

## Микроструктура и низкотемпературная пластическая деформация сплава Al–Li

Н.В. Исаев<sup>1</sup>, П.А. Забродин<sup>1</sup>, В.З. Спусканюк<sup>2</sup>, А.А. Давиденко<sup>2</sup>,  
В.В. Пустовалов<sup>1</sup>, В.С. Фоменко<sup>1</sup>, И.С. Брауде<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина  
E-mail: isaev@ilt.kharkov.ua

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 24 июня 2011 г.

Особенности пластической деформации твердого раствора Al–Li с микроструктурой, сформированной путем прямой и угловой гидроэкструзии, изучены в режиме растяжения при температурах 4,2–350 К. Показано, что измельчение зерна, увеличение средней плотности дефектов и изменение ориентационной текстуры в процессе комбинированной гидроэкструзии приводит к увеличению прочности и уменьшению пластичности микрокристаллического сплава по сравнению с исходным крупнозернистым образцом. Высокий предел текучести микрокристаллического сплава объясняется увеличением плотности границ зерен и эволюцией ориентационной текстуры. Сильная зависимость предела текучести от температуры характерна для термически активированного взаимодействия дислокаций с локальными препятствиями, которыми служат деформационные дефекты, образовавшиеся на этапе гидроэкструзии. Низкая пластичность микрокристаллического сплава, которая выражается в локализации пластической деформации уже при малых деформациях, обусловлена низкой скоростью деформационного упрочнения вследствие усиления динамического возврата в микрочастицах даже при низких температурах. Скорость динамического возврата уменьшается, а однородная пластическая деформация увеличивается при температурах 77 К и ниже. На основании данных о высокой скоростной чувствительности напряжения течения в интервале температур выше 77 К и малом активационном объеме пластической деформации микрокристаллического Al–Li сделано предположение о высокой эффективности большеугловых границ как источников подвижных дислокаций и их стоков.

Особливості пластичної деформації твердого розчину Al–Li з микроструктурою, яка сформована шляхом прямої та кутової гідроекструзії, вивчено в режимі розтягання при температурах 4,2–350 К. Показано, що подрібнення зерна, збільшення середньої щільності дефектів і зміна орієнтаційної текстури в процесі комбінованої гідроекструзії призводить до збільшення міцності і зменшення пластичності мікрокристалічного сплаву в порівнянні з вихідним грубозернистим зразком. Висока границя текучості мікрокристалічного сплаву пояснюється збільшенням щільності границь зерен і еволюцією орієнтаційної текстури. Сильна залежність границі текучості від температури характерна для термічно активованої взаємодії дислокацій з локальними перешкодами, якими служать деформаційні дефекти, що утворилися на етапі гідроекструзії. Низька пластичність мікрокристалічного сплаву, що виражається в локалізації пластичної деформації вже при малих деформаціях, обумовлена низькою швидкістю деформаційного зміцнення внаслідок посилення динамічного повернення в микрочастицях навіть при низьких температурах. Швидкість динамічного повернення зменшується, а однорідна пластична деформація збільшується при температурах 77 К і нижче. На підставі даних про високу швидкісну чутливість напруги плину при температурах вище 77 К і малому активацийному об'ємі пластичної деформації мікрокристалічного Al–Li зроблено припущення про високу ефективність великокутових границь як джерел рухливих дислокацій і їхніх стоків.

PACS: 62.20.F– Деформация и пластичность;

62.20.–x Механические свойства твердых тел.

Ключевые слова: алюминий–литий; прямая и угловая гидроэкструзия; пластическая деформация; низкие температуры.

## 1. Введение

Дислокационная природа пластической деформации предполагает изменение механических свойств металлов и сплавов за счет заданного изменения их микроструктуры. Эффективными препятствиями для подвижных дислокаций служат дислокации леса и границы зерен, поэтому средняя плотность дислокаций и средний размер зерна рассматриваются как основные параметры микроструктуры, определяющие механические свойства материала. Распространенным способом изменения этих параметров является интенсивная пластическая деформация (ИПД) [1]. В результате ИПД за счет увеличения плотности дислокаций и измельчения зерна до микро- и наноразмеров прочность металлов и сплавов существенно увеличивается, хотя их пластичность уменьшается по сравнению с крупнозернистыми поликристаллами. Металлы и сплавы с микро- и наноструктурой, помимо технологического, представляют большой интерес в качестве объектов изучения механизмов движения дислокаций в условиях высокой плотности эффективных препятствий. В последнее время удалось установить, что в области комнатной температуры пластическая деформация объемных ИПД материалов в значительной степени сохраняет дислокационный характер, присущий обычным крупнозернистым материалам, однако механизмы зарождения, скольжения и аннигиляции дислокаций приобретают ряд особенностей, обусловленных ролью большеугловых границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций [2–5]. Для изучения кинетики дислокационных процессов большое значение приобретают исследования в широком интервале температур, включая область низких температур [6–11], в которой диффузионные процессы могут быть подавлены, однако в настоящее время доля таких исследований невелика. Данная работа посвящена изучению низкотемпературной пластической деформации микроструктурного сплава Al–Li, полученного в результате ИПД путем комбинации прямой и угловой гидроэкструзии. Интерес к сплаву Al–Li обусловлен тем, что он составляет основу целого класса материалов для авиационной, космической и криогенной техники, которые отличаются сочетанием низкой плотности и высокой прочности. Низкотемпературные механические свойства микроструктурного Al–Li сравниваются с изученными ранее [12,13] свойствами обычного крупнозернистого сплава.

## 2. Методика

Объект исследования — бинарный сплав Al–3,8 ат.% Li с равновесным содержанием лития. Литые цилиндрические заготовки диаметром 59 мм отжигали при 350 °С и закаливали в воду. Для изменения микроструктуры использовали комбинацию прямой гидроэкструзии (ГЭ) и равноканальной угловой гидроэкструзии (УГЭ). При ГЭ и УГЭ выдавливание заготовок из контейнера осуществлялось через деформирующую матрицу жидкостью, сжатой до высокого давления. В случае УГЭ заготовки от двух до четырех раз проходили по маршрутам Вс и С через каналы деформирующей матрицы, пересекавшиеся под углом 90°. Теоретические основы и технологические характеристики комбинированной гидроэкструзии изложены в [14–16]. В данной работе на первом этапе исходный диаметр заготовки уменьшали до 19 мм путем прямой ГЭ. Далее полученные заготовки деформировали по четырем схемам, включавшим различные комбинации прямой ГЭ и УГЭ. Конечный диаметр заготовок составлял 13 мм. Условные обозначения заготовок, схемы ИПД и суммарная накопленная эквивалентная пластическая деформация  $\epsilon_{\Sigma}$  приведены в табл.1. С помощью электроискровой резки и штамповки из заготовок получали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца после травления и механической полировки составляли 10×3×0,9 мм. До испытаний на растяжение образцы хранились при комнатной температуре в течение нескольких недель. Обозначения образцов далее соответствуют обозначениям заготовок.

Микроструктуру плоских образцов С1–С4 изучали методами оптической, трансмиссионной и растровой микроскопии, а также дифракции рентгеновских лучей. Поверхность для оптических исследований, параллельную оси образца и направлению экструзии, приготавливали путем механической полировки, последовательного химического травления в растворах HNO<sub>3</sub> (1) + HCl (3) и NaOH (15%) и электрохимической полировки в реактиве на основе фосфорной кислоты (240 мл H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 15 г CrO<sub>3</sub>, 60 мл H<sub>2</sub>O) при 72 °С и плотности тока 10 А/дм<sup>2</sup>. Исследования поверхности проводили в оптическом микроскопе МИМ-7 в косом поляризованном свете с разрешением до 1 мкм. Размеры зерен оценивали методом секущих по данным для 150–250 зерен.

Для трансмиссионной микроскопии (микроскоп ЭМ-125 при напряжении 125 кВ) образцы утоняли пу-

Таблица 1. Характеристики заготовок

Заготовка	Схема ИПД	$\epsilon_{\Sigma}$
С1	Прямая гидроэкструзия (ГЭ) 19мм – 13мм	2,68
С2	С1 + угловая гидроэкструзия (УГЭ, 4 прохода, 90°)	7,28
С3	Угловая гидроэкструзия (2 прохода, 180°) + С2	9,58
С4	Угловая гидроэкструзия (4 прохода, 90°) + С2	11,88

тем травления в растворе NaOH (15%) и электролитической полировки в реактиве (240 мл  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 15 г  $\text{CrO}_3$ , 120 мл  $\text{H}_2\text{O}$ ) при температурах 35–55 °С. Поверхность образцов после химического травления в растворах  $\text{HNO}_3$  (1) +  $\text{HCl}$  (3) и NaOH (15%) исследовали с помощью растрового микроскопа JSM-6390 LV.

Рентгеновскую дифракцию изучали на плоских образцах для растяжения. Съемку на отражение проводили в плоскости, параллельной оси растяжения (методом  $\theta$ – $2\theta$ ), в фильтрованном  $\text{Cu-K}\alpha$  излучении с компьютерной обработкой данных. Анализировали интенсивность, форму и ширину дифракционных отражений [17], определяли размеры областей когерентного рассеяния  $L$  (по графикам Холла), уровень средних микродеформаций  $\epsilon$ , параметр решетки  $a$  (методом наименьших квадратов по шести отражениям), а также соотношение интегральных интенсивностей основных дифракционных отражений.

Образцы деформировали путем квазистатического растяжения в деформационной машине с криостатом для жидкого гелия при температурах 4,2, 77, 155, 295 и 350 К и постоянной скорости штока, которая соответствовала начальной скорости деформации  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Зависимости напряжения течения  $\sigma$  от деформации  $\epsilon$  рассчитывали с учетом изменения поперечного сечения образцов. Определяли основные параметры кривой растяжения:  $\sigma_{0,2}$  — условный предел текучести,  $\sigma_m$  — максимальное напряжение,  $\epsilon_u$  — максимальная однородная деформация,  $\theta \equiv d\sigma/d\epsilon$  — коэффициент деформационного упрочнения. В ходе растяжения скорость деформации  $\dot{\epsilon}$  изменяли в десять раз от  $10^{-5}$  до  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , регистрировали скачки нагрузки и рассчитывали скачки деформирующего напряжения  $\Delta\sigma$ . Полученные данные использовали при термоактивационном анализе пластической деформации.

### 3. Микроструктура

#### 3.1. Микроскопия

На рис. 1. представлены микрофотографии плоской поверхности сплава Al–Li, параллельной направлению гидроэкструзии, по схемам C1 и C3. Микроструктура C1 (рис. 1,а) неоднородна, состоит из полос мелких зерен размером  $d \sim 1$ –8 мкм, вытянутых вдоль направления экструзии, и полос крупных зерен  $d \sim 10$ –20 мкм. Микроструктура C3 более однородна (рис. 1,б), на поверхности наблюдаются в основном зерна  $d \sim 1$ –4 мкм почти равноосной формы, а также отдельные зерна размером не более 8 мкм.

Как показал анализ микрофотографий, микроструктура C2 подобна C1 и отличается тем, что на большей части поверхности наблюдаются зерна  $d \sim 1$ –6 мкм, а также крупные зерна размером не более 12 мкм.

Микроструктура C4 подобна C3 и отличается тем, что на большей части поверхности наблюдаются зерна  $d \sim 1$ –4 мкм, а также малое количество зерен раз-

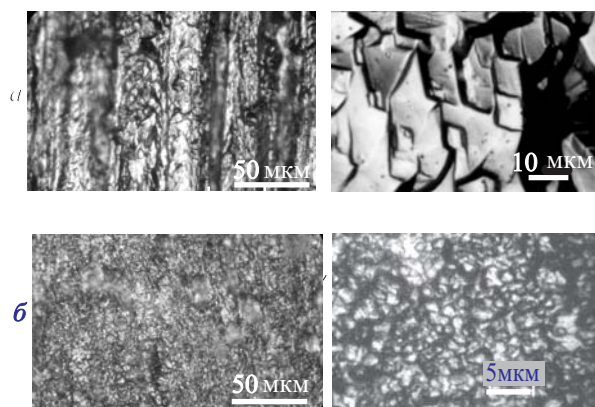


Рис. 1. Микрофотографии поверхности сплава Al–3,8 ат.% Li после ИПД путем гидроэкструзии по схемам C1 (а) и C3 (б) (направление экструзии показано стрелкой).

мером не более 6 мкм. Кроме того, значительная часть поверхности C4 в отличие от C3 занята зернами размером  $d \sim 1$  мкм и менее, которые плохо разрешаются в оптическом микроскопе. Наличие субмикронных зерен в микроструктуре C4 иллюстрируют микрофотографии на рис. 2, полученные с помощью трансмиссионной и растровой микроскопии.

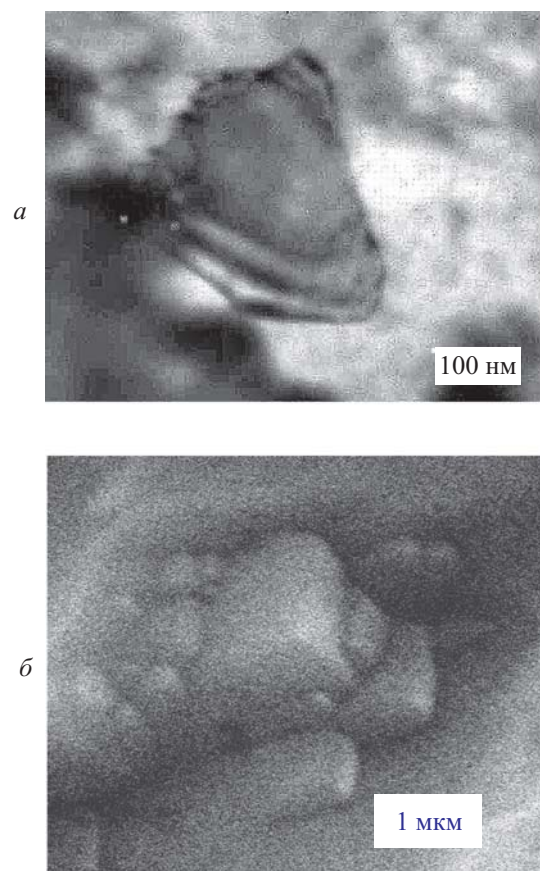


Рис. 2. Микрофотографии зерен в сплаве Al–3,8 ат.% Li после комбинированной гидроэкструзии по схеме C4: трансмиссионная микроскопия (а), растровая микроскопия (б).

Согласно полученным данным о микроструктуре сплава Al–Li, по мере увеличения эквивалентной деформации  $\varepsilon_{\Sigma}$  при гидроэкструзии по схемам C1–C4 (см. табл.1) средний размер зерна поликристаллов уменьшается. Применение схем C3, C4 приводит к более однородному распределению зерен по размерам, чем применение схем C1, C2.

### 3.2. Рентгеновская дифракция

Характеристики микроструктуры Al–Li, полученные в результате анализа интенсивности и уширения дифракционных отражений, приведены в табл. 2. Период кристаллической решетки  $a$  образца C1 (после прямой ГЭ) существенно увеличивается по сравнению с исходным отожженным образцом C0 [18]. По мере увеличения накопленной эквивалентной деформации  $\varepsilon_{\Sigma}$  (образцы C2–C4) параметр  $a$  вновь уменьшается до исходного значения. Аналогичную зависимость параметра решетки от эквивалентной деформации ранее наблюдали при равноканальном угловом прессовании чистого алюминия [10]. Согласно [19,20], одна из причин сжатия решетки при деформации, в частности при ИПД, — накопление в структуре вакансий и их комплексов.

Таблица 2. Рентгеновские характеристики структуры

Образец	$a$ , нм	$L$ , нм	$\varepsilon$ , $10^{-5}$	$I_{(111)}/\Sigma I$
C0	0,40499	80	160	0,50
C1	0,40540	50	3,0	0,102
C2	0,40533	25	4,0	0,361
C3	0,40506	50	–	–
C4	0,40499	50	–	0,58

Для образцов C1–C4 область когерентного рассеяния  $L = 25–50$  нм заметно меньше, чем для крупнозернистого поликристалла C0 [18], что согласуется с измельчением зерна при гидроэкструзии. Полученные оценки  $L$  соответствуют высокой плотности дислокаций в границах зерен  $\rho_L \approx (1–2) \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$  [21], при этом величина  $L$  более чем на порядок меньше размера зерна по данным микроскопии, что типично для микрокристаллической структуры алюминия и его сплавов [1,3].

Величина микродеформации  $\varepsilon$  для образцов C1, C2 значительно меньше, чем для исходного недеформированного образца C0 [18]. Для образцов C3, C4 этот параметр минимум на порядок меньше, чем для C1, C2, поэтому надежность его оценки ограничена погрешностью расчетов. Приведенные оценки  $\varepsilon$  для образцов C1, C2 соответствуют рентгеновской плотности хаотичных дислокаций внутри зерна  $\rho_{\varepsilon} \approx 10^{12} \text{ м}^{-2}$  [21]. Уменьшение параметров  $L$  и  $\varepsilon$  для микрозернистых образцов по сравнению с крупнозернистым указывает на увеличение в результате гидроэкструзии общей

плотности дефектов и их перераспределение в пользу границ зерен.

Из табл. 2 видно, что отношение  $I_{(111)}/\Sigma I$ , где  $I_{(111)}$  — интегральная интенсивность отражений (111),  $\Sigma I$  — суммарная интенсивность четырех максимальных отражений, зависит от схемы ИПД. Для плоскости плотной упаковки в алюминии характерная величина  $I_{(111)}/\Sigma I$  составляет  $\sim 0,5$  [21]. Для образцов C1 (после прямой ГЭ) это отношение уменьшается и составляет  $\sim 0,1$ . Для образцов C2–C4 (комбинированная гидроэкструзия) отношение  $I_{(111)}/\Sigma I$  постепенно увеличивается до исходного значения в недеформированном образце C0. Наблюдаемое изменение соотношения интенсивностей можно рассматривать как признак ориентационной текстуры, когда в результате прямой ГЭ значительная часть зерен с направлением [111] ориентируется вдоль направления ГЭ (параллельно плоскости съемки). Комбинированная гидроэкструзия по схемам C2–C4 способствует ослаблению ориентационной текстуры. Качественно эти результаты согласуются с результатами анализа полюсных фигур в плоскости, перпендикулярной направлению экструзии Al–Li, полученными ранее в [22], где показано, что объемная доля текстуры с компонентой  $\langle 111 \rangle$  после прямой ГЭ составляет более 50%, а в результате УГЭ уменьшается до 10%.

### 4. Деформационные кривые

Кривые растяжения сплава Al–Li, подвергнутого ИПД путем гидроэкструзии по схемам C1–C4, представлены на рис. 3 в координатах «истинное напряжение  $\sigma$ –истинная деформация  $\varepsilon$ ». Видно, что форма кривых сильно зависит от температуры  $T$ : чем выше  $T$ , тем ниже напряжение течения и меньше пластическая деформация до разрушения образца. При фиксированной температуре напряжение течения образцов C1–C4 значительно выше, а пластичность значительно ниже, чем у исходного крупнозернистого образца C0 (см. рис. 3,а) [12]. При температуре 4,2 К деформация образцов C1–C4 становится скачкообразной, в отличие от крупнозернистого образца C0, деформированного при той же скорости. Плотность скачков напряжения уменьшается с увеличением эквивалентной деформации от образца C1 (рис. 3,а) до образца C4 (рис. 3,б). При температурах 155 и 77 К на кривых растяжения образцов C3, C4 наблюдается слабая неустойчивость в виде зуба текучести, которая не регистрируется на кривых образцов C1, C2.

Температурные зависимости параметров кривых растяжения иллюстрирует рис. 4. Видно, что при уменьшении температуры условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  изученных образцов монотонно увеличивается от 135–180 МПа при 350 К до 292–304 МПа при 4,2 К (рис. 4,а). Наклон  $d\sigma_{0,2}/dT$  для микрокристаллических

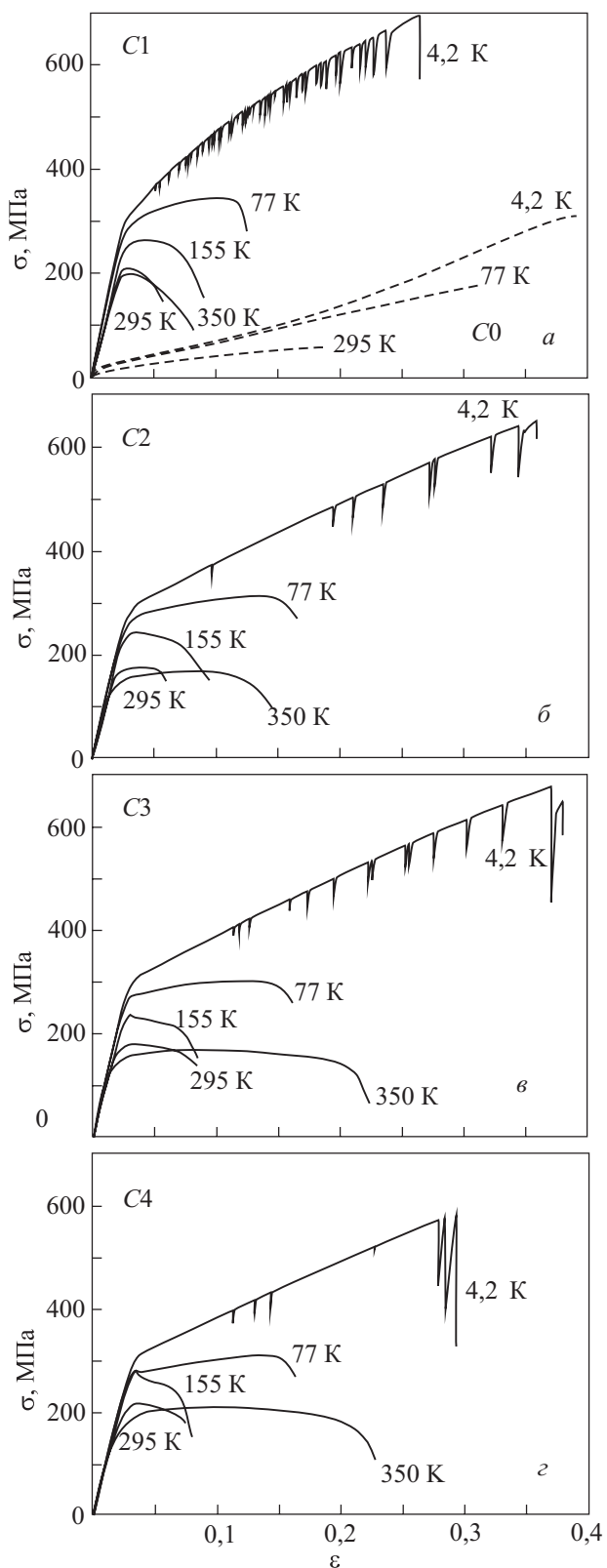


Рис. 3. Кривые растяжения «истинное напряжение  $\sigma$ –истинная деформация  $\varepsilon$ » ИПД–Al–Li: образцов C1 (а), C2 (б), C3 (в), C4 (г). Пунктирные кривые соответствуют исходному отожженному сплаву C0 [12].

образцов C1–C4 слабо зависит от температуры и схемы ИПД, но он значительно больше, чем для крупнозернистого образца C0.

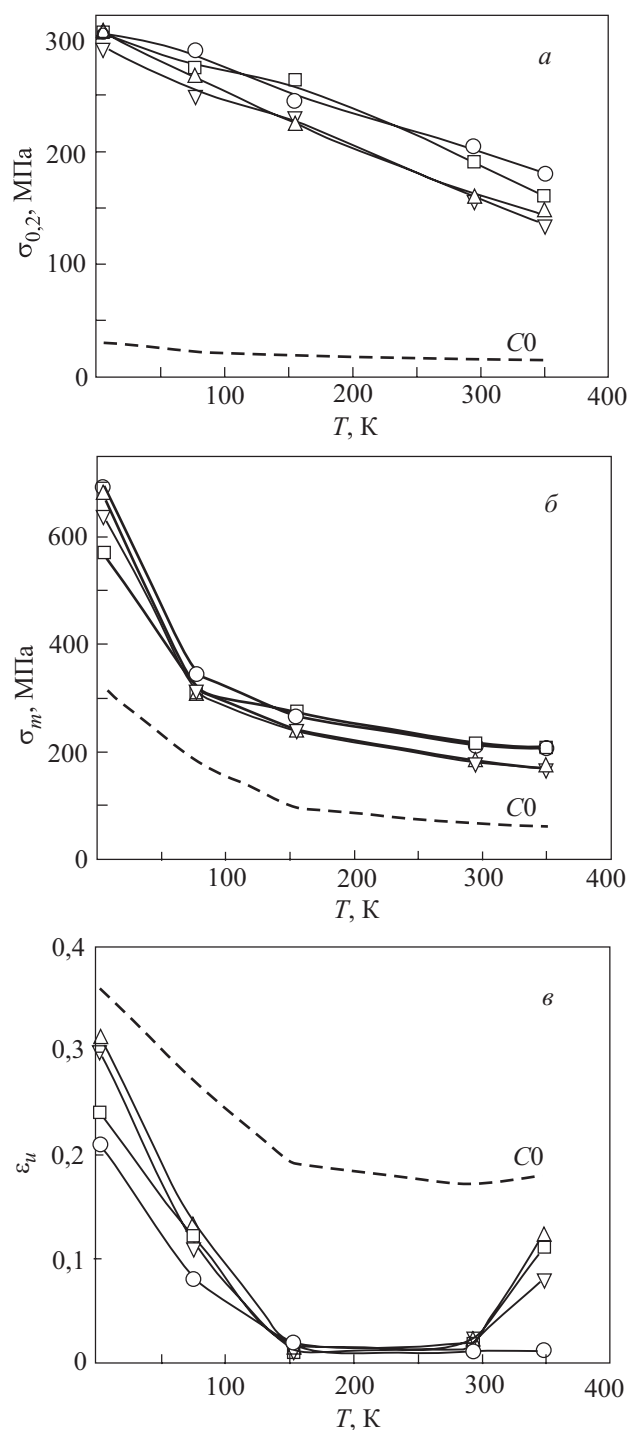


Рис. 4. Условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  (а), максимальное напряжение  $\sigma_m$  (б), однородная пластическая деформация  $\varepsilon_u$  (в) микрокристаллического Al–Li после гидроэкструзии: C1 (○), C2 (▽), C3 (△), C4 (□). C0 [12].

Общий вид зависимостей  $\sigma_{0,2}(T)$  типичен для случая термически активированного открепления дислокаций от локальных препятствий, когда величина  $\sigma_{0,2}$  определяется суммой внутренних напряжений, обусловленных дальнедействующими препятствиями, и эффективных напряжений, которые связаны с откреплением дислокаций от локальных препятствий за счет



энергии термических флуктуаций. Пределы текучести образцов C1 ( $e_{\Sigma} = 2,68$ ) и C4 ( $e_{\Sigma} = 11,88$ ) в интервале температур 77–350 К примерно одинаковы и больше, чем у образцов C2 ( $e_{\Sigma} = 7,28$ ) и C3 ( $e_{\Sigma} = 9,58$ ). Таким образом, величина  $\sigma_{0,2}$  при фиксированной температуре немонотонно зависит от эквивалентной пластической деформации  $e_{\Sigma}$  (см. табл. 1). Учитывая, что с увеличением  $e_{\Sigma}$  размер зерна  $d$  уменьшается, этот результат противоречит соотношению Холла–Петча  $\sigma_{0,2} \sim d^{-1/2}$ .

Максимальное напряжение течения  $\sigma_m$  образцов C1–C4 сильно зависит от температуры (рис. 4,б) и сравнительно слабо от схемы ИПД:  $\sigma_m$  составляет 180–215 МПа при 295 К и 570–695 МПа при 4,2 К. Отметим, что приведенные значения слабо отличаются от соответствующих данных для чистого алюминия, подвергнутого ИПД [10], но существенно больше, чем для крупнозернистого образца C0 [12].

При температуре 4,2 К образцы C1–C4 обладают высокой пластичностью, близкой к пластичности крупнозернистого материала C0 (рис. 4,в). С увеличением  $T$  однородная пластическая деформация  $\varepsilon_u$  сначала уменьшается до минимума порядка 0,01–0,02 при 155 и 295 К и затем вновь увеличивается при 350 К. Минимальные значения  $\varepsilon_u$  для микронернистых образцов на порядок ниже, чем для крупнозернистого материала C0 при температурах 155 и 295 К. Среди микронернистых образцов наименее пластичны образцы C1, обладающие высокими значениями предела текучести.

Устойчивость пластической деформации ГЦК металлов и сплавов зависит от скорости деформационного упрочнения, которая, в свою очередь, определяется микроструктурой. На рис. 5 построены зависимости коэффициентов деформационного упрочнения  $\theta \equiv d\sigma/d\varepsilon$  микронернистых образцов от приведенного напряжения течения  $\sigma - \sigma_{0,2}$  (осцилляции  $\theta$  на кривых растяжения в области скачкообразной деформации и зуба текучести не показаны). Видно, что величина  $\theta$  уменьшается с ростом напряжения (деформации) тем быстрее, чем выше температура. При 77 К и напряжениях  $(\sigma - \sigma_{0,2}) > 25$  МПа скорость упрочнения микронернистых образцов значительно ниже, чем крупнозернистого материала C0 (рис. 5,а). При понижении температуры коэффициент  $\theta$  для микронернистых образцов увеличивается. На рис. 5,б видно, что при 4,2 К образцы C1 и C3 сохраняют высокую склонность к деформационному упрочнению, которая при больших напряжениях мало отличается от данных для крупнозернистого образца C0. Немонотонная зависимость  $\theta(\sigma - \sigma_{0,2})$  образца C0 при 4,2 К отражает стадийный характер кривой упрочнения поликристалла, обусловленный тем, что средний размер его зерна  $\sim 300$  мкм сравним с поперечным сечением образца [12].

Таким образом, в результате гидроэкструзии прочность сплава Al–Li существенно увеличивается, его пластичность при растяжении уменьшается, а пара-

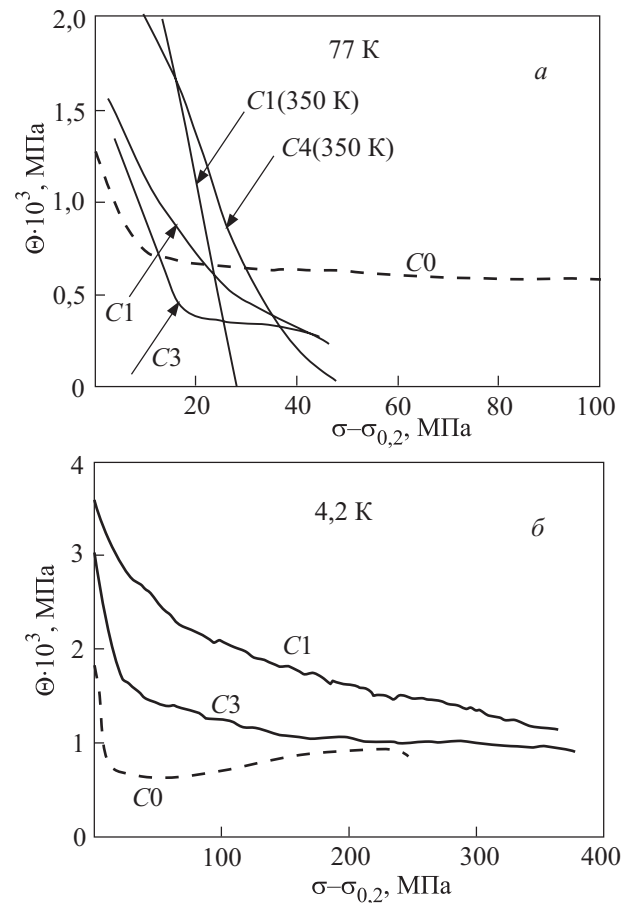


Рис. 5. Коэффициент деформационного упрочнения  $\theta$  микронернистого Al–Li в зависимости от приведенного напряжения течения  $(\sigma - \sigma_{0,2})$  при температурах 77 и 350 К (а); 4,2 К (б). C0 [12].

метры кривой растяжения сильно зависят от температуры в изученном интервале.

Дополнительную информацию о механизмах пластической деформации ГЦК металлов позволяют получить эксперименты по изменению скорости деформации вдоль кривой  $\sigma - \varepsilon$ . Величина скачка напряжения  $\Delta\sigma$  в результате изменения скорости деформации  $\Delta\dot{\varepsilon}$  зависит от температуры и деформации и является важным параметром термически активированного движения дислокаций. При температурах 4,2, 77 и 155 К для микронернистых образцов C1–C4 наблюдаются зависимости  $\Delta\sigma \sim \sigma$  (закон Коттрелла–Стокса), где  $\Delta\sigma$  — изменение напряжения при  $\Delta\dot{\varepsilon} \approx 10$ . Это означает, что параметр скоростной чувствительности напряжения  $m = \Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\varepsilon}$ , который часто рассматривается в литературе, не зависит от  $\sigma$ . Согласно [23,24], этот результат указывает на то, что рост напряжения с деформацией микронернистых образцов, как и в обычных крупнозернистых материалах, обусловлен прежде всего размножением и накоплением деформационных дефектов. Для образцов C1–C4 при 77 и 155 К величина  $m$  составляет 0,04 и 0,05 соответственно, а при 350 К она достигает 0,09 (в этом случае оценка

менее надежна из-за низкой скорости деформационного упрочнения). Для сравнения, в случае крупнозернистого образца C0 величина  $m$  не превышала 0,01 в интервале температур 77–295 К [13].

Воспользуемся полученными данными для оценки активационного объема пластической деформации  $V = MkT \Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma$ , где фактор Тейлора  $M = 3$ . Результаты расчетов для образцов C1 и C3 представлены на рис. 6 в координатах  $V/b^3$  от  $(\sigma - \sigma_{0,2})$ , где  $b = 0,286$  нм — длина вектора Бюргерса. Видно, что с увеличением напряжения активационный объем деформации уменьшается. Величина  $V/b^3$  и скорость ее изменения зависят от температуры и микроструктуры. При 155 К и  $\sigma > \sigma_{0,2}$  всего на 23–25 МПа величина  $V$  уменьшается от  $450b^3$  до  $200b^3$  для сплава C1 и от  $800b^3$  до  $320b^3$  для C3 (рис. 6,а). Крупнозернистому образцу C0 соответствует высокое значение  $V \approx 10^3 b^3$ , которое медленно уменьшается с ростом напряжения. При понижении температуры до 77 К (рис. 6,б) активационный объем для образцов C1, C3 уменьшается: даже при

$\sigma \approx \sigma_{0,2}$  он составляет  $(230–260)b^3$ , а при больших напряжениях менее  $75b^3$ . Полученные нами при 77 К оценки  $V(\sigma)$  в Al–Li хорошо согласуются с данными в [8] для ультрамелкозернистого алюминия.

При 350 К величина  $V$  для образца C3 слабо зависит от напряжения, изменяясь в пределах  $(120–50)b^3$  (рис. 6,а темные символы), аналогичный результат наблюдается для образцов C2 и C4. При температуре 4,2 К активационный объем C3 также слабо зависит от напряжения и при больших  $\sigma$  составляет менее  $30b^3$  (рис. 6,б темные символы).

Увеличение параметра  $m$  скоростной чувствительности напряжения течения и уменьшение активационного объема  $V$  пластической деформации микрокристаллического Al–Li по сравнению с крупнозернистым материалом могут быть связаны с дополнительными термически активированными механизмами, которые становятся эффективными в микрокристаллической структуре уже при температурах выше 77 К.

## 5. Обсуждение

### 5.1. Напряжение течения

Как отмечалось выше, общий вид экспериментальных зависимостей  $\sigma_{0,2}(T)$  с наклоном  $d\sigma_{0,2}/dT < 0$  в интервале температур 4,2–350 К (см. рис. 4,а) типичен для термофлуктуационного открепления дислокаций от локальных препятствий. Для этого механизма  $\sigma_{0,2}(T) = \sigma_i + \sigma^*(T)$ , где  $\sigma_i$  — внутреннее напряжение, связанное с дальнедействующими препятствиями, которое слабо зависит от температуры, а  $\sigma^*$  — эффективное напряжение, которое определяет наклон  $\sigma_{0,2}(T)$  и обращается в нуль при температурах выше некоторой пороговой температуры  $T_0$  [25]. Ранее в [12] было показано, что для крупнозернистого сплава Al–Li  $T_0 \approx 150$  К и величина  $d\sigma_{0,2}/dT$  соответствуют случаю, когда скорость деформации определяется термически активированным взаимодействием дислокаций с локальными препятствиями, образованными примесными атомами, энергия активации которых составляет величину порядка 0,2 эВ. В микрозернистом сплаве в интервале температур 4,2–350 К атермический участок на зависимостях  $\sigma_{0,2}(T)$  не наблюдается, а их наклон значительно выше, чем в крупнозернистом сплаве. В рамках используемой модели это означает, что скорость деформации контролируется локальными препятствиями, средняя плотность и характерная энергия активации которых выше, чем примесных атомов. Можно предположить, что такими препятствиями служат вакансии и их комплексы [19,20], а также дислокации «леса», аккумулярованные вблизи границ зерен [23,25,26] в результате ИПД путем гидроэкструзии. Однако для корректных численных оценок необходимы дополнительные

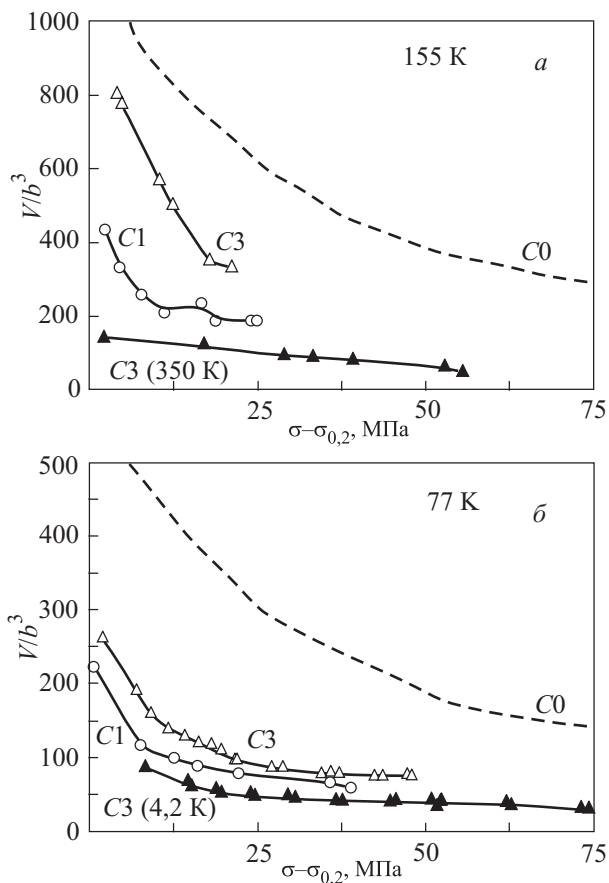


Рис. 6. Активационный объем  $V/b^3$  в зависимости от приведенного напряжения течения  $(\sigma - \sigma_{0,2})$  для микрокристаллического Al–Li: C1 (○) и C3 (△) при 155 К; C3 (▲) при 350 К (а); C1 (○) и C3 (△) при 77 К; C3 (▲) при 4,2 К (б). Пунктирные кривые — зависимости для крупнозернистых образцов C0, построенные по данным в [12,13].

ные экспериментальные данные о микроструктуре и механических свойствах материала. С учетом данных о микроструктуре (см. разд. 3.2.), увеличение  $\sigma_{0,2}$  микрокристаллических образцов по сравнению с исходными крупнокристаллическими обусловлено в основном ростом дальнедействующих напряжений вследствие измельчения зерна, т.е. формирования новых большеугловых границ (атермических препятствий).

В предыдущем разделе отмечалось, что наблюдаемая в эксперименте немонотонная зависимость  $\sigma_{0,2}$  от схемы гидроэкструзии, т.е. от эквивалентной деформации  $e_{\Sigma}$  (см. табл. 1) и размера зерна не согласуется с соотношением Холла–Петча. Этот результат можно объяснить влиянием ориентационной текстуры. Согласно данным о рентгеновской дифракции (см. табл. 2), схема C1 (прямая гидроэкструзия) способствует формированию кристаллографической текстуры [111], а комбинированная гидроэкструзия образцов C2–C4 приводит к ее постепенному ослаблению. Поскольку пластическая деформация ГЦК матрицы алюминия осуществляется консервативным движением полных дислокаций системы скольжения  $\{111\} \langle 111 \rangle$ , это должно вызывать дополнительное увеличение предела текучести образцов C1 по сравнению с образцами C2–C4. Схеме C4 соответствует максимальная деформация  $e_{\Sigma}$ , отсутствие ориентационной текстуры и минимальный размер зерна — единственная причина роста  $\sigma_{0,2}$  по сравнению со схемами C2 и C3. Следует отметить качественный характер приведенных рассуждений, поскольку они не учитывают влияние распределения зерен по размерам [6], распределение углов разориентации границ [27] и другие структурные факторы, определяющие механические свойства при растяжении ГЦК металлов и сплавов [28].

### 5.2. Деформационное упрочнение и пластичность

При сравнении данных на рис. 3, 4, в и 5 видно, что зависимости однородной пластической деформации  $\epsilon_u$  и коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  от температуры согласуются с известным критерием устойчивости: для поддержания однородной деформации материала требуется высокая скорость деформационного упрочнения. При 155 и 295 К оба параметра для образцов C1–C4 малы по сравнению с исходным сплавом C0, причем  $\epsilon_u$  приблизительно соответствует пику напряжения  $\sigma_m$  на диаграмме растяжения  $\sigma$ – $\epsilon$ , после которого коэффициент  $\theta$  становится отрицательным (напряжение падает) и образец теряет устойчивость из-за быстрой локализации деформации в области шейки (рис. 3). При температурах 4,2 и 77 К, а также при 350 К параметры  $\theta$  и  $\epsilon_u$  возрастают, а их величина зависит от схемы ИПД (см. рис. 4, в и 5).

Причиной потери устойчивости микрозернистых ГЦК металлов и сплавов считается низкая скорость де-

формационного упрочнения из-за смещения по сравнению с обычным крупнозернистым материалом баланса процессов накопления дислокаций в результате пластической деформации и их аннигиляции в результате возврата [5–9, 23, 28]. В нашем случае возврату способствуют мелкое зерно, высокое напряжение, а также высокая энергия дефекта упаковки и низкая температура плавления алюминия и его сплавов [28]. В этих условиях неравенство  $\theta^{C1-C4} < \theta^{C0}$  выполняется даже при температуре 77 К (рис. 5, а), которая соответствует гомологической температуре  $T/T_m = 0,08$ , где  $T_m$  — температура плавления.

При понижении температуры вероятность аннигиляции дислокаций уменьшается из-за низкой подвижности атомов. Это приводит к эффективному увеличению скорости деформационного упрочнения, которое препятствует локализации деформации, и  $\epsilon_u^{C1-C2}$  увеличивается (рис. 4, в). При температуре 4,2 К и больших деформациях (больших напряжениях течения)  $\theta^{C3} \approx \theta^{C0}$  (рис. 5, в), т.е. микрозернистый Al–Li сохраняет высокую склонность к деформационному упрочнению, несмотря на предварительное упрочнение на этапе ИПД при комнатной температуре.

При температуре 350 К наблюдается  $\theta^{C1} < \theta^{C4}$  (см. рис. 5, а) и  $\epsilon_u^{C1} < \epsilon_u^{C2-C4}$  (см. рис. 4, в). Поскольку размер зерна C4 меньше, чем C1, это противоречит представлениям об эффективном уменьшении  $\theta$  вследствие усиления динамического возврата из-за близости дислокационных источников и стоков в мелкозернистом материале. Анализ структурных факторов, определяющих образование шейки, проведенный в [29], показал, что при фиксированном размере зерна однородная деформация зависит от напряжения. Если напряжение увеличивается, а коэффициент деформационного упрочнения нет, условие потери устойчивости  $\theta < \sigma$  будет выполняться при меньших деформациях. Наши данные качественно согласуются с результатами анализа в [29]: поскольку  $\sigma_{0,2}^{C1} > \sigma_{0,2}^{C2-C4}$  и  $\sigma_m^{C1} \geq \sigma_m^{C2-C4}$  (рис. 4, а, б), наблюдается  $\epsilon_u^{C1} < \epsilon_u^{C2-C4}$ .

При температурах 77 и 4,2 К соотношения параметров  $\theta$  и  $\epsilon_u$  формально противоречат критерию устойчивости  $\theta^{C1} > \theta^{C3}$  (рис. 5), однако  $\epsilon_u^{C1} < \epsilon_u^{C3}$  (рис. 4, в). Согласно [29], низкая пластичность образцов C1 объясняется тем, что в данном случае увеличение напряжения  $\sigma_{0,2}^{C1} > \sigma_{0,2}^{C3}$  не компенсируется увеличением скорости упрочнения. Важно отметить, что при 4,2 К параметр  $\theta$  оценивался по огибающей  $\sigma(\epsilon)$  в связи с тем, что пластическая деформация приобретает скачкообразный характер. Развитая скачкообразная деформация и текстура образцов C1, по-видимому, определяют их низкую пластичность и низкий предел прочности при 4,2 К.

Скачкообразная деформация означает катастрофическое увеличение скорости деформации при скачке напряжения, которое связано с увеличением потока



дислокаций. Экспериментальные и теоретические исследования этого явления, проводившиеся для различных металлов и сплавов, рассмотрены в [30], однако ясного понимания физики данного явления пока нет. В качестве одной из гипотез рассматривается локальный разогрев образца, вызывающий уменьшение напряжения течения вследствие термофлуктуационных эффектов. Другая гипотеза — самосогласованное движение дислокационных лавин в условиях высокой плотности дислокаций и высоких напряжений. При измельчении зерна в алюминии и его сплавах наблюдалось затухание скачкообразной деформации в обычном поликристалле и наоборот ее усиление в микрoзернистом материале [10]. В крупнозернистом сплаве Al–3,8 ат.% Li после отжига скачки напряжения наблюдались только при температурах ниже 4,2 К. Как видно на рис.3, при 4,2 К плотность скачков напряжения уменьшается по мере увеличения эквивалентной деформации и измельчения зерна (C1–C4). В рамках упомянутых гипотез это обусловлено изменением теплофизических характеристик кристалла и подавлением локального разогрева или изменением статистики движения дислокационных лавин в микрoзернах. Однако соответствующие экспериментальные данные авторам в настоящее время не известны, поэтому обсуждение наблюдаемых эффектов преждевременно.

### 5.3. Скоростная чувствительность напряжения

При достаточно высокой скорости деформационно-го упрочнения линейная аппроксимация экспериментальных зависимостей  $\Delta\sigma(\sigma)$  (закон Коттрелла–Стокса) позволяет оценить параметр скоростной чувствительности напряжения  $m = \Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon}$ , который зависит от температуры и слабо зависит от  $\sigma$ . В крупнозернистых образцах C0 зависимость  $m(T)$  характерна для термически активированного перерезания дислокаций «леса»: при низких температурах  $m$  увеличивается с температурой, достигает максимума в области промежуточных температур  $\sim 80$  К и затем медленно уменьшается. В микрoзернистых образцах  $m(T)$  отклоняется в сторону больших значений уже при 77 К, а при комнатной температуре и выше величина  $m$  почти на порядок больше, чем у исходного сплава. Согласно [9,10], высокие значения  $m$  при  $T \geq 295$  К указывают на эффективность диффузионных процессов в микрoзернистом материале. Увеличение  $m$  при низких температурах рассматривается как следствие дополнительного термически активированного взаимодействия дислокаций в условиях высокой плотности дефектов вблизи границ зерен [9]. В этом случае активационный объем пластической деформации, который связан с  $m$  выражением  $V = MkT/m\sigma$ , для образцов C1–C4 должен быть меньше, чем для крупнозернистого материала, что и наблюдается в эксперименте (см. рис. 6). Предполага-

ется, что в микрoзернистых ГЦК металлах и сплавах деформация, определяемая выражением  $M\epsilon = bNA$ , где  $N$  — число подвижных дислокаций,  $A$  — площадь, заметаемая подвижной дислокацией, контролируется не внутрoзеренными, а зернограничными источниками [9], и  $N$  пропорционально плотности источников в границах зерен. При измельчении зерна площадь границ увеличивается, что приводит к увеличению дислокационных стоков и, соответственно, уменьшению  $A$ . Следует отметить, что при уменьшении  $A$  для поддержания заданной скорости деформации требуется увеличить число  $N$  подвижных дислокаций или увеличить скорость дислокаций, что приводит к повышению напряжения в виде зуба, который действительно наблюдается на кривых растяжения сплавов C3, C4 при температурах 77 и 155 К (см. рис. 3). Эффект дислокационных стоков как причина зуба в микрoзернистых материалах ранее обсуждался в [6].

Для оценки напряжения активации дислокационных источников воспользуемся приближением  $\sigma = MGb/\pi L_d(1 - \nu)$ , где  $G$  — модуль сдвига,  $L_d = \rho^{-1/2}$  — расстояние между дислокациями,  $\nu$  — коэффициент Пуассона. При  $M = 3$ ,  $G = 26$  ГПа,  $\nu = 0,3$  напряжения активации 125–290 МПа соответствуют плотности дислокаций  $\rho \sim 10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$  и удовлетворительно согласуются с экспериментальными значениями  $\sigma_{0,2} = 135 - 304$  МПа для образцов C1–C4 в интервале температур 4,2–350 К (см. рис. 4,а). Указанные значения  $\rho$  характерны для границ доменов (размером порядка области когерентного рассеяния рентгеновских лучей) в микрoкристаллических образцах и слишком высоки для плотности хаотических дислокаций в середине микрoзерна.

## 6. Заключение и выводы

В работе исследована низкотемпературная пластическая деформация сплава Al–Li, подвергнутого ИПД путем комбинации прямой и угловой гидроэкструзии. Измельчение зерна, увеличение средней плотности дефектов и изменение ориентационной текстуры в процессе комбинированной гидроэкструзии приводит к увеличению прочности и уменьшению пластичности микрoкристаллического сплава по сравнению с исходным крупнозернистым. Полученные данные об изменении прочности и пластичности сплава в зависимости от схемы гидроэкструзии и температуры деформации позволяют сделать следующие выводы.

1. В интервале температур 4,2–350 К предел текучести сплава после гидроэкструзии увеличивается в основном за счет внутренних напряжений, которые обусловлены увеличением плотности межзеренных границ и эволюцией ориентационной текстуры с направлением [111].

2. Температурная зависимость предела текучести микрoкристаллических образцов характерна для тер-

мически активированного открепления дислокаций от локальных препятствий. Эффективными локальными препятствиями являются деформационные дефекты (вакансии, их комплексы, дислокации «лес»), образовавшиеся при гидроэкструзии.

3. Низкая пластичность сплава после гидроэкструзии объясняется низкой скоростью деформационного упрочнения вследствие усиления динамического возврата в микрокристаллической структуре. Скорость упрочнения эффективно увеличивается при уменьшении температуры в интервале  $T \leq 77$  К, что препятствует локализации деформации при растяжении образца и увеличивает его однородную пластическую деформацию. Увеличение пластичности при 350 К объясняется уменьшением напряжения течения сплава.

4. Высокая скоростная чувствительность напряжения течения при  $T \geq 77$  К и малый активационный объем пластической деформации микрокристаллического Al–Li по сравнению с крупнозернистым указывают на высокую эффективность границ микрозерен как источников и стоков для дислокаций.

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*. Логос, Москва (2000).
2. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mat. Sci.* **51**, 427 (2006).
3. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
4. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Longdon, M.J. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *J. Mater.* **58**, 33 (2006).
5. H. Conrad and K. Jung, *Mater. Sci. Eng.* **A391**, 272 (2005).
6. C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Acta Mater.* **53**, 4019 (2005).
7. Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, *ФТТ* **47**, 816 (2005).
8. H. Miyamoto, K. Ota, and T. Mimaki, *Scripta Materialia* **54**, 1721 (2006).
9. L. Hollang, J. Scharnweber, K. Reuther, and W. Skrotzki, *ICSM-15, J. Phys.: Conference Series* **240**, 012148 (2010).
10. Ю.З. Эстрин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, И.С. Брауде, С.В. Малыхин, М.В. Решетняк, М. Янечек, *ФНТ* **34**, 842 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 665 (2008)].
11. Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, П.А. Забродин, *ФНТ* **35**, 1151 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 898 (2009)].
12. В.С. Фоменко, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **19**, 429 (1993) [*Low Temp. Phys.* **19**, 301 (1993)].
13. Н.В. Исаев, В.С. Фоменко, *ФНТ* **20**, 260 (1994) [*Low Temp. Phys.* **20**, 206 (1994)].
14. В.А. Белошенко, В.Н. Варюхин, В.З. Спусканюк. *Теория и практика гидроэкструзии*, Наукова думка, Киев (2007).
15. V. Spuskanyuk, A. Spuskanyuk, and V. Varyukhin, *J. Mater. Process. Technol.* **203**, 305 (2008).
16. V. Spuskanyuk, A. Davydenko, A. Berezina, A. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, and D. Spiridonov, *J. Mater. Process. Technol.* **210**, 1709 (2010).
17. М.А. Кривоглаз, *Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами*, Наука, Москва (1967).
18. И.С. Брауде, Т.В. Григорова, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, *ФНТ* **26**, 721 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 529 (2000)].
19. Р.А. Андриевский, А.М. Глезер, *ФММ* **88**, 50 (1999).
20. А.И. Гусев, *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии*, Физматлит, Москва (2005).
21. Л.И. Миркин, *Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов*, Физматгиздат, Москва (1961).
22. B. Adamczyk-Cieslak, J. Misera, and K.J. Kurzydowski, *Solid State Phenomena* **114**, 337 (2006).
23. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
24. R.A. Mulford, *Acta Met.* **27**, 1115 (1979).
25. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.E. Ashby, *Progr. Mater. Sci.* Oxford, Pergamon Press (1975), p. 288.
26. И.А. Гиндин, И.М. Неклюдов, Н.В. Камышанченко, И.И. Бобонец, М.П. Старолат, в сб. *Физические процессы пластической деформации при низких температурах*, Наукова Думка, Киев (1974) с. 276.
27. P.L. Sun, C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Scripta Materialia* **52**, 265 (2005).
28. Y.M. Wang and E. Ma, *Mater. Science Engineering* **A375**, 46 (2004).
29. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **47**, 236 (2005).
30. В. В. Пустовалов. *ФНТ*, **26**, 515 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 375 (2000)].

#### Microstructure and low-temperature plastic deformation of Al–Li alloy

N.V. Isaev, P.A. Zabrodin, V.Z. Spuskanyuk, A.A. Davydenko, V.V. Pustovalov, V.S. Fomenko, and I.S. Braude

The plastic deformation peculiarities of Al–Li solid solution with microstructure formed after combined direct and angular hydroextrusion were studied by tension tests in the temperature range 4.2–350 K. The grain refinement, mean defects density increased and orientation texture changes due to combined hydroextrusion were displayed responsible for high strength and low ductility of microcrystalline alloy as compared to initial conventional material. The increase of yield stress of microcrystalline alloy is explained by grain boundary density increase as well as the orientation texture evolution. The temperature dependence of yield stress typical for thermally activated interaction of dislocations with point obstacle is strong due to deformation defects formed as a result of hydroextrusion

processing. The low ductility of microcrystalline alloy due to localization of plastic deformation already at low deformations is resulting from low work hardening rate affected by increased recovery in fine grains even at low temperatures. The rate of recovery decrease and uniform deformation increase at temperatures below 77 K. The high strain rate sensitivity of flow stress at  $T \geq 77$  K and low activation volume of plastic deformation of microcrystalline Al–Li may be

explained by high efficiency of grain boundaries as sources and sinks of moving dislocations.

PACS: 62.20.F– Deformation and plasticity;

**62.20.–x** Mechanical properties of solids.

Keywords: aluminum–lithium, direct and angular hydroextrusion, plastic deformation; low temperatures.