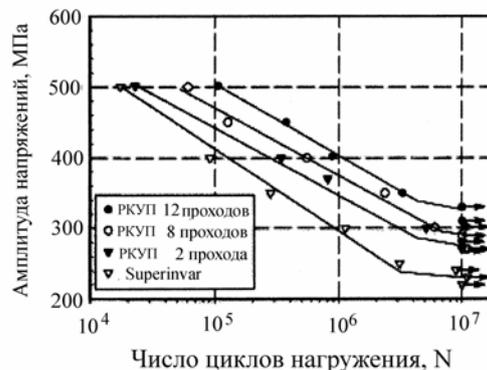
Из таблицы видно, что РКУП существенно повышает условный предел текучести и предел прочности сплавов Invar и Superinvar, не снижая характеристик пластичности. На рис. 5 представлены кривые циклического упрочнения / разупрочнения рассматриваемых сплавов при нагружении с постоянной амплитудой пластической деформации за цикл  $\Delta \epsilon_p = 1,10^{-3}$ . Во всех случаях наблюдается циклическое разупрочнение, что свидетельствует о нестабильности структурного состояния этих сплавов в процессе циклического деформирования. Кривые многоцикловой усталости исследованных материалов представлены на рис. 6.

**Таблица 4** – Механические свойства и размер зерна исследованных материалов [22]

Материал	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta_s$ , %	$\psi_s$ , %	$\sigma_R$ , МПа	Размер зерна, мкм
Invar 36 [1]	275	490	40	60	137	–
HP Invar [2]	271	468	70	–	186	–
Superinvar	560	725	39	51	240	–
РКУП – 2 прохода	570	732	47	61	280	0,30
РКУП – 8 проходов	690	790	35	60	290	0,26
РКУП – 12 проходов	835	912	52	62	330	0,18

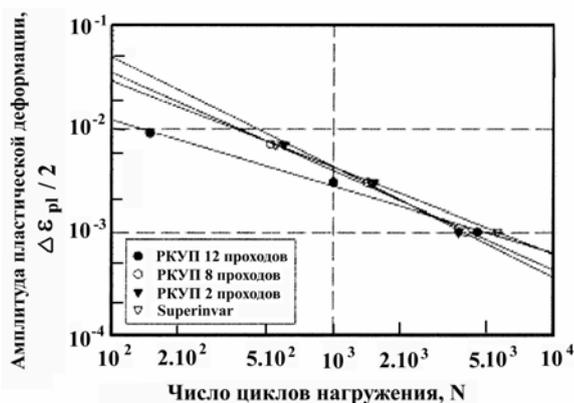


**Рис. 5.** Кривые циклического упрочнения / разупрочнения сплава Invar после РКУП и сплава Superinvar при  $\Delta \epsilon_p = 1,10^{-3}$  [22]



**Рис. 6.** Кривые усталости сплава Invar после РКУП и сплава Superinvar [22]

Ограниченная долговечность и предел усталости повышаются с увеличением проходов при РКУП и эти характеристики выше, чем у сплава Superinvar. Кривые малоциклового усталости, представленные на рис. 7, подтверждают, что минимальная долговечность вплоть до числа циклов нагружения  $\sim 4,10^3$  наблюдается у сплава Invar после 12 проходов РКУП с максимальным пределом прочности. У других серий образцов ограниченная долговечность примерно одинакова. Коэффициент термического расширения инварного сплава Fe – 36 %Ni после интенсивной пластической деформации (кручение под квазигидростатическим давлением; размер зерна 100 мкм) более чем в 2 раза меньше, чем в крупнозернистом материале [28].



**Рис. 7.** Кривые малоциклового усталости сплава Invar после РКУП и сплава Superinvar [22]

В работе [26] было исследовано влияние РКУП на усталостную прочность аустенитной нержавеющей стали X18H10T. Заготовки из стали X18H10T (0,07C; 17,3Cr; 9,2Ni; 0,2Cu; 0,7Ti; 0,5Si; 1,4Mn; 0,003S; 0,003P, вес. %) диаметром 22 мм выдерживали при температуре 1050 °C (1 час) и охлаждали на воздухе (исходное состояние) (серия 1) и затем подвергали РКУП (4 прохода: один проход с углом пересечения каналов 90° и 3 прохода с углом 120°С при комнатной температуре (серия 2). Затем из исследуемых серий образцов были изготовлены образцы с рабочим сечением  $1 \times 7$  мм<sup>2</sup>, которые использовались для статических и усталостных испытаний. В исходном состоянии в структуре стали содержалось 95 % аустенита и 5 %  $\delta$ - феррита при размере аустенитных зерен 20 мкм. После РКУП наблюдается вытянутая в направлении длины образца исходная зеренная структура. Структура внутри зерна представляет собой ориентированную субструктуру с размером ориентированных структурных элементов в пределах от 100 до 250 нм (рис. 8, а). В процессе РКУП в материале произошло фазовое превращение, в результате которого количество  $\alpha$ - мартенсита увеличилось до 45 % (рис. 8, б).

Таким образом, после РКУП сталь стала двухфазной, предел прочности возрастает в два раза по сравнению с исходным состоянием (1138МПа и 560МПа соответственно), однако резко падает пластичность (с 84 % до 12,9 %). На рис. 9 представлены кривые усталости нержавеющей стали в исходном состоянии и после РКУП и изменение количества магнитной фазы в процессе циклического деформирования у исследованных серий образцов.

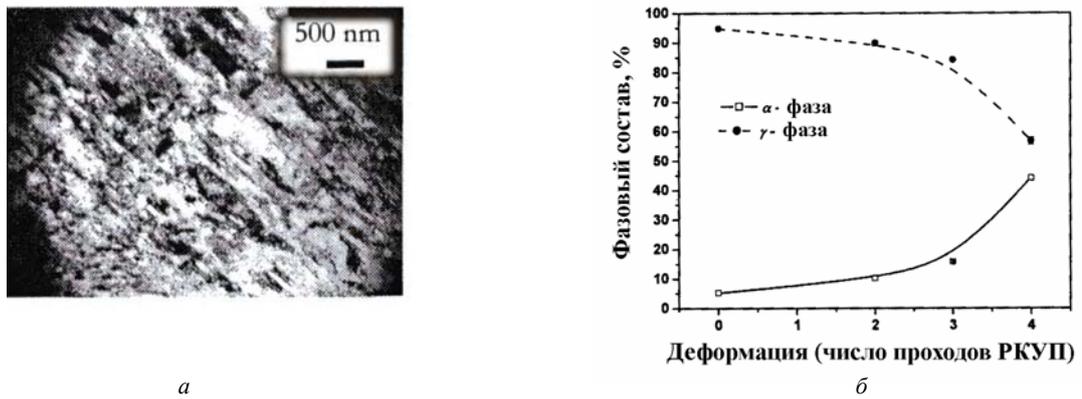


Рис. 8. Субструктура сталі X18H10T після 4-х проходів РКУП (а) і фазовий склад після різних проходів РКУП [26]

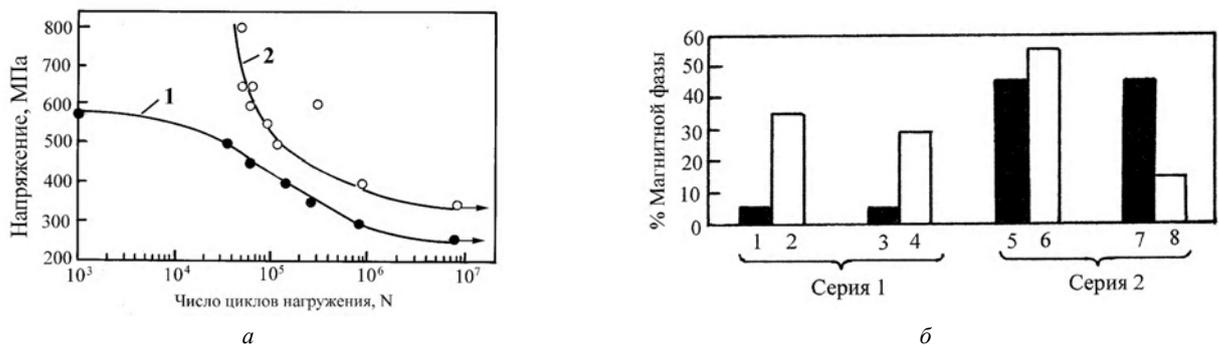


Рис. 9. Криві втоми аустенітної сталі X18H10T (1 – вихідне стання; 2 – після РКУП) (а) і кількість магнітної фази в структурі до і після циклічного деформування (б): 1, 3 – серія 1, вихідне стання; 2 – після випробування на втому при  $\sigma = 500$  МПа; 4 – після випробування на втому при  $\sigma = 260$  МПа; 5, 7 – серія 2, вихідне стання; 6 – після випробування на втому при  $\sigma = 800$  МПа; 8 – після випробування на втому при  $\sigma = 400$  МПа [26]

Из рис. 9, а видно, что долговечность стали X18H10T после РКУП в интервале напряжений от 350 до 800 МПа значительно превышает долговечность аустенитной стали в исходном состоянии. Предел выносливости на базе  $9,10^6$  циклов также выше у стали с субмикроструктурной структурой и составляет 320 МПа, т.е. увеличивается по сравнению с исходным состоянием (серия 1) на 100 МПа. В образцах серии 1 в исходном состоянии было 5 % магнитной фазы ( $\delta$ -феррит). В образце испытанном на усталость до разрушения при максимальном напряжении 300 МПа количество магнитной фазы возросло до 29 % за счет образования мартенситной фазы в процессе циклического деформирования. При испытании на усталость при более высоком циклическом напряжении (570 МПа) содержание магнитной фазы повысилось до 35 %. В образцах серии 2 (после РКУП) исходное содержание магнитной фазы составляло 45 %. Испытание в условиях усталости при максимальном напряжении 800 МПа (число циклов до разрушения  $8,10^4$ ) привело к дополнительному увеличению магнитной фазы и составило 54 %. Однако, деформирование при значительно меньшем циклическом напряжении 400 МПа (число циклов до разрушения  $10^6$ ) наблюдалась обратная кар-

тина: количество магнитной фазы снизилось с 45 % до 15 %. По-видимому, это связано с обратным мартенситным превращением, происходящим в чисто упругой области длительных циклических напряжений в метастабильной субструктуре после РКУП. Это также объясняет сравнительно небольшое повышение предела выносливости после РКУП на базе  $10^7$  циклов нагружения по сравнению с закаленным состоянием. Так, если предел прочности возрос на 580 МПа, то предел выносливости повысился лишь на 100 МПа.

Фрактографические исследования выявили особенности усталостного разрушения СМК нержавеющей стали. Если в исходном состоянии на стадии стабильного распространения усталостной трещины наблюдаются типичные вязкие бороздки (рис. 10, а), то после РКУП присутствует вторичное растрескивание вдоль усталостных бороздок (рис. 10, б), а на стадии ускоренного распространения трещины наблюдается скачкообразное развитие трещины с чередованием областей вязкого ямочного разрушения и усталостно-бороздчатого рельефа [42].

В работе [7] исследовали влияние РКУП на усталостную прочность низкоуглеродистой двухфазной ферритно-мартенситной стали (0,15C; 0,25Si;



Рис. 10. Фрактография усталостного разрушения образцов из аустенитной стали в исходном состоянии (а) и после РКУП (б) [26]

1, 1Мп; < 0,035S; < 0,03P; Fe ост., вес. %). РКУП проводили за 4 прохода по маршруту С. После РКУП материал подвергали отжигу при 730 °С в течение 10 мин. с последующей закалкой в воду. В исходном состоянии средний размер зерна составлял ~ 30 мкм и ~ 2,5 мкм. Предел прочности исходного материала составлял 550 МПа, а после РКУП – 800 МПа. Усталостные испытания проводили на плоских образцах с рабочим сечением 1×2 мм при асимметрии цикла  $R = 0,05$ . На рис. 11 представлены кривые усталости исследованного материала в различном структурном состоянии, а на рис. 12 – зависимость между пределом усталости и пределом прочности углеродистых сталей. Из этих рисунков видно, что ультрамелкозернистые стали обладают более высоким пределом выносливости и большим соотношением предела выносливости к пределу прочности. Распространение усталостной трещины в СМК структурах, как правило, происходит по межзеренному механизму [7].

Экспериментальные данные по закономерностям циклической прочности СМК сплавов железа показывают, что предел усталости низкоуглеродистых сталей можно существенно повысить, используя различные технологии ИПД, несмотря на протекающее в процессе усталостного нагружения разупрочнение. Повышается также отношение предела выносливости к пределу усталости. Характеристики малоциклового усталосту не снижаются после ИПД, однако сохраняется высокая чувствительность к концентрации напряжений. Также несколько снижаются характеристики циклической трещиностойкости.



Рис. 11. Кривые усталости углеродистых и двухфазных ферритно-мартенситных сталей в различном состоянии [7]

## Титан и его сплавы

Титан и его сплавы широко используются в различных областях техники (авиация, химическое оборудование и т.д.). В последнее время титан нашел применение как материал биоимплантантов. Поэтому вопрос о влиянии интенсивной пластической деформации и СМК – структуры на характеристики усталости титана представляет большой интерес.

В ряде работ [29–33] было показано, что интенсивная пластическая деформация приводит к существенному повышению прочностных свойств титана и его сплавов в условиях статического и циклического деформирования. Интересные экспериментальные данные с использованием РКУП были получены при исследовании влияния СМК состояния титана ВТ1 – 0 (0,12 %O; 0,18 %Fe; 0,07 %C; 0,04 %N; 0,01 %H) на статическое растяжение и циклическую прочность в условиях симметричного изгиба с вращением с построением кривых усталости ускоренным методом при ступенчатом нагружении по методу Локатти [29]. В таблице 5 представлены механические свойства титана в различном структурном состоянии, а на рис. 13 – кривые усталости. Ультрамелкозернистые состояния в титане были получены сочетанием теплового РКУП и последующей термомеханической обработки. В ультрамелкозернистом состоянии 1 наблюдалась равноосная зеренная структура со средним размером зерна 0,25 мкм и повышенной плотностью решеточных дислокаций (до  $10^{12}$ – $10^{13}$  м<sup>-2</sup>). Состояние 2 характеризуется волокнистой в осевом направлении структурой

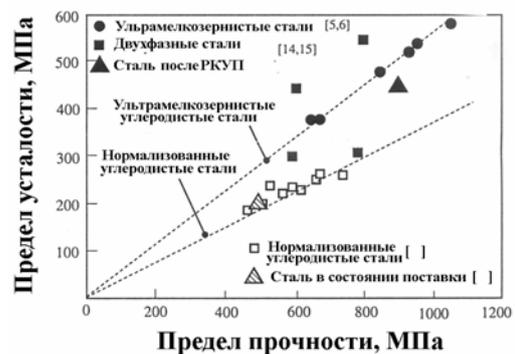
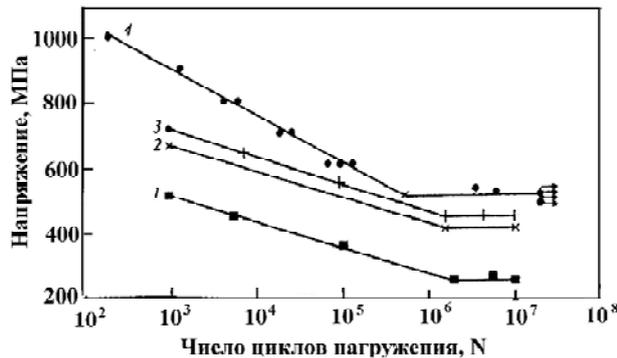


Рис. 12. Зависимость между пределом прочности и пределом усталости углеродистых сталей [7]

**Таблиця 5** – Микротвердість, механічні властивості на розтягнення і межу виводності титана в різних станах [29]

Стан (тип структури)	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	$\sigma_{-1}$ , МПа
Исходное горячекатанное, с размером зерен 15 мкм	460	380	26	60	238±10
Наноструктурное (равноосная)	710	625	14	60	403±8
Наноструктурное (волокнистая)	960	725	10	45	434±5
Наноструктурное (фрагментированная)	1100	915	9	40	482±8

Примечание: в числителе даны свойства при измерении  $N_T$  в продольном направлении, а в знаменателе – в поперечном направлении.



**Рис. 13.** Криві втоми для вихідного (1) і наноструктурного титану з рівноосною (2), волокнистою (3) і фрагментованою (4) структурою [29]



**Рис. 14.** Криві багатоциклової втоми титану з різним розміром зерна [33]:

- 1 – крива втоми після РКУП і холодної прокатки;  
2 – після РКУП; 3 – розмір зерна 9 мкм [18]

з розміром зерна 0,15 мкм і більш високою щільністю дислокацій  $10^{14}$ – $10^{15}$  м<sup>-2</sup>.

В структурному стані 3 розмір зерна становив 0,15 мкм. Для цього стану характерні наявність високо- і малоуглових меж зерен з щільністю дислокацій  $10^{13}$ – $10^{14}$  м<sup>-2</sup>, а також поява зерен, повністю вільних від дислокацій. З таблиці 2 і рис. 2 видно, що максимальної циклічної міцністю

володіє фрагментована наноструктура 3, у якій спостерігається також найбільший межу міцності. Межу виводності цієї структури зростає в 2 рази порівняно з горячекатаним станом, однак пластичність стану 3 найменша. Загальна тенденція пов'язана з тим, що чим вище межу міцності, тим більше зростає рівень межі виводності гладких зразків [29].

В роботах [30, 31] досліджували втоми міцність (знакопостійний циклічний вигин плоских зразків) титану технічної чистоти ВТ1-0 і сплаву ВТ6 в станах заводської поставки і після РКУП. В стані поставки структура титану ВТ1-0 характеризується рівноосними зернами розміром 5–7 мкм з щільністю дислокацій  $10^9$  см<sup>-2</sup>. Після РКУП розмір елементів зерно – субзернової структури становив (0,35–0,15) мкм, щільність дислокацій –  $2,10^{10}$  см<sup>-2</sup>. В сплав ВТ6 в стані поставки спостерігалася рівноосна структура з середнім розміром  $\alpha$ -зерен близько 2 мкм. Після РКУП в сплав ВТ6 в вигнутих в напрямку вздовж осі пресування 80% зерен  $\alpha$ -фази утворюється мартенсит. Поперечний розмір цих зерен становив  $\approx 2,5$ – $1,5$  мкм, а подовгий – 10 мкм і більше. Поперечний розмір пластин мартенсита змінювався від 10 до 100 нм. В сплав ВТ6 розвиток деформаційних процесів при циклічному навантаженні супроводжується утворенням мартенситної фази, структури і закономірності формування якої в багатьох визначають втоми властивості матеріалу. Межу міцності технічного титану після РКУП досягає значення 1140 МПа, а межі текучості до 960 МПа. Межу виводності титану ВТ1-0 на базі  $10^6$  в стані поставки становив 350 МПа, а після ВТ1 – 0 – 520 МПа. В сплав ВТ6 відповідно 570 і 670 МПа [27, 28]. В роботі [32] також показано, що у ультрамікрозернистого чистого титану після РКУП межу втоми зростає в 1,67 рази, однак чутливість до надрізу підвищується.

Вплив СМК структури на циклічну міцність технічного чистого титану ВТ1-0 (0,12С; 0,18Fe; 0,04С; 0,04N; 0,01H; ост. Ti, мас. %) було вивчено в роботах [33]. Така структура з розміром зерна 300 нм ( $\sigma_B = 810$  МПа;  $\sigma_T = 650$  МПа;  $\delta = 15$  %) була отримана після РКУП (багаторазове пресування

осуществлялось по маршруту В при температурах 400–450 °С). Часть образцов после РКУПД подвергалась холодной прокатке со степенью обжатия 75 % и последующему стабилизирующему отжигу при 300 °С в течение 1–2 ч. Для сравнения исследовались образцы с размером зерна 25 мкм ( $\sigma_B = 460$  МПа;  $\sigma_T = 380$  МПа;  $\delta = 26$  %). Испытания при симметричном растяжении-сжатии на многоцикловую усталость цилиндрических образцов с диаметром рабочей части 7 мм проводились при частоте 10 Гц, а на малоцикловую усталость – 2 Гц. На рис. 14 представлена кривые усталости образцов с ультрамелкозернистой структурой и для сравнения приведена кривая усталости крупнозернистого титана (размер зерна 9 мкм), полученная ранее в работе [18].

Видно, что максимальный предел усталости наблюдается у образцов, подвергнутых РКУП и последующей холодной прокатке (кривая 1), а предел усталости крупнозернистого материала (кривая 3) значительно ниже образцов подвергнутых РКУП предел усталости после РКУП (кривые 1 и 2). Характеристики малоциклового усталости ультрамелкозернистого (после РКУП) и крупнозернистого материала (размер зерна 25 мкм) практически одинаковы (рис. 15), что свидетельствует о хорошей способности к циклическому упрочнению материала после РКУП. Это подтверждают данные характеристик циклического деформирования (рис. 16).

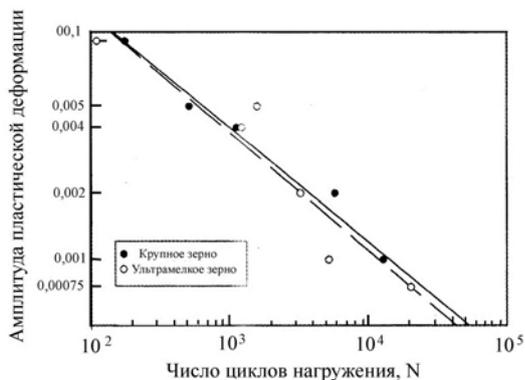


Рис. 15. Кривые малоциклового усталости титана с различным размером зерна [33]

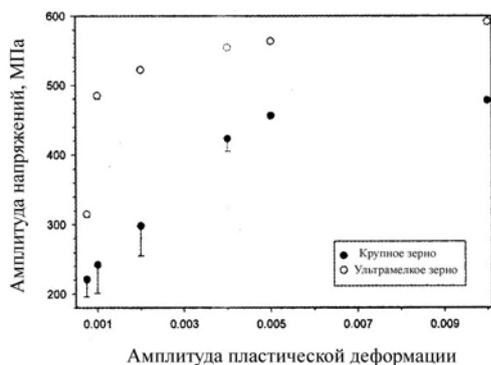


Рис. 16. Характеристики циклического деформирования титана с различным размером зерна [33]

В работе [16] исследовали циклическую трещиностойкость чистого титана с размером зерна 22 мкм (предел текучести 430 МПа) и СМК – титана с размером зерна 250 нм (предел текучести 635 МПа). СМК титан получали методом РКУП (8 проходов при температуре 425 °С). Испытания на циклическую трещиностойкость проводили на компактных образцах толщиной 3 мм при асимметрии цикла нагружения  $R = 0,1$  и  $0,3$  с частотой 10 Гц. На рис. 17 представлены кинетические диаграммы усталостного разрушения исследованных партий образцов. Видно, что скорость распространения усталостной трещины в ультрамелкозернистом материале на порядок выше, чем в крупнозернистом материале. Пороговый коэффициент интенсивности напряжений  $\Delta K_{th}$  также в СМК материале в 2,5 раза меньше, чем в крупнозернистом.

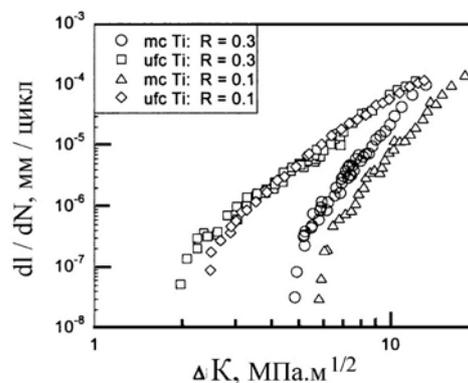


Рис. 17. Кинетические диаграммы усталостного разрушения чистого титана в зависимости от размера зерна и коэффициента асимметрии цикла  $R$ : mc – крупнозернистый материал; ufc – ультрамелкозернистый материал [16]

В работе [34, 35] исследовали усталость титанового сплава системы Ti – 6Al – 4V (6,3Al; 4,1V; 0,18Fe; 0,182O; 0,003Si; ост. Ti; вес. %) в субмикроструктурном состоянии (глобулярные зерна  $\alpha$ - и  $\beta$ - фаз размером  $\sim 0,4$  мкм), которое получали путем многократной всесторонней осадки заготовок диаметром 25 мм при температурах 650–550 °С. После такой обработки заготовки отжигали при 650 °С. Для сравнения изучали характеристики усталости сплава с размером зерна 10 мкм. Предел текучести с уменьшением размера зерна возрастает с 960 МПа до 1180 МПа, а предел прочности с 1050 до 1300 МПа. Относительное сужение возрастает с уменьшением размера зерна с 32 до 60 %. Однако относительное удлинение уменьшается с 9 до 7 %. Кривые усталости пластинчатых образцов с различным размером зерна, полученные в условиях пульсирующего консольного изгиба с частотой 500 Гц по ускоренной методике, представлены на рис. 18. Предел усталости на базе  $2,10^7$  циклов выше у субмикроструктурного материала и составляет 693 МПа по сравнению с 580 МПа у материала с размером зерна 10 мкм.

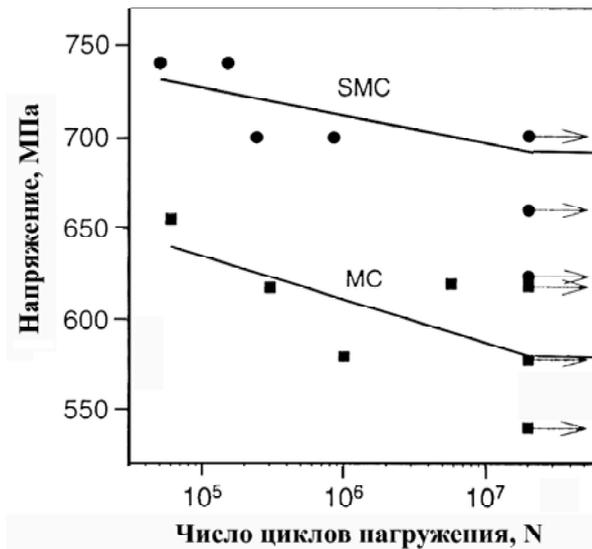


Рис. 18. Влияние размера зерна на характеристики усталости титанового сплава системы Ti – 6Al – 4V:

1 – размер зерна 0,4 мкм; 2 – 10 мкм [34]

В работе [36] исследовали влияние интенсивной пластической деформации на мало и многоцикловую усталость титанового сплава Ti – 6Al – 4V (Al – 6,2; V – 4,2; Fe – 0,25; C – 0,01; O – 0,11; N – 0,0045; H = 0,004; ост. Ti, вес. %). Исходные заготовки диаметром 40 мм были подвергнуты отжигу при 960 °С, закалены в воду и состарены в течение 4 часов при температуре 650 °С. Затем прутки были комбинированной обработке, включающей РКУП (Т = 650 °С, угол 90 °, маршрут Вс, 2 прохода). После этого прутки прошли 6-ти ступенчатую экструзию (5 проходов при 350 °С и последний проход при комнатной температуре). Статические механические свойства определяли на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части 6 мм. Предел прочности после такой комбинированной обработки увеличивался с 930 МПа для исходного материала до 1360 МПа для СМК – титана, а удлинение уменьшалось соответственно с 20 до 13 %. Результаты малоцикловых испытаний в условиях симметричного растяжения-сжатия (диаметр рабочей части образца 8 мм) с постоянной амплитудой пластической деформации за цикл в диапазоне  $3,10^{-4}$ – $5,10^{-3}$  и с частотой нагружения 2 Гц представлены на рис. 19. На кривых циклического деформирования во всех случаях в начале деформирования наблюдается циклическое разупрочнение вне зависимости от размера зерна. При низкой амплитуде деформации наблюдается стадия насыщения, а у крупнозернистого материала непосредственно перед разрушением наблюдается деформационное упрочнение.

Многоцикловую усталость изучали на цилиндрических образцах в условиях консольного изгиба с вращением с частотой 50 Гц. На рис. 20 приведены результаты усталостных испытаний авторов работы [36] (кривые 1 и 2) и данные других авторов.

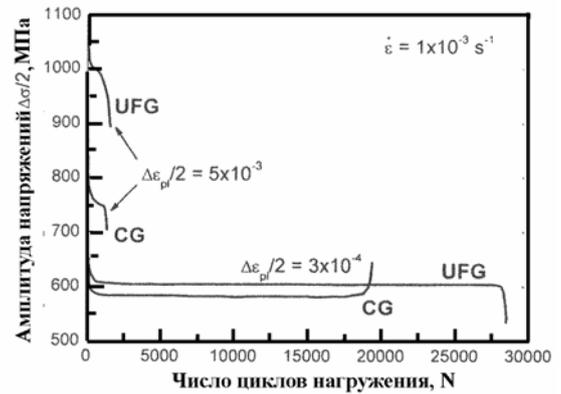


Рис. 19. Влияние размера зерна на характеристики усталости титанового сплава системы Ti – 6Al – 4V:

1 – размер зерна 0,4 мкм; 2–10 мкм [34]

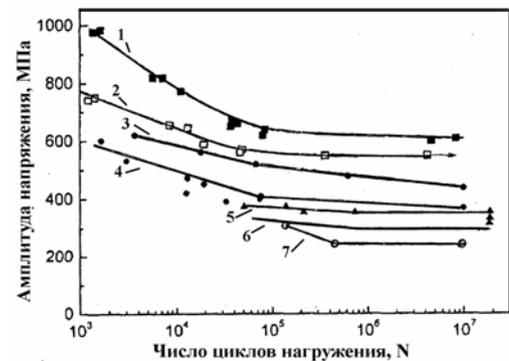


Рис. 20. Кривые усталости титана и его сплавов с различным размером зерна:

1, 2 – СМК и крупнозернистый титановый сплав [36];  
3, 4 – СМК – Ti [33]; 5, 6 – СМК и крупнозернистый титановый сплав [27]; крупнозернистый титан [39]

Из данных, представленных на рис. 20, видно, что после интенсивной пластической деформации титана и его сплавов предел выносливости находится в диапазоне напряжений 400–620 МПа, что значительно выше, чем известные данные по пределу выносливости у технического чистого титана.

В работах [37–38] исследовалась статическая и усталостная прочность двух серий образцов из технического чистого титана Grade 4 (США) следующего химического состава: C – 0,052; N – 0,015; O – 0,34; H – 0,015; Fe – 0,3; ост. Ti в вес. %. Серия 1: образцы изготовлялись из исходных горячекатанных заготовок диаметром 25 мм с размером зерна  $\approx 25$  мкм. Серия 2: исходные заготовки были подвергнуты комбинированной обработке (ТМТ), включающей РКУП (Т = 450 °С, угол 90 °, маршрут Вс, 4 прохода), последующую термомеханическую обработку волочением с суммарным обжатием 80 % в интервале температур 350...400 °С и с последующим отжигом при 300 °С в течение 1 часа. Серия 3: то же, что и серия 2, только заключительный отжиг при 3500 °С проводился в течение 6 ч. В ре-

зультате такой обработки были получены прутки диаметром 7 мм и длиной 3 м с равноосной зеренной структурой размером 150 нм. Механические испытания в условиях растяжения проводили на образцах с диаметром рабочей части 3 мм. Механические свойства Ti Grade 4 в различном структурном состоянии представлены в таблице 6 [37].

В результате такой комбинированной обработки предел прочности возрос с 700 до 1240 МПа, условный предел текучести с 530 до 1200 МПа, а удлинение снизилось с 25 до 12 %. Испытания на усталость проводились в условиях повторного растяжения (коэффициент асимметрии цикла  $R = 0,1$ ) с частотой 20 Гц и знакопеременного изгиба с вращением ( $R = -1$ ) с частотой 50 Гц. Кривые усталости исследованных серий образцов представлены на рис. 21 и 22.

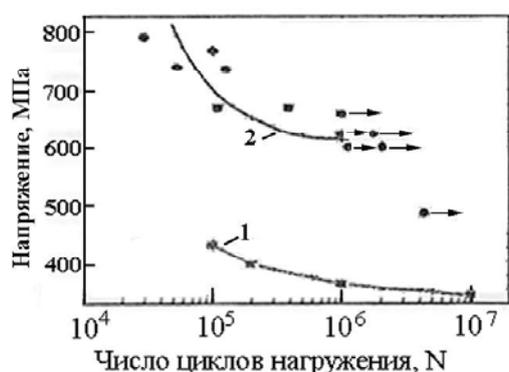


Рис. 21. Кривые усталости исходного титана Grade 4 (кривая 1) и после РКУП + ТМТ (кривая 2) [37]

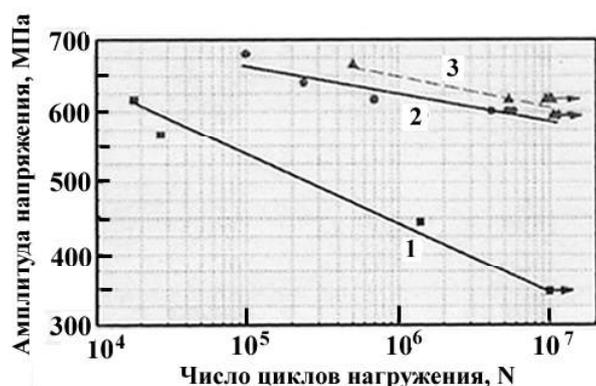


Рис. 22. Кривые усталости гладких образцов из Ti Grade: 1 – исходный материал; 2 – после РКУП + ТМТ; 3 – после РКУП + ТМТ и последующего отжига при 350 °С в течение 6 ч [38]

Из рис. 21 и 22 видно, что у образцов серии 2 и 3 предел выносливости титана после РКУП + ТМТ возрос на 80 % по сравнению с исходным состоянием. Однако получение примерно одинаковых значений предела выносливости после РКУП + ТМТ в условиях повторного растяжения и знакопеременного изгиба с вращением требует дальнейших исследований.

Краткое рассмотрение литературных данных по характеристикам циклической прочности титана и его сплавов после РКУП показывает, что эта технология позволяет существенно повысить не только статические механические прочностные свойства, но и характеристики многоциклового усталости (долговечность и предел усталости). Характеристики малоциклового усталости СКМ-титана из-за достаточного запаса циклической пластичности практически не ухудшаются по сравнению с его крупнозернистым аналогом. Это достигается в основном за счет уменьшения размера зерна и механизмов дислокационного упрочнения. Однако снижение пластичности после РКУП приводит к повышению чувствительности к концентраторам напряжений и снижению характеристик циклической трещиностойкости. Зависимость механических характеристик от размера зерна подчиняется уравнению Холла-Петча [23]. У СКМ титана наблюдается более интенсивное циклическое упрочнение по сравнению с крупнозернистым материалом. В СКМ-титане крупномасштабные полосы сдвига в процессе циклического деформирования не наблюдаются, а зарождение поверхностных усталостных микротрещин происходит по границам зерен.

### Магниево-алюминиевые сплавы

Магниево-алюминиевые сплавы находят все более широкое применение в промышленности для легковесных конструкций, например в автомобилестроении и авиации, из-за их сравнительно высокого отношения предела прочности к удельному весу, которое в некоторых случаях может превысить эти значения для алюминиевых сплавов и конструкционных сталей. Магниево-алюминиевые сплавы в зависимости от химического и фазового состава (например объемной доли выделений), исходного структурного состояния и режимов РКУП магниево-алюминиевые сплавы могут как повышать свои статические прочностные характеристики и усталостную прочность, так и не изменяя прочностных характеристик, повышать свою пластичность [40].

В литейном магниевом сплаве AS21X (Mg–2,13 %Al–0,17 %Zn–0,08 %Mn–0,87 %Si) перед РКУП образцы

Таблица 6 – Механические свойства Ti Grade 4 в различном структурном состоянии [37]

№	Режим обработки	Предел прочности, МПа	Условный предел текучести, МПа	Удлинение, %	Равномерное удлинение (%)
1	Состояние поставки	700	530	25	–
2	КУП + ТМТ	1240±10	1150±20	11±1	1,6
3	РКУП + ТМТ + отжиг 350 °С, 1 ч	1230±10	1170±30	12±1	4,5
4	РКУП + ТМТ + отжиг 350 °С, 6 ч	1250±10	1100±10	13±	5,1

подвергали экструзии при 300 °С, а затем проводили РКУП по маршруту  $B_c$  в 4 прохода при 200 °С. Такая обработка привела к значительному повышению долговечности и предела усталости по сравнению с состоянием материала после литья под давлением [41].

В работе [40] исследовали усталостную прочность ковкого магниевого сплава АМ60 (Mg – 6 %Al – 0,13 %Mn) после 10 проходов РКУП по маршруту  $B_c$  при температурах 150 °С, 210 °С и 350 °С. В исходном гомогенизированном состоянии средний размер зерен составлял ~ 1 мм. После РКУП при 350 °С была получена гетерогенная структура с набором равноосных зерен от 5–10 мкм до удлиненных зерен шириной размером 0,2–1,5 мкм, в которых также наблюдались двойники. Внутри зерен наблюдались дисперсные наночастицы диаметром ~ 30 нм. После РКУП при 210 °С средний размер зерен составлял 2 мкм, а при 150 °С – 1 мкм. После всех режимов РКУП в магневом сплаве наблюдается повышенная плотность дислокаций и выделения типа  $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> и Mn<sub>5</sub>Al<sub>8</sub>. Максимальный предел прочности, равный 310 МПа, наблюдался у материала, подвергнутого РКУП при 150 °С. При этом сохранялась достаточно высокая пластичность (15 %), характерная для недеформированного литого сплава (рис. 23, а). Предел усталости в условиях повторного растяжения (асимметрия цикла  $R = 0,1$ ) плоских образцов сечением 1,0×0,4 мм<sup>2</sup> у исходных образцов составлял 70 МПа, а после РКУП при 210 °С и 150 °С соответственно 110 МПа и 120 МПа (рис. 23, б). При этом для этих серий сплава АМ60 соблюдается соотношение Холла-Петча между размером зерна и пределом усталости. После циклического деформирования образцов, подвергнутых РКУП, наблюдается рост зерен и в области частиц  $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> возникают двойники, что, по мнению авторов [40], связано с уменьшением энергии дефектов упаковки в этой области.

В работе [42] исследовали влияние режимов РКУП по маршруту  $B_c$  (1–4 прохода) на статическую и усталостную прочность сплава AZ31. Прутки перед РКУП обрабатывали на твердый раствор и закаливали в воду. Первый и второй проходы при РКУП проводили при температуре 593К, а третий и четвертый – при 523 К и 473 К соответственно. Средний размер зерна в исходном состоянии и после РКУП за 1, 2, 3 и 4 прохода оставался 48,3; 8,1; 6,3; 4,3 и 2,5 соответственно. Было показано, что максимальный предел прочности наблюдается у материала в исходном состоянии (298,2 МПа) при минимальном относительном удлинении (4,3 %), а максимальная пластичность (13,8 %) – при пределе прочности 270,3МПа в случае РКУП при двух проходах. РКУП магниевого сплава AZ31 приводит к снижению характеристик мало- и многоциклового усталости. Так, на базе 10<sup>7</sup> циклов нагружения предел усталости после РКУП снизился на 13 %, а также уменьшилась долговечность до разрушения. В то же время у этого материала после РКУП наблюдается более высокая трещиностойкость и более низкая скорость роста трещины. Повышение пластичности после РКУП при некотором снижении прочностных свойств (предела прочности и предела текучести) в сплаве AZ31 авторы [42] связывают с текстурной анизотропией.

Влияние режимов РКУП (2 или 4 прохода; температура 1-го прохода – 250 °С с последующим снижением на 10 °С для каждого следующего прохода) с последующей термопластической обработкой на циклическую прочность в условиях изгиба с вращением магниевого сплава AZ80 (Mg – 8,6 %Al – 0,5 %Mn – 0,21 %Mn) исследовали в работе [43]. Часть образцов после РКУП обжималась по периметру при температуре 250 °С с диаметра прутка 9мм до диаметра 7мм. В таблице 7 представлены результаты механических

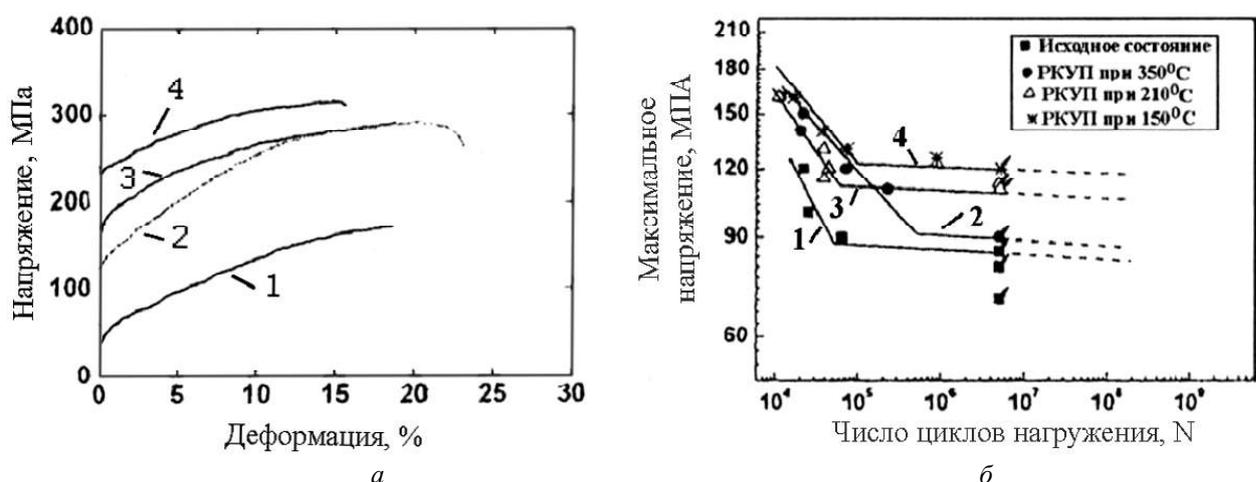


Рис. 23. Механические свойства магниевого сплава АМ60 [40]:

а – кривые статического растяжения: 1 – исходное состояние; 2 – РКУП при 350 °С; 3 – РКУП при 210 °С; 4 – РКУП при 150 °С;  
б – кривые усталости: 1 – исходное состояние; 2 – РКУП при 350 °С; 3 – РКУП при 210 °С; 4 – РКУП при 150 °С

свойств и полученные размеры зерен сплава AZ80 после различных режимов РКУП и РКУП + SW. Видно, что за счет текстурных изменений минимальные размеры равноугольных зерен и максимальные прочностные характеристики достигаются при РКУП с последующим обжимкой, однако при этом сильно снижалась пластичность.

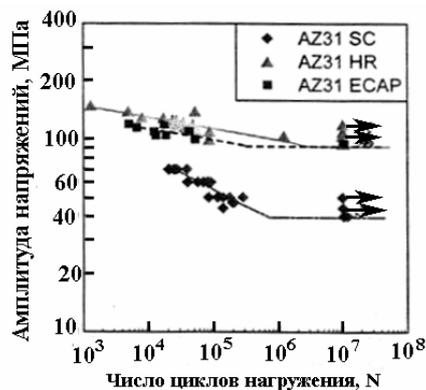
Результаты испытаний на усталость представлены на рис. 24. Видно, что максимальный предел усталости, равный 160 МПа, наблюдается у материала после 4хРКУП + SW (рис. 24, в), и в целом, за исключением режима 2хРКУП (рис. 3, а), циклическая прочность выше в материале, подвергнутом различным режимам РКУП без и с последующим термопластическим упрочнением [33].

В работе [44] исследовали влияние различного структурного состояния магниевого сплава AZ31 на усталостную прочность: 1 – состояние после литья под давлением – обозначение серии SC; 2 – горячая прокатка при 370 °С со степенью обжатия 75 % – обозначение HR; 3 – образцы серии 2 подвергали 4хРКУП по маршруту  $B_c$  при температуре 200 °С – обозначение ECAP. Размер зерна составлял 450 мкм, 20 мкм и 2,5 мкм соответственно для серий SC, HR и ECAP. Кривые усталости исследованных серий образцов представлены на рис. 25. Видно, что после горячей прокатки и после РКУП (серии 2 и 3) наблюдается наибольшее повышение характеристик усталостного нагружения (предел усталости составляет  $\approx 100$  МПа), что значительно выше предела усталости образцов в состоянии литья под давлением ( $\approx 40$  МПа).

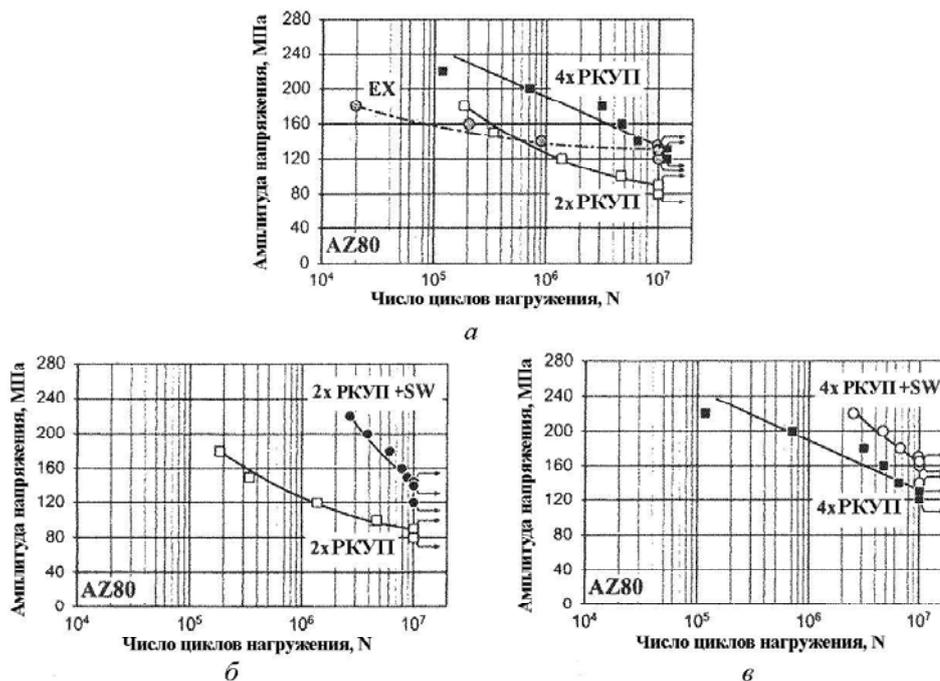
**Таблица 7** – Размер зерна и механические свойства сплава AZ80 [13]

AZ80	Размер зерна	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %
Исходное состояние	10	225	310	15
2х РКУП	3	220	305	9
4х РКУП	2	280	335	10
2х РКУП + SW	1,5	325	380	4
4х РКУП + SW	1	370	415	6

Примечание: SW – термомеханическая обработка всесторонним обжатием.



**Рис. 25.** Кривые усталости магниевого сплава AZ31 в различном структурном состоянии [18]



**Рис. 24.** Кривые усталости магниевого сплава AZ80 в исходном состоянии (кривая EX, рис. 3, а) и после различных режимов РКУП и после РКУП с последующей термомеханической обработкой [43]

В работе [45] заготовки из магниевого сплава МА 2-1 (3,0Al; 0,8Zn; 0,5Mn, ост. Mg; вес. %) отжигали (исходное состояние) и подвергали равноканальному угловому прессованию (РКУП) по маршруту близкому  $V_c$  с шестью проходами в интервале температур 260–200 °С. В исходном состоянии наблюдался разброс в размере зерен от 15 мкм до 4 мкм. После РКУП средний размер больших зерен составлял 1–3 мкм, а мелких – от 500 до 800 нм. Для определения механических свойств при статическом растяжении и циклическом деформировании использовались плоские образцы сечением  $7 \times 1$  мм<sup>2</sup> и длиной рабочей части 15 мм, вырезанные методом электроэрозионной резки. Предел прочности исследованного материала после РКУП составляет 270 МПа, что на 30 МПа ниже, чем у образцов в исходном состоянии, однако относительное удлинение увеличилось с 12 до 18 % (рис. 26). Некоторое снижение предела прочности после РКУП можно объяснить трансформацией субзеренной полигонизованной структуры, значительная часть которой сохранялась перед РКУП, в зеренную рекристаллизованную структуру в ходе деформации. Понижение прочности происходит за счет увеличения размера рекристаллизованных в ходе РКУП зерен по сравнению с размерами субзерен в полигонизованной структуре, а увеличение пластичности обусловлено значительным увеличением доли большеугловых границ.

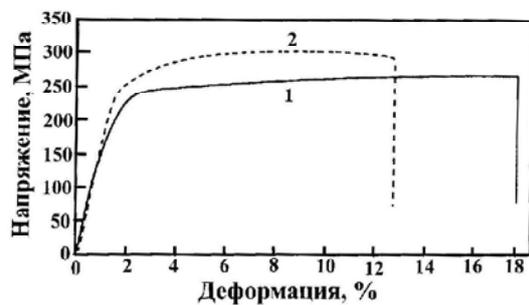


Рис. 26. Кривые статического растяжения сплава МА 2-1: 1 – после РКУП; 2 – исходное состояние [45]

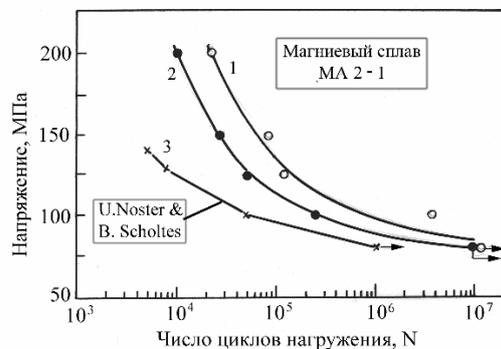


Рис. 27. Кривые усталости магневых сплавов: 1 – сплав МА 2-1, исходное состояние; 2 – сплав МА 2-1, после РКУП; 3 – сплав AZ31, материал в исходном состоянии (данные работы (Noster & Scholtes) [45])

Испытания на усталость в условиях повторного растяжения с  $\sigma_{\min} = 20$  МПа проводили на машине Инстрон 8801. На рис. 27 представлены кривые усталости исследованных серий образцов. Видно, что при всех исследованных уровнях циклических напряжений долговечность образцов после РКУП более чем в два раза меньше долговечности образцов в исходном состоянии, однако предел усталости у этих серий практически одинаков и составляет ~60 МПа. Для сравнения на рис. 27 приведена также кривая усталости прокатанного магниевого сплава AZ31, полученная в работе [48] в условиях симметричного растяжения – сжатия с частотой нагружения 5 Гц (рис. 27, кривая 3).

Фрактографические исследования показали, что в отличие от усталостного механизма разрушения исходных образцов, когда выявляется гребенчатый рельеф с наличием усталостных бороздок (рис. 28, а), в случае образцов после РКУП при большом циклическом напряжении разрушение в основном происходит по границам отдельных зерен или их скоплений (рис. 28, б).

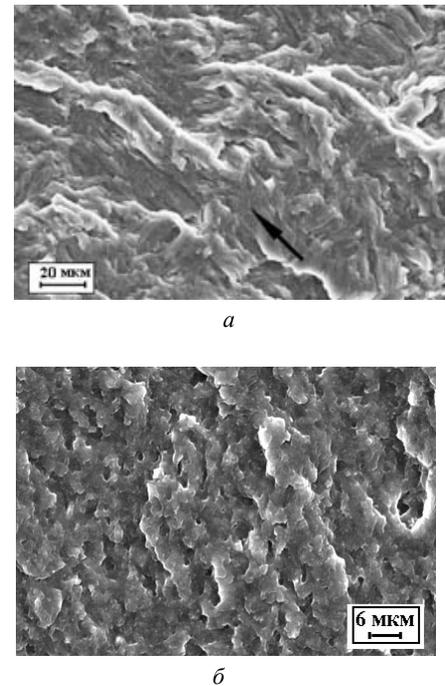


Рис. 28. Фрактография усталостного разрушения исходных образцов (а) и после РКУП (б) [45]

Основное различие в механизме статического разрушения исходных образцов и образцов с субмикрорекристаллической структурой после РКУП связано с размером ямок вязкого разрушения, которые во втором случае на порядок меньше (1–4 мкм).

Таким образом, после различных режимов РКУП в магневых сплавах в зависимости от химического состава, исходного структурного состояния перед РКУП, режимов РКУП и возможной механико-термической обработки после РКУП в сплавах системы

Mg-Al-Mn чаще всего происходит повышение предела усталости, однако есть случаи и снижения уровня предела усталости [43]. РКУП магниевого сплава МА 2-1 приводит к формированию достаточно однородной СМК структуры с размером зерна 1,5-3,5 мкм и некоторому снижению предела прочности при увеличении относительного удлинения с 12 до 18 %. Уменьшение прочностных характеристик после РКУП можно объяснить трансформацией в ходе деформации субзеренной структуры, значительная часть которой сохранялась перед РКУП, в рекристаллизованную с увеличением размера зерен, а увеличение пластичности обусловлено увеличением доли большеугловых границ. Предел усталости исходных прессованных и отожженных образцов и образцов после РКУП практически одинаков и составляет  $\approx 60$  МПа, однако ограниченная долговечность во всем интервале циклических напряжений от 200 МПа до 60 МПа у образцов после РКУП меньше. Таким образом, наблюдается такая же тенденция изменения характеристик усталостной прочности, как и в случае механических свойств при статическом деформировании. Фрактографические исследования механизмов распространения усталостной трещины показали, что если в исходном состоянии наблюдается бороздчатый рельеф поверхности разрушения, то в случае образцов после РКУП при большом циклическом напряжении разрушение происходит по границам отдельных зерен или их скоплений.

### Заключение

Рассмотренные выше литературные данные по закономерностям усталостного разрушения СМК и нанокристаллическим сплавам железа, титана и никеля показывают, что характеристики многоциклового усталости этих материалов могут быть существенно повышены после интенсивной пластической деформации (ИПД). Это повышение связано с увеличением плотности дислокаций и уменьшением размера зерна. Важными факторами являются локализация микропластической деформации, свойства границ этих материалов и связанные с ними внутренние напряжения. Характеристики малоциклового усталости у рассматриваемых металлов и сплавов в ультрамелкозернистом состоянии, как правило, не снижаются по сравнению с крупнозернистым материалом. Однако за счет снижения пластичности при ИПД у этих материалов наблюдаются высокая чувствительность к концентрации напряжений и пониженные характеристики циклической трещиностойкости. Связь между размером зерна и пределом усталости у СМК материалов не всегда подчиняется зависимости Холла-Петча.

Таким образом, в подавляющем числе случаев после интенсивной пластической деформации статические механические свойства значительно возрастают. Поведение металлических СМК и наноструктурных материалов в условиях циклического деформирования

вызывает большой интерес как в теоретическом, так и в практическом аспектах, поскольку часто нет однозначной зависимости между высокими механическими свойствами при статическом деформировании этих материалов и характеристиками усталости. Это связано с тем, что после интенсивной пластической деформации структурное состояние металлических материалов часто бывает в метастабильном состоянии. В результате длительного циклического деформирования в таких материалах могут проходить процессы возврата и фазовые превращения. Поэтому часто после интенсивной пластической деформации металлические материалы дополнительно подвергают различного рода термической или термомеханической обработке. Так как испытания на усталость очень чувствительны к структурному состоянию и стабильности состояния материала под нагрузкой, то их проведение позволяет более надежно выбрать оптимальные режимы ИПД и последующей термомеханической обработки для получения нужных эксплуатационных свойств СМК материалов. На механические свойства СМК металлических материалов и, в частности, на характеристики усталости влияет много факторов, сопутствующих ИПД: исходное структурное состояние материала, режимы (например для РКУП: маршруты, количество проходов, температура деформирования, последующая термомеханическая обработка) и способы проведения ИПД.

### Перечень ссылок

1. Валиев Р. З. Создание наноструктурных металлов и сплавов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации / Р. З. Валиев // Российские нанотехнологии. – 2006. – Т. 1. – № 1–2. – С. 208–216.
2. Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al / V. Patlan, A. Vinogradov, K. Higashi, K. Kitagawa. – Mg alloy processed by equal – channel angular pressing // Materials Science and Engineering A 300. – 2001. – P. 171–182.
3. Vinogradov A. Multiscale Phenomena in Fatigue of Ultra-Fine Grain Materials – an Overview / A. Vinogradov, S. Hashimoto // Materials Transactions. – 2001. – Vol. 42, N 1. – P. 74–84.
4. Tensile and fatigue properties of Al-Mg-Sc-Zr alloy fine – grained by equal – channel angular pressing / A. Washikita, K. Kitagawa, V I. Kopylov, A. Vinogradov // Proc. of a Symposium «Ultrafine Grained Materials II». – Warrendale, Pennsylvania: A Publication of The Minerals, Metals & Materials Society. – 2002. – P. 341–350.
5. Structure, properties and thermal stability of ultra – fine grained Cu-Cr-Zr alloy / [A. Vinogradov, Y. Suzuki, V. Patlan etc.] // Proc. of a Symposium «Ultrafine Grained Materials II». – Warrendale, Pennsylvania: A Publication of The Minerals, Metals & Materials Society. – 2002. – P. 351–360.
6. Corrosion fatigue of ultra – fine grain copper fabricated by severe plastic deformation / [T. Yamasaki, H. Miyamoto, T. Mimaki etc.] // Proc. of a Symposium «Ultrafine Grained Materials II». – Warrendale, Pennsylvania: A Publication

- of The Minerals, Metals & Materials Society. – 2002. – P. 361–370.
7. Fatigue properties of ultra-fine grained dual phase ferrite / martensite low carbon steel / [M. Okayasu, K. Sato, M. Mizuno etc.] // International Journal of Fatigue 2008. – Vol. 30. – P. 1358–1365.
  8. Acoustic emission during cyclic deformation of ultrafine – grain copper processed by severe plastic deformation / [A. Vinogradov, V. Patlan, S. Hashimoto etc.] // Philosophical Magazine A., 2002. – Vol. 82, N 2. – P. 317–335.
  9. K. S. Kumar Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys/ K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh // Acta materialia, 2003. – Vol. 51. – P. 5743–5774.
  10. Лякишев Н. П. Наноматериалы конструкционного назначения / Н. П. Лякишев, М. И. Алымов // Российские нанотехнологии. – 2006. – Т. 1, № 1–2. – С. 71–81.
  11. An approach to cyclic plasticity and deformation – induced structure changes of electrodeposited nickel / [E. Thiele, R. Klemm, L. Hollang, etc.] // Materials Science and Engineering A 390. – 2005. – P. 42–51.
  12. Алехин В. П. Новая технология получение нанокристаллических материалов / В. П. Алехин // Деформация и разрушение материалов. – 2005. – № 6. – С. 35–38.
  13. Панин В. Е. Масштабные уровни пластической деформации разрушения наноструктурированных материалов / В. Е. Панин, А. В. Панин // Нанотехника. – 2005. – № 3. – С. 28–42.
  14. Formation of Nanocrystalline Structure by Shot Peening / [Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe etc.] // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD3). Proc. of the 3<sup>rd</sup> Inter. Conf. On Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Japan, 2005. Trans. tech. Publications, Switzerland, 2006, P. 669–674.
  15. Mughrabi H. On the grain-size dependence of metal fatigue: outlook on the fatigue of ultrafine-grained metals / H. Mughrabi // Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation (NATO Science Series). – Dordrecht-Boston-London: Kluwer Academic Publishers. – 2000. – С. 241–253.
  16. Hanlon T. Fatigue behavior of nanocrystalline metals and alloys / T. Hanlon, E. D. Tabachnikova, S. Surech // International Journal of Fatigue, vol. 27, Issues 10–12, October-December 2005, P. 1147–1158.
  17. Виноградов А. Ю. Усталость ультрамелкозернистых материалов, полученных равноканальным угловым прессованием / А. Ю. Виноградов, С. Хасимото. – М. : Металлы, 2004. – № 1. – С. 51–62.
  18. Mughrabi H. Cyclic Deformation and Fatigue Properties of Ultrafine Grain Size Materials: Current Status and Some Criteria for Improvement of the Fatigue Resistance / H. Mughrabi, H. W. Hoppel // Structure and Mechanical Properties of Nanophase Materials – Theory and Computer Simulation vs. Experiment. Materials Research Society Symposium Proceedings Volume 634. Materials Research Society, 2000. – P. B2.1.1–B2.1.12.
  19. Vinogradov A. Yu. Nanocrystalline Materials : Fatigue / A. Yu. Vinogradov, S. R. Agnew // Encyclopedia of nanoscience and nantechology, New York : Marcel Dekker, 2004. – P. 2269–2288.
  20. Терентьев В. Ф. Усталость металлических материалов / В. Ф. Терентьев. – М. : Наука, 2003. – 254 с.
  21. Fatigue strength of ultra-fine grained steels / [M. G. Chapetti, H. Miyata, T. Tagawa etc.] // Materials Science and Engineering A, Issues 1–2, 15 September 2004. – Vol. 381. – P. 331–336.
  22. Vinogradov A. Enhanced strength and fatigue life of ultrafine grain Fe-36Ni Invar alloy / A. Vinogradov, S. Hashimoto, V. I. Kopylov // Materials Science and Engineering A, Issues – 2, 25 August 2003. – Vol. 355. – P. 277–285.
  23. Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing / [H. K. Kim, M. H. Choi, C. S. Chung, etc.] // Materials Science and Engineering A, Issues 1–2, 15 January 2003. – Vol. 340. – P. 243–250.
  24. Masuda C. Effect of Grain size and Nano – Particle on Fatigue Properties for  $\alpha$ -Iron / C. Masuda // Zaiken = Annu. Rept Kagami Mem. Lab. Mater. Sci. Waseda Univ. – 2005. – № 13. – 44 p.
  25. Sawai T. Low-and High-cycle Fatigue Properties of Ultrafine – grained Low Carbon Steels / T. Sawai, S. Matsuoka, K. Tsuzaki // Tetsu to hagane = J. Iron and Steel Inst. Jap. – 2003. – Vol. 89. – № 6. – P. 726–733.
  26. Усталостная прочность аустенитной стали X18H10T после равноканального углового прессования / В. Ф. Терентьев, С. В. Добаткин, Д. В. Просвирнин и др. // Деформация и разрушение материалов. – 2008. – № 10. – С. 30–38.
  27. Fatigue Crack Initiation Behavior in Ultrafine – Grained Steel Observed by AFM and EBSP / [H. Kimura, Y. Akiniwa, K. Tanaka etc.] // JSME International Journal – Series A. – 2004. – Vol. 47, N 3. – P. 331–340.
  28. Влияние интенсивной пластической деформации на свойства инварного сплава Fe – 36 % Ni / [И. Х. Биткулов, А. М. Бурханов, В. А. Казанцев и др.] // Физика металлов и металловедение. – 2006. – Т. 102, № 1. – С. 99–104.
  29. Валиев Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М. : Логос, 2000. – 272 с.
  30. Деформационное поведение и разрушение при циклическом нагружении титановых сплавов, подвергнутых равноканальному угловому прессованию / [О. А. Кашин, Е. Ф. Дударев, Ю. Р. Колобов и др.] // Физическая мезомеханика. – 2004. – Ч. 2. – С. 111–114.
  31. Кашин О.А. Эволюция структуры и механических свойств наноструктурного титана при термомеханических обработках / О. А. Кашин, Е. Ф. Дударев, Ю. Р. Колобов и др. // М. : Материаловедение. – 2003. – № 8. – С. 25–30.
  32. Kim W.-J. Fatigue strength of ultrafine-grained pure Ti after severe plastic deformation / W.-J. Kim, C.-Y. Hyun, H.-K. Kim // Scr. Mater. – 2006. – Vol. 54, N 10. – P. 1745–1750.
  33. Cyclic behavior of ultrafine – grain titanium produced by severe plastic deformation / [A. Vinogradov, V. V. Stolyarov, S. Hashimoto etc.] // Materials Science and Engineering A318. – 2001. – P. 163–173.
  34. Turner N.G. Fatigue behaviour of titanium / N. G. Turner, W. T. Roberts // Trans. AIME 242. – 1968. – 1223 p.
  35. Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Titanium Alloy with Submicrocrystalline Structure Produced by Severe Plastic Deformation / [S. Zherebtsov, G. Salishchev, R. Galeev etc.] // Materials Transactions. 2005. – Vol. 46, N 9. – P. 2020–2025.
  36. Жеребцов С. В. Механические свойства субмикроструктурного титанового сплава ВТ6 / С. В. Жереб-

- цов, Г. А. Салищев, Р. М. Галлеев // Структура и свойства нанокристаллических материалов : сб. науч. тр. – Екатеринбург : УрО РАН, 1999. – С. 195–203.
37. Cycling of ultrafine – grained Ti-6Al-4V alloy : microstructural changes and enhanced fatigue limit / [L. R. Saitova, H.W. Höppel, M.Göken etc.] // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation IV. Part 2 (Selected, peer reviewed papers from the 4<sup>th</sup> International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Goslar, Germany, August 18–22, 2008. Edited Yuri Estrin and Hans Jurgen Maier). TRANS TECH PUBLICATIONS LTD, Switzerland-UK-USA, 2008. – P. 827–832.
  38. Nanostructured SPD Processed Titanium for Medical Implants / R. Z. Valiev, I. P. Semenova, E. Jakushina etc.] // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation IV. Part 1 (Selected, peer reviewed papers from the 4<sup>th</sup> International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Goslar, Germany, August 18–22, 2008. Edited Yuri Estrin and Hans Jurgen Maier). TRANS TECH PUBLICATIONS LTD, Switzerland-UK-USA, 2008. – P. 49–54.
  39. Якушина Е. Б. Влияние интенсивной пластической деформации на усталостные свойства длинномерных Ti прутков с ультрамелкозернистой структурой / Е. Б. Якушина, И. П. Семенова, Р. З. Валиев // Кузнечно-штамповое производство. – 2008. – № 12. – С. 17–21.
  40. Structure and Fatigue Properties of the Mg Alloy AM60 Processed By ECAP / [R. K. Islamgaliev, O. B. Kulyasova, B. Mingler etc.] // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation IV. Part 2 (Selected, peer reviewed papers from the 4<sup>th</sup> International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Goslar, Germany, August 18–22, 2008. Edited Yuri Estrin and Hans Jurgen Maier). TRANS TECH PUBLICATIONS LTD, Switzerland – UK – USA, 2008. – P. 803–808.
  41. Estrin Y. Effect of ECAP on the Mechanical Properties of Magnesium Alloys / Y. Estrin, R. J. Hellmig, M. Janecsek etc.] // Ultrafine Grained Materials IV. Edited by Y. T. Zhu etc. TMS (Minerals, Metals & Materials Society), 2006. – P. 381–388.
  42. Kim H. K. Fatigue properties of a fine – grained magnesium alloy produced by equal channel angular pressing / H. K. Kim, Y. I. Lee, C. S. Chung // Scripta Materialia, 2005. – P. 473–477.
  43. Müller J. Influence of Post – ECAP TMT on Mechanical Properties of the Wrought Magnesium Alloy AZ80 / J.Müller, M.Janček, L.Wagner // Nanomaterials by Severe Plastic Deformation IV. Part 2 (Selected, peer reviewed papers from the 4<sup>th</sup> International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Goslar, Germany, August 18–22, 2008. Edited Yuri Estrin and Hans Jurgen Maier). TRANS TECH PUBLICATIONS LTD, Switzerland – UK – USA, 2008. – P. 858–863.
  44. Estrin Y. Niche Applications of Bulk Nanostructured Materials Processed by Severe Plastic Deformation / Y. Estrin, M. J. Zehetbauer // Bulk Nanostructured Materials. Edited. By M.J. Zehetbauer and Y.T. Zhu. Copyright © 2009 WILEY – VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2009. – P. 635–647.
  45. Статическая и циклическая прочность магниевых сплавов МА – 2 1 после равноканального углового прессования / [В. Ф. Терентьев, С. В. Добаткин, Д. В. Просвирнин и др.] // Deformation and Fracture of Materials – DFM2009. – Moscow : Interkontakt Nauka, 2009. – P. 436–438.
  46. Механизмы упрочнения и особенности стадийности деформации поликристаллов с нанозерном / [Н. А. Конева, Э. В. Козлов, Л. И. Тришкина и др.] // Деформация и разрушение материалов. – 2009. – № 1. – С. 12–15.
  47. Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной деформации трением. I. Особенности формирования структуры / А. И. Юркова, Ю. В. Мильман, А. В. Бякова // Деформация и разрушение материалов. – 2009. – № 1. – С. 2–11.
  48. Noster U. Stress-Controlled Fatigue of Magnesium Wrought Alloy AZ31 in the Temperature Range 20–300 °C / U. Noster, Scholtes // Z. Metallkd. – 2001. Vol. 92, N 3. – P. 260–264.

Одержано 29.10.2009

V. F. Terentyev

## CYCLIC STRENGTH OF THE SUBMICRO- AND NANOCRYSTALLINE METALS AND ALLOYS

*Розглянуто закономірності циклічного зміцнення / знеміцнення і втомного руйнування субмікро-і нанокристалічних металів і сплавів. Втомна міцність може бути істотно підвищена після інтенсивної пластичної деформації за рахунок зменшення розміру зерна і підвищення щільності дислокацій, однак циклічна тріщиностійкість часто знижується при ультрадрібнозерній структурі.*

**Ключові слова:** нанокристалічні матеріали, щільність дислокацій, циклічне деформаційне зміцнення, тріщиностійкість, втомне руйнування.

*A mechanism of cyclic hardening / softening, and fatigue failure of submicro-and nanocrystalline metal was considered. Fatigue strength can be significantly enhanced after intensive plastic deformation due to reducing the grain size and increasing density of dislocations, but the cyclic crack resistance often reduces on ultra fine-grain structure.*

**Key words:** nanocrystalline materials, dislocation density, cyclic strain-hardening, crack resistance, fatigue fracture.