

# Пластическая деформация микрозернистого магниевого сплава AZ31 при низких температурах

Н. В. Исаев, П. А. Забродин

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина Национальной академии наук Украины  
Харьков, 61103, Украина*

E-mail: zabrodin@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 23 марта 2020 г., опубликована онлайн 21 августа 2020 г.

Изучены особенности пластической деформации микрозернистого магниевого сплава AZ31 при растяжении в интервале температур 4,2–295 К. Образцы деформировались в двух структурных состояниях: исходном (после восьми проходов равноканального углового прессования) и отожженном (после изотермического отжига при 573 К). В обоих случаях при понижении температуры наблюдались рост предела текучести, коэффициента деформационного упрочнения и уменьшение пластичности. Коэффициент упрочнения отожженного образца с деформацией изменялся немонотонно в отличие от исходного, что объясняется повышением активности двойникования вследствие увеличения размера зерна при отжиге. Низкие значения параметров Холла–Петча для предела текучести при комнатной температуре указывают на высокую активность базисного скольжения дислокаций, обусловленного смешанной текстурой, которая формируется после восьми проходов равноканального углового прессования и радикально не изменяется при отжиге. Предел текучести изученных поликристаллов определяется термофлуктуационным движением преимущественно базисных дислокаций. Эмпирические параметры этого движения в интервале температур 4,2–295 К, полученные из анализа температурных зависимостей предела текучести и активационного объема, соответствуют механизму взаимодействия дислокаций с локальными препятствиями в виде примесных атомов и дислокаций леса.

Ключевые слова: магниевый сплав, равноканальное угловое прессование, деформационное упрочнение при растяжении, активационный объем.

## 1. Введение

Интерес к изучению механизмов пластической деформации магневых сплавов обусловлен, прежде всего, поиском технологий, позволяющих получить оптимальное для прикладных задач сочетание прочности и пластичности. Одна из эффективных технологий основана на деформации сдвига путем равноканального углового прессования (ЕСАР) при повышенной температуре, в процессе которого происходит измельчение зерна и формируется базисная текстура с плоскостью (0001), как правило, параллельной плоскости чистого сдвига. Мелкое зерно и низкое критическое напряжение для базисного скольжения дислокаций определяют механические свойства модифицированных таким образом магневых сплавов [1, 2]. При комнатной температуре важную роль для аккомодации деформации играют также призматическое скольжение и двойникование при расширении решетки вдоль оси  $c$ . Соотношение активности этих мод определяет не только анизотропию

деформации, пластичность и прочность, но и характер деформационного упрочнения магневых сплавов [3]. Так, например, при растяжении поликристалла AZ31В с благоприятной для двойникования текстурой (ось  $c$  большинства зерен параллельна оси растяжения) на кривой растяжения при малых деформациях наблюдается плато двойникования, после которого образец быстро упрочняется [2]. Методом численного моделирования в [4] показано, что вклад двойникования в деформацию AZ31 увеличивается с уменьшением угла между базисным полюсом и направлением растяжения. В результате предел текучести уменьшается, пластичность увеличивается, а на начальном участке кривой растяжения появляется плато (вогнутый участок). При дальнейшей деформации двойникование истощается из-за переориентации решетки, однако двойники как дополнительные препятствия для скольжения дислокаций (по прочности сравнимые с границами зерен) стимулируют деформационное упрочнение [5].

Зарождение и размер двойника связаны с границей зерна, поэтому активность двойникования зависит от размера зерна. При комнатной температуре по оценкам в [6] двойникование развивается при среднем размере зерна более 3 мкм, в противном случае доминирует скольжение дислокаций. При деформации сплава AZ31 с зернами ~ 1–10 мкм двойники регистрировались в [7] методом дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD) вначале в крупных зернах (более 5 мкм), а затем в более мелких. Результаты моделирования в [8] показали, что зависимость напряжения течения от размера зерна при двойниковании в магнии сильнее, чем при скольжении дислокаций. Обе зависимости пересекались при критическом размере зерна ~ 2,7 мкм, меньше которого двойникование подавлялось и доминировали моды скольжения дислокаций.

Упрочнение сплава AZ31 за счет измельчения зерна описывается классическим соотношением Холла–Петча для предела текучести [9]. Однако параметры этого соотношения зависят от текстуры: чем жестче ориентация текстуры для базисного скольжения, тем больше напряжение трения и коэффициент Холла–Петча [10, 11]. В связи с этим параметры Холла–Петча можно использовать для косвенной оценки вкладов базисной и небазисных мод в деформацию.

Изучение пластической деформации магниевых сплавов в интересах их применения в автомобильной, медицинской и других отраслях проводилось в основном при комнатной температуре и выше. Целесообразность таких исследований в области низких температур диктуется перспективами применения магниевых сплавов в аэрокосмической и криогенной технике. В обзоре [12], посвященном этой теме, было показано, что с понижением температуры в интервале 4,2–300 К пластичность большинства магниевых сплавов уменьшается, однако их прочность увеличивается. В [13] на примере сплава AZ31В это объяснялось ускоренным распадом пересыщенного твердого раствора при температуре 77 К. В [14] упрочнение наблюдалось после криогенной выдержки сплава AZ31 и сопровождалось переориентацией зерен под действием термонапряжений. В [15] изучалось влияние размера зерна и текстуры сплава AZ31 на предел текучести и скоростную чувствительность напряжения при растяжении в интервале температур 4,2–300 К. Рост предела текучести с понижением температуры объяснялся термически активированным пересечением дислокаций леса, а высокая скоростная чувствительность напряжения, наблюдавшаяся при температурах выше 150 К, рассматривалась как следствие динамического возврата. В [16] анализ температурных зависимостей предела текучести и скоростной чувствительности напряжения течения сплава AZ31 позволил предположить, что с понижением температуры в интервале 77–300 К роль механизма пересечения дислокаций леса уменьшается и контролирующим становится реше-

точное трение. Разницу в трактовках экспериментальных данных в [15, 16] можно объяснить разной исходной ориентацией и интенсивностью текстуры исследованных образцов, а также разными способами определения скоростной чувствительности напряжения.

В работах [17, 18] изучались особенности деформационного упрочнения и неустойчивость пластической деформации микрзернистого сплава AZ31 в виде скачков деформирующего напряжения при температурах 0,5 и 4,2 К. Активация деформационного двойникования в результате роста зерна при отжиге рассматривалась в качестве причины появления вогнутого участка на кривой растяжения, в пределах которого амплитуда скачков напряжения уменьшается.

Изучение низкотемпературных закономерностей и механизмов пластической деформации при растяжении микрзернистого магниевого сплава AZ31, модифицированного путем равноканального углового прессования, продолжается в настоящей работе.

## 2. Образцы и методика эксперимента

Заготовки модифицированного сплава AZ31 (Mg–2,7 ат. % Al–0,4 ат. % Zn) прямоугольного сечения 10×10 мм получены по технологии, разработанной в [19], которая включает прямую экструзию с коэффициентом 22 при температуре 350 °С и восемь проходов равноканального углового прессования (8ЕСАР) при температуре 180 °С по маршруту  $B_c$  (поворот на 90° после каждого прохода). Методом электроэрозии заготовки разрезали вдоль направления прессования на пластины, из которых с помощью специального штампа с резиновым амортизатором вырезали образцы для растяжения с размерами рабочей части 0,7×3×15 мм. Перед растяжением поверхность образца механически полировали оксидом алюминия на бумажной основе и травили в 10 % растворе  $CH_3COOH$ .

Для изменения микроструктуры часть исходных образцов отжигали в атмосфере аргона при следующем режиме: нагрев со скоростью ~ 5 К/мин, выдержка при 573 К в течение 60 мин, охлаждение со скоростью 3 К/мин.

Микроструктура заготовок изучена ранее в [20] методами просвечивающей электронной микроскопии, сканирующей электронной микроскопии и аннигиляции позитронов. Микроструктуру образцов дополнительно изучали в [17, 18] методами рентгеновской дифракции и оптической микроскопии. Анализ полюсных фигур показал, что исходный образец после равноканального углового прессования имеет смешанную текстуру с максимумами при углах  $\beta \approx 90^\circ$  и  $62^\circ$  между осью  $c$  и осью образца в пропорции 3:1. Средний размер зерна в исходном состоянии составлял  $d \approx 0,8$ – $1,0$  мкм, а средняя плотность дислокаций  $\rho \approx 2 \cdot 10^{13}$ – $10^{14}$  м<sup>-2</sup>. После отжига размер зерна (по данным оптической микроскопии) увеличивался до  $d \approx 3,7$ – $4,0$  мкм, при этом рентгенов-

ская плотность дислокаций уменьшалась и составляла  $\rho \approx (1-4) \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$ .

Образцы деформировали растяжением с постоянной скоростью  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  при фиксированной температуре в интервале 4,2–295 К. Для этого деформируемый образец помещался в криостат с азотом или гелием в жидком или газообразном состоянии. Регистрировалась зависимость нагрузки от времени, по которой рассчитывалась кривая растяжения в координатах «истинное напряжение  $\sigma$  – истинная пластическая деформация  $\epsilon$ ». Измерения скоростной чувствительности напряжения проводились методом релаксации напряжения в интервале 77–295 К. Кривые релаксации  $\Delta\sigma_i(t)$  за время  $t = 100$  с аппроксимировали логарифмическим законом [21] с учетом упрочнения при релаксации. Результаты аппроксимации при фиксированной температуре использовали для стандартной оценки активационного объема пластической деформации.

### 3. Результаты эксперимента и обсуждение

#### 3.1. Коэффициент деформационного упрочнения

Кривые растяжения образцов AZ31 при температурах 4,2; 77; 150; 290 К в исходном (после 8ЕСАР) и отожженном при 573 К состояниях иллюстрирует рис. 1. В обоих случаях с понижением температуры наблюдаются рост напряжения течения, скорости деформационного упрочнения и уменьшение максимальной деформации. При одинаковой температуре напряжение течения отожженного образца ниже, а пластичность выше, чем исходного.

Влияние температуры и микроструктуры образцов на коэффициент деформационного упрочнения  $\theta = d\sigma/d\epsilon$  иллюстрирует рис. 2. С понижением температуры от 295 до 4,2 К коэффициент  $\theta$  для исходных и отожженных образцов увеличивается примерно в 4–5 раз, а форма кривой  $\theta$ – $\epsilon$  существенно зависит от микроструктуры образца. Для исходных образцов  $\theta$  монотонно уменьшается с деформацией при всех  $T$  (кривые  $\sigma$ – $\epsilon$  имеют параболический вид). Для отожженных образцов, деформированных при тех же условиях эксперимента, наблюдаются немонотонные зависимости  $\theta$ – $\epsilon$ : при малых  $\epsilon$  коэффициент  $\theta$  быстро уменьшается, но уже при  $\epsilon > 0,04$  вновь увеличивается, достигая более высокого значения, чем при той же температуре в исходном состоянии.

Немонотонные зависимости  $\theta$ – $\epsilon$  в магниевых сплавах, подобные представленным на рис. 2(б), ранее наблюдались при комнатной температуре и выше и рассматривались как результат деформационного двойникования (см. разд. 1) [4, 22] при благоприятной текстуре. В пользу такого объяснения в нашем случае свидетельствуют два обстоятельства. Во-первых, как установлено ранее [18], исходные образцы AZ31 (после 8ЕСАР по маршруту  $B_c$ ) имеют сложную текстуру с одним из

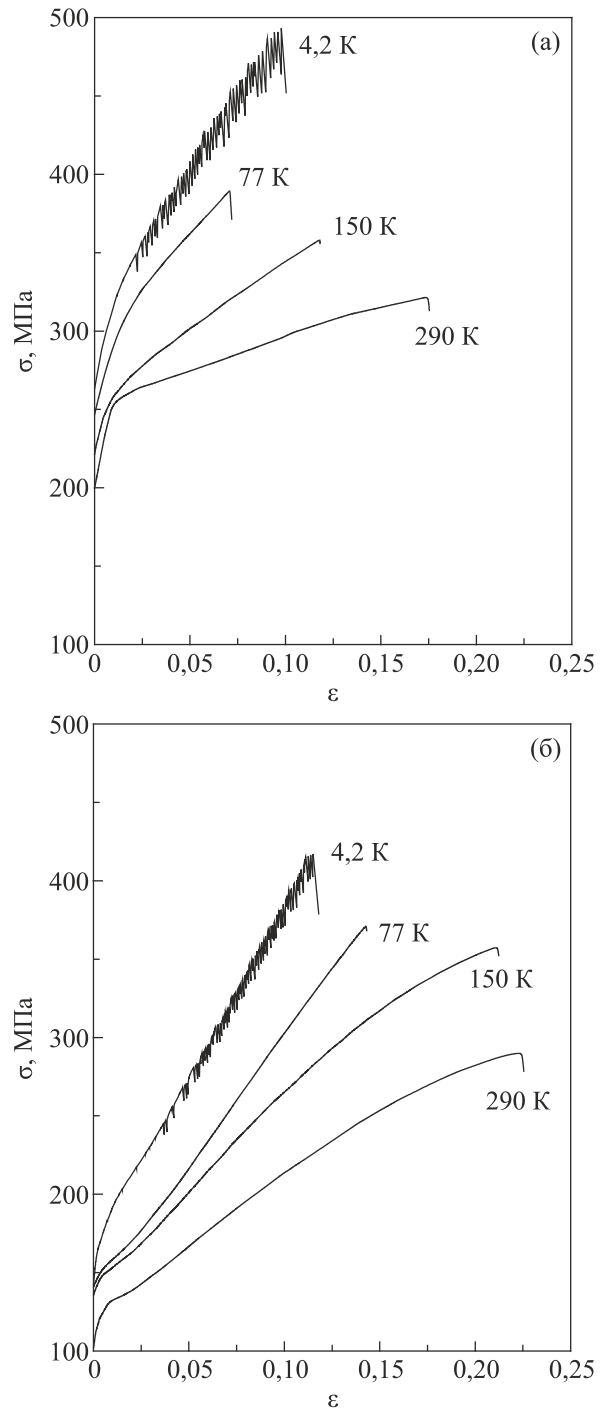


Рис. 1. Кривые растяжения «истинное напряжение  $\sigma$  – истинная пластическая деформация  $\epsilon$ » для образцов AZ31: (а) после 8ЕСАР,  $d \approx 1$  мкм; (б) после отжига при 573 К,  $d \approx 4$  мкм.

максимумов при угле  $\beta \approx 62^\circ$  между осью  $c$  и осью растяжения. Согласно [4, 22], даже небольшая доля (~ 10%) зерен с такой ориентацией может изменить форму кривой растяжения. Во-вторых, отжиг при 573 К не приводит к значительной рекристаллизации и не вызывает радикальных изменений текстуры [20]. Наконец, изменение текстуры образца вследствие переориентации

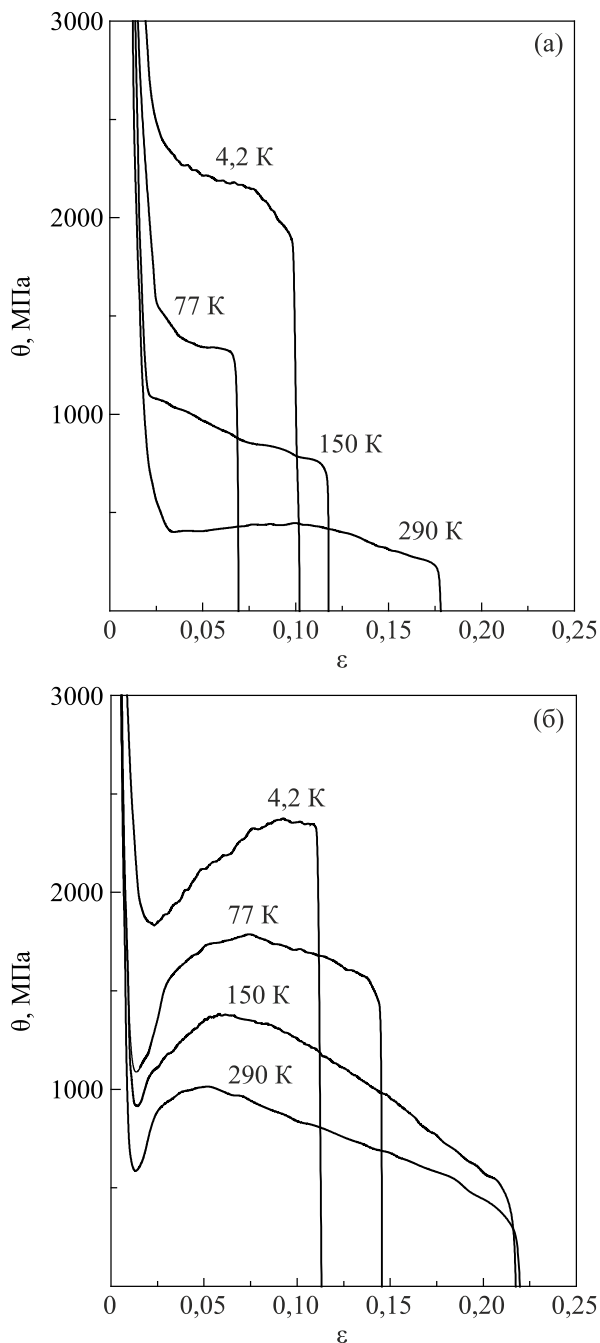


Рис. 2. Зависимость коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  от деформации  $\varepsilon$  для образцов AZ31 при различных температурах: (а) после 8 ЕСАР,  $d \approx 1$  мкм; (б) после отжига при 573 К,  $d \approx 4$  мкм.

зерен под действием термических напряжений при охлаждении [14] не объясняет данные на рис. 2, поскольку процедура охлаждения в криостате была одинаковой для всех образцов. С учетом этих обстоятельств особенности деформационного упрочнения отожженных образцов AZ31, наблюдаемые при температурах 4,2–295 К, можно объяснить повышением активности двойникового вследствие роста зерен при отжиге. Согласно [8], критический для двойникового размер

зерна в магнии и его сплавах составляет  $d_c \approx 2,7$  мкм, а средний размер зерна по оценкам в [17–20] для исходного и отожженного образцов составляет  $d \sim 0,8$ –1 мкм и  $\sim 3,7$ –4 мкм соответственно, т. е. меньше и больше  $d_c$ . Заметим, что без картины распределения зерен по размерам и их разориентации, такое объяснение является лишь качественным.

Известно, что в магниевых сплавах двойникование растяжения затухает уже при малых деформациях из-за значительной переориентации решетки [2, 5]. Переориентация стимулирует призматическое скольжение [23], а двойниковые границы являются дополнительными препятствиями для скользящих дислокаций, поэтому при дальнейшей деформации скорость упрочнения возрастает. Из сравнения данных на рис. 2(а) и 2(б) следует, что предполагаемый механизм дополнительного деформационного упрочнения за счет двойникового действует во всем изученном интервале температур. Коэффициент  $\theta$  для отожженного образца достигает более высоких значений, чем для исходного. Отметим, что ранее механизм упрочнения, индуцированного двойникованием, привлекался в [17, 18] при обсуждении неустойчивой (скачкообразной) пластической деформации сплава AZ31 при температурах 0,5 и 4,2 К. Результаты настоящей работы указывают на то, что этот механизм является эффективным во всем изученном интервале температур. Разница между экстремальными значениями  $\theta$  на рис. 2(б) при 295, 150 и 77 К составляет порядка 400, 500 и 600 МПа соответственно, что косвенно указывает на то, что в нашем случае роль двойникового не уменьшается с понижением температуры.

### 3.2. Зависимость предела текучести $\sigma_{0,2}$ от размера зерна

Изменение условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  при изменении размера зерна в образцах AZ31, деформированных при различных температурах, иллюстрирует рис. 3. Данные представлены в координатах, соответствующих закону Холла–Петча, справедливому в изученном интервале размеров зерна для большинства магниевых сплавов:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (1)$$

где  $\sigma_0$  — напряжение в монокристалле,  $k$  — постоянная (коэффициент Холла–Петча).

Напряжение трения  $\sigma_0$  увеличивается более чем в два раза с понижением температуры: при 295 и 4,2 К оно составляет  $\sim 32$  и  $\sim 75$  МПа соответственно. Наклон  $k$  в (1) с понижением температуры возрастает примерно на 17 %, изменяясь в пределах 158 – 188 МПа·мкм<sup>1/2</sup> (см. вставку на рис. 3).

В модели скопления дислокаций у границы зерна первое слагаемое в соотношении (1) описывает напряжение, препятствующее движению дислокаций внутри зерна, а второе — напряжение, действующее на границу

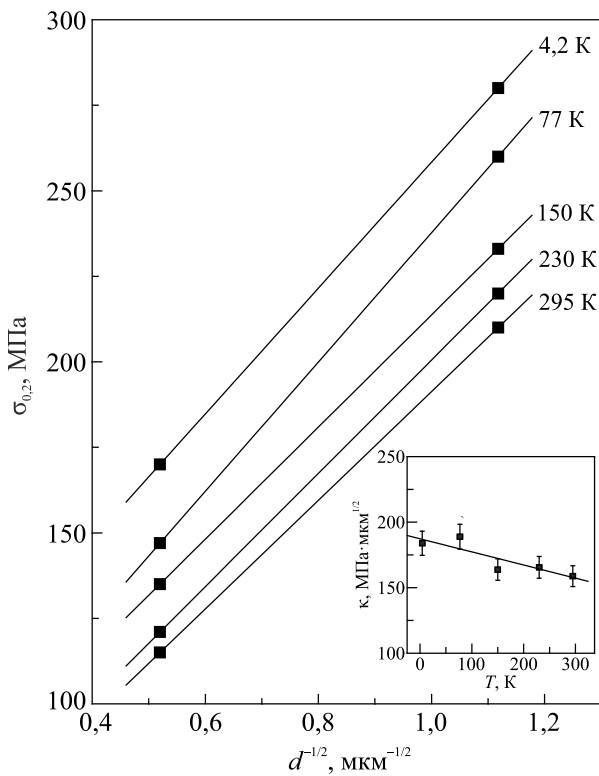


Рис. 3. Изменение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  при изменении размера зерна  $d$ . На вставке: зависимость коэффициента  $\kappa$  в (1) от температуры  $T$ .

со стороны скопления, достаточное для зарождения скольжения в соседнем зерне [24]. Из-за анизотропии магниевых сплавов характерные значения параметров в (1) зависят от активности мод деформации, прежде всего базисного и призматического скольжения. С учетом смешанной текстуры изученных образцов AZ31 представляет интерес сравнить наблюдаемые значения  $\sigma_0$  и  $\kappa$  с литературными данными, которые, как правило, относятся к комнатной температуре и выше.

В работе [10] показано, что для поликристаллов AZ31 ( $d = 0,7\text{--}10,2$  мкм) при комнатной температуре  $\sigma_0$  изменяется в пределах 24–39 МПа, а  $\kappa$  — в пределах 160–200 МПа·мкм<sup>1/2</sup> в случае мягкой текстуры, которой соответствуют факторы Шмида  $m = 0,43$  и  $0,27$  для базисной и призматической плоскостей. При более жесткой текстуре (с обратным соотношением  $m = 0,08$  и  $0,46$ ), которая благоприятна для призматического скольжения, параметры  $\sigma_0$  и  $\kappa$  возрастают, изменяясь в пределах 80–130 МПа и 230–350 МПа·мкм<sup>1/2</sup>. Отметим, что авторы [10] не наблюдали признаков деформационного двойникового при деформации 0,2 %, а их оценки  $\sigma_0$  и  $\kappa$  относятся к плотности дислокаций  $\rho \geq 10^{13}$  м<sup>-2</sup>.

В работе [11], посвященной моделированию базисного, призматического, пирамидального скольжения и двойникового в магнии и его сплаве AZ31В, установ-

лено, что параметры Холла–Петча, а также фактор Шмида для разных мод деформации при комнатной температуре существенно зависят от угла  $\beta$  между осью  $c$  и направлением растяжения. Углу  $\beta = 45^\circ$  отвечали минимальные значения  $\sigma_0 = 18$  МПа и  $\kappa = 160$  МПа·мкм<sup>1/2</sup>, углу  $\beta = 90^\circ$  — максимальные значения  $\sigma_0 = 41$  МПа,  $\kappa = 400$  МПа·мкм<sup>1/2</sup>. Значения  $m$  для базисного и призматического скольжения при  $\beta = 45^\circ$  составляли 0,5 и 0,11, а при  $\beta = 90^\circ$  — 0,08 и 0,43. Для промежуточной ориентации с  $\beta = 67,5^\circ$ , которая близка одной из компонент текстуры наших образцов (с углом  $\beta = 62^\circ$ ), характерные значения составляли  $\sigma_0 = 26,5$  МПа,  $\kappa = 220$  МПа·мкм<sup>1/2</sup> и  $m = 0,37$  и  $0,27$  для базисной и призматической плоскостей.

Из сравнения с данными [10, 11] следует, что значения  $\sigma_0$  и  $\kappa$  в (1), наблюдаемые в настоящей работе при 295 К, характерны для случая активного базисного скольжения дислокаций. Факторы Шмида, соответствующие вкладу базисного скольжения, изменяются в пределах  $m = 0,37\text{--}0,43$ . Повышенная активность базисного скольжения в нашем случае объясняется смешанной текстурой сплава AZ31 с компонентой  $\beta = 62^\circ$ , которая формируется в результате восьми проходов ЕСАР [18] и радикально не изменяется при отжиге [20].

Согласно [24], параметр  $\sigma_0$  определяется критическим напряжением сдвига (КНС) в плоскости легкого скольжения, а параметр  $\kappa$  пропорционален напряжению активации дислокационного источника в соседнем зерне:

$$\kappa = M^2 \tau_s r^{1/2}, \quad (2)$$

где  $M$  — ориентационный фактор Тейлора,  $\tau_s$  — критическое напряжение сдвига для системы скольжения в соседнем зерне,  $r$  — расстояние от головной дислокации в скоплении до дислокационного источника в соседнем зерне. В Mg и его сплавах  $\tau_s$  минимально при базисном скольжении, а  $M$  уменьшается с ростом числа активных мод деформации. Это приводит к уменьшению  $\kappa$  при комнатной температуре и выше [23, 25]. Поведение  $M$  в интервале температур 4,2–295 К неизвестно без специальных структурных исследований. При низких температурах зависимость  $\kappa(T)$ , скорее, обусловлена зависимостью  $\tau_s(T)$  в (2), монотонно убывающей при термофлуктуационном механизме активации дислокационного источника [24, 25].

### 3.3. Зависимость предела текучести $\sigma_{0,2}$ от температуры

Температурные зависимости условного предела текучести  $\sigma_{0,2}(T)$  сплава AZ31 в исходном состоянии и после отжига при 573 К представлены на рис. 4. При слабой зависимости  $\kappa(T)$  кривые 1 и 2 для исходного и отожженного образцов имеют близкие отрицательные наклоны, которые в основном определяются наклоном зависимости  $\sigma_0(T)$  (кривая 3).

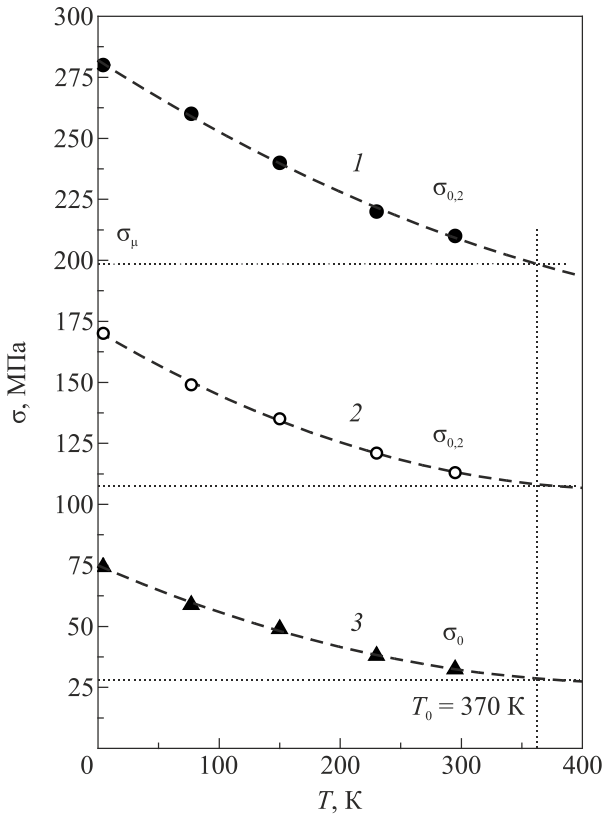


Рис. 4. Зависимости  $\sigma_{0,2}$  от температуры для образцов AZ31: 1 — в исходном состоянии (после 8ЕСАР), 2 — после отжига при 573 К. Кривая 3 — напряжение трения  $\sigma_0(T)$  в (1).  $\sigma_\mu$  — компонента напряжения в (3) (см. текст).

Зависимости на рис. 4 типичны для термически активированного движения дислокаций, когда приложенное напряжение удобно представить в виде

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_\mu, \quad (3)$$

где  $\sigma^*$  — эффективное (термическое), а  $\sigma_\mu$  — внутреннее напряжение (атермическое, если пренебречь зависимостью модуля сдвига  $\mu(T)$ ). Разделение напряжений в (3) и анализ зависимостей КНС  $\tau^* = \sigma^*/M$  от температуры и скорости деформации часто позволяет установить механизм, контролирующей скорость пластической деформации, которая определяется термофлуктуационным уравнением

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\{-H(\tau^*)/kT\}, \quad (4)$$

где  $\dot{\epsilon}_0$  зависит от частоты попыток преодоления барьера и не зависит от напряжения и температуры,  $k$  — константа Больцмана,  $H(\tau^*)$  — эффективная энергия (энтальпия) активации, которая определяется силовым законом взаимодействия дислокации с центром закрепления и статистикой распределения этих центров вдоль дислокации. В большинстве физически обоснованных случаев зависимость  $H(\tau^*)$  аппроксимируется выражением [26]

$$H(\tau^*) = H_0 \left[ 1 - (\tau^*/\tau_c)^p \right]^q, \quad (5)$$

где  $H_0$  — энергия активации при  $\tau^* = 0$ ,  $\tau_c$  — пороговое напряжение безактивационного движения дислокаций (при  $T = 0$  К),  $p$  и  $q$  — численные параметры, которые зависят от формы барьера и статистики распределения барьеров вдоль дислокации и изменяются в интервалах  $0 \leq p \leq 1, 1 \leq q \leq 2$ .

Из (4) и (5) следует

$$\tau^* = \tau_c \left[ 1 - (T/T_0)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (6)$$

$$\left( \partial \tau^* / \partial \ln \dot{\epsilon} \right)_T = \tau_c (pqA)^{-1} (T/T_0)^{1/q} \left[ 1 - (T/T_0)^{1/q} \right]^{(1-p)/p}, \quad (7)$$

где  $A = \ln(\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)$ ,  $T_0 = H_0/kA$ .

Задача анализа сводится к определению оптимальных значений  $T_0$ ,  $\tau_c$ ,  $p$ ,  $q$ , при которых соотношения (6) и (7) описывают данные эксперимента.

Для решения такой задачи при деформации растяжением требуется высокая идентичность образцов и значительный массив данных эксперимента. В случае микроструктурированных поликристаллов AZ31, вырезанных даже из одной объемной заготовки, деформированной путем равноканального углового прессования, оба эти требования трудновыполнимы. Кроме того, при комнатной температуре и выше в поликристаллах магниевых сплавов активируются поперечное скольжение винтовых дислокаций [27], небазисные моды скольжения у границ зерен и двойникование [23]. Каждый из этих механизмов имеет свою энергию активации, что затрудняет определение параметров  $T_0$ ,  $\sigma_\mu$  и выбор механизма, контролирующего скорость пластической деформации. По этим причинам дальнейшая процедура анализа включает в себя ряд упрощающих предположений.

Начнем с анализа рассчитанной зависимости  $\sigma_0(T)$  (кривая 3 на рис. 4), которая характеризует напряжение в монокристалле AZ31 и которую можно сравнить с литературными данными в изученном интервале температур.

Для этого воспользуемся равенством  $\tau_0 = m\sigma_0$  [24] и примем для текстуры с компонентой  $\beta = 62^\circ$  среднее значение фактора Шмида  $m = 0,37$ , рассчитанное в [4] для близкой базисной ориентации  $\beta = 67,5^\circ$ . КНС в плоскости скольжения представим в виде суммы  $\tau_0 = \tau_0^* + \tau_{0\mu}$ , где слагаемые имеют тот же смысл, что и в (3).

Согласно [10, 28], при базисном скольжении в монокристалле AZ31 вблизи комнатной температуры  $\tau_0^* \approx 0$ , поэтому  $\tau_0 \approx \tau_{0\mu}$ , которое можно представить в виде суммы

$$\tau_{0\mu} = \tau_{\mu Mg} + \left[ (\tau_{\mu s})^2 + (\alpha \mu b \rho^{1/2})^2 \right]^{1/2}, \quad (8)$$

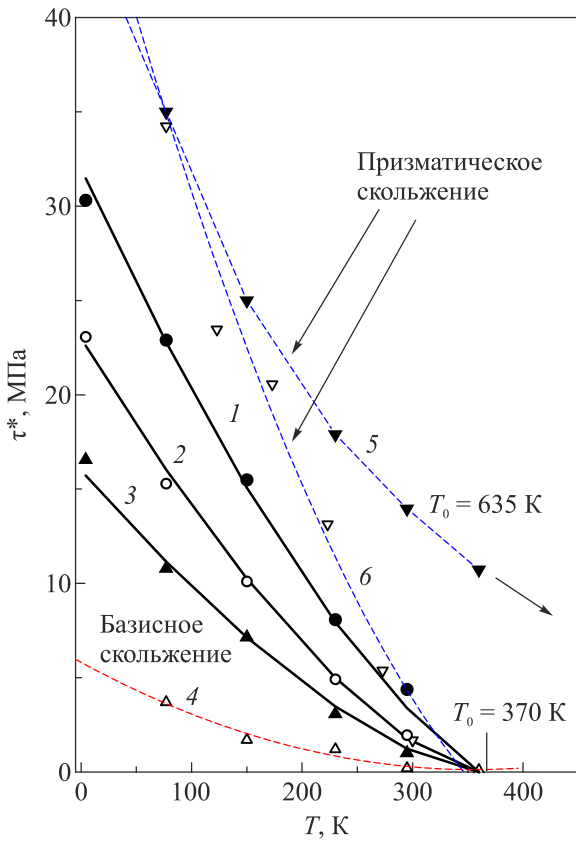


Рис. 5. Зависимости эффективного напряжения от температуры. Символы соответствуют данным эксперимента на рис. 4, сплошные линии — аппроксимация соотношением (6) при  $p = 2/3$ ;  $q = 1$ ;  $T_0 = 370$  К: 1 — исходный и 2 — отожженный образцы AZ31; 3 — параметр  $\tau_0^*$ ; 4 — зависимость для базисного скольжения в монокристалле Mg–Zn [31]; 5 — результаты моделирования призматического скольжения в монокристалле AZ31 [28]; 6 — результаты расчета для призматического скольжения в монокристалле AZ31 по данным [16] для поликристалла (см. текст).

где  $\tau_{\text{Mg}}$  — напряжение для базисного скольжения в монокристалле Mg,  $\tau_{\text{ms}}$  — напряжение взаимодействия дислокаций с примесью. Произведение  $\alpha \mu b \rho^{1/2}$  определяет напряжение взаимодействия между дислокациями, где  $\alpha$  — константа взаимодействия,  $\mu$  — модуль сдвига,  $b$  — длина вектора Бюргерса,  $\rho$  — плотность дислокаций. При комнатной температуре  $\tau_{\text{Mg}} \approx 0,5$  МПа [29],  $\tau_{\text{ms}} \approx 3,2$  МПа для базисного скольжения в монокристалле AZ31 [28]. Принимая  $\alpha = 0,5$  (среднее значение константы взаимодействия дислокаций),  $\mu = 17$  ГПа для сплава AZ31 [30],  $b = 3,2 \cdot 10^{-10}$  м,  $\rho \approx 10^{13}$  м<sup>-2</sup> (среднее значение для наших образцов), получим  $\tau_{0\mu} \approx 9,2$  МПа. Значению  $m = 0,37$  соответствуют  $\sigma_{0\mu} = 24,9$  МПа и  $\sigma_0^* = 7,5$  МПа в соотношении (3), которые в сумме дают значение  $\sigma_0 = 32,4$  МПа, наблюдаемое в эксперименте при 295 К (рис. 4). Экстраполируя  $\sigma_0(T)$  в область  $T > 295$  К, получаем, что условие  $\sigma_0^* = 0$  выполняется при температуре  $T_0 \approx 370$  К (см. рис. 4).

С учетом подобия кривых 1, 2, 3 на рис. 4, температуру  $T_0$  будем считать для всех зависимостей одинаковой. Это предположение подразумевает, что примесные атомы и дислокации леса образуют локальные препятствия одинаковой прочности, а их концентрация определяет наклон зависимостей 1, 2, 3.

Пользуясь графическими оценками (см. пунктирные линии на рис. 4), построим температурные зависимости эффективного напряжения  $\tau_0^*(T)$  и  $\tau_{0,2}^*(T)$ , которые соответствуют данным эксперимента. Результаты расчетов в рамках сделанных предположений представлены на рис. 5.

Анализ показал, что данные эксперимента (символы на рис. 5) можно аппроксимировать кривыми 1, 2, 3, соответствующими выражению (6), при  $T_0 = 370$  К,  $p = 2/3$ ,  $q = 1$ , а пороговые напряжения  $\tau_{c0,2}$  и  $\tau_{c0}$  составляют  $\sim 32, 23$  и  $17$  МПа для зависимостей 1, 2, 3 соответственно. Разница  $\tau_{c0,2}$  для исходных (кривая 1) и отожженных (кривая 2) образцов отражает уменьшение наклона температурной зависимости 2 вследствие уменьшения плотности дислокаций леса после отжига.

### 3.4. Активационный объем

Процедура анализа предполагает, что соотношение (7) при приведенных выше значениях параметров должно описывать зависимости  $\Delta \tau^* / \Delta \ln \dot{\epsilon}$  от  $T$ , полученные в эксперименте при той же деформации, что и предел текучести. В условиях ограниченной пластичности сплава AZ31 при низких температурах предпочтительным для эксперимента является метод релаксации напряжения, однако и он в рассмотренном случае не обеспечивает необходимую достоверность. При деформациях  $\epsilon > 0,002$  (вблизи предела текучести) кинетика релаксации сильно зависит от  $\epsilon$ , а уже при  $\epsilon \approx 0,01$  в отожженных образцах активируется двойникование, усложняющее трактовку результатов измерений. По этой причине данные о релаксации напряжения анализировались при  $\epsilon \approx 0,005$ .

Кривые релаксации  $\Delta \sigma(t)$  за время  $t = 100$  с аппроксимировали логарифмическим законом  $\Delta \sigma(t) = \alpha^* \ln(\beta t + 1)$ , определяли параметр  $\alpha^* = kT/V$  с учетом упрочнения и рассчитывали активационный объем пластической деформации  $V = MkT \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma$  [21]. Значения  $V$  при температурах 295, 230, 150 и 77 К представлены символами на рис. 6.

При температурах 77 и 295 К значения  $V$  для исходных образцов составляют  $\sim 70b^3$  и  $\sim 130b^3$ , а для отожженных  $\sim 150b^3$  и  $\sim 240b^3$  соответственно. Во всех случаях  $V$  тем больше, чем выше  $T$  (чем меньше эффективное напряжение). При всех температурах величина  $V$  для отожженного образца больше, чем для исходного, из-за меньшей плотности дислокаций, в том числе дислокаций леса после отжига. Данные эксперимента удовлетворительно описываются кривыми 1 и 2 на рис. 6, представляющими соотношение

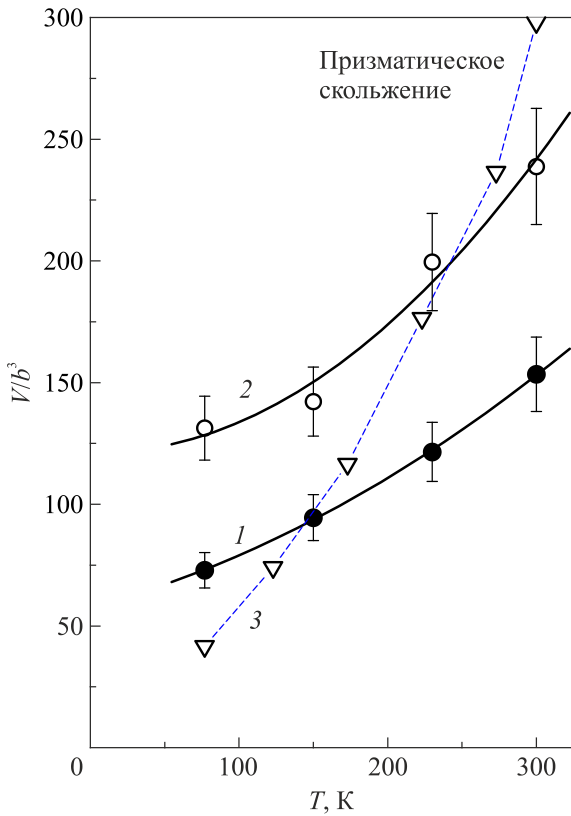


Рис. 6. Активационный объем  $V/b^3$  в зависимости от температуры  $T$ . Данные эксперимента (символы) и аппроксимация соотношением (9) (сплошные линии) для: 1 — исходных, 2 — отожженных образцов AZ31. Пунктир 3 — данные для призматического скольжения в монокристалле AZ31, рассчитанные по данным в [16] для поликристалла (см. текст).

$$V/b^3 = (2H_0/3b^3\tau_c) (1-T/T_0)^{-1/2}, \quad (9)$$

полученное из (7) при  $p = 2/3$ ,  $q = 1$ , где  $T_0 = 370$  К и  $\tau_c = 32$  и  $23$  МПа для исходных и отожженных образцов соответственно.

Согласно (6) и (9), данные эксперимента в координатах  $V\tau^*-T$  позволяют графически оценить энергетический параметр  $H_0$ . Как видно на рис. 7, для исходного и отожженного образцов оценка дает примерно одинаковые значения  $H_0 \sim (0,73 \pm 0,05)$  эВ.

Сравним результаты эксперимента и его анализа в настоящей работе (рис. 4–7) с литературными данными в изученном интервале температур для случаев базисного и призматического скольжения в монокристаллах Mg и его сплавов.

Согласно [29], при базисном скольжении в монокристалле Mg с плотностью дислокаций роста  $10^{12} \text{ м}^{-2}$  скорость пластической деформации ниже  $T_0 \approx 330$  К контролируется механизмом пересечения дислокаций леса. Энергия активации этого механизма может быть связана с образованием ступенек ( $\sim 0,72$  эВ в [29]) или с дополнительным трением при движении базисных

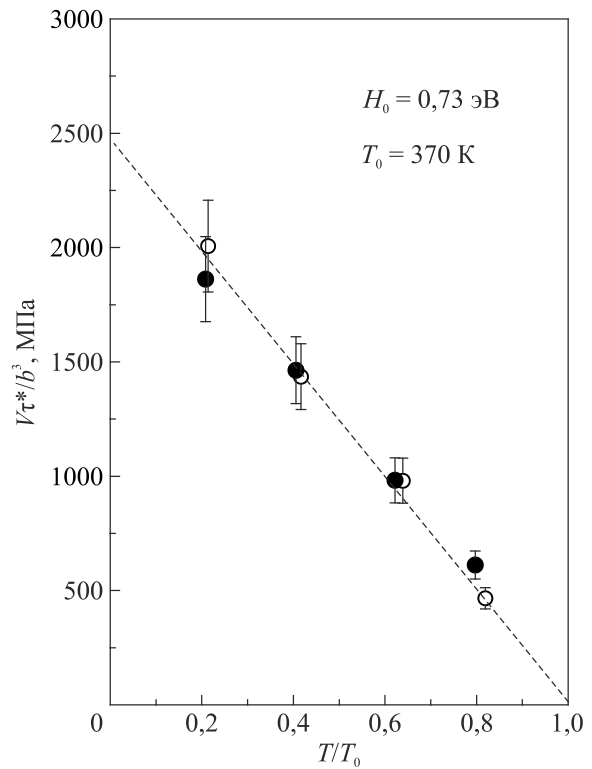


Рис. 7. Оценка энергетического параметра  $H_0$ . Исходные (●) и отожженные (○) образцы.

дислокаций со ступеньками ( $\sim 0,74$  эВ в [21]). В работе [31] было показано, что при базисном скольжении в монокристаллах Mg–Zn и Mg–Al контролирующий механизм зависит от соотношения концентрации примесей и плотности дислокаций. Уже при концентрациях выше 0,2 ат. % и плотности дислокаций роста  $3 \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$  скорость пластической деформации определяется откреплением базисных дислокаций от одиночных атомов примеси замещения. Зависимость эффективного напряжения от температуры, полученная в [31] для примесного механизма при базисном скольжении дислокаций в Mg–0,45 ат. % Zn, представлена на рис. 5, кривая 4.

Согласно [31], в случае призматического скольжения в магнии и его сплавах скорость пластической деформации контролируется термофлуктуационным движением дислокаций в рельефе Пайерлса. Путем моделирования этого механизма в [28] рассчитаны температурные зависимости КНС и пороговая температура термоактивации  $T_0 \approx 635$  К для случая призматического скольжения в монокристалле AZ31, которые согласуются с данными эксперимента в [31] при общей концентрации примесей  $\sim 3,1$  ат. %. По результатам моделирования (рис. 6(a) в ссылке [28]) на рис. 5 построена зависимость  $\tau^*(T)$  (кривая 5) для призматического скольжения в монокристалле AZ31.

В работе [16] при температурах 77–300 К изучены температурные зависимости предела текучести и активационного объема в поликристаллах AZ31 с  $d = 10$  мкм



и текстурой прокатки, благоприятной для призматического скольжения. Уменьшение наклона зависимости  $\sigma_{0,2}(T)$  и малый активационный объем ( $V \approx 24b^3$ ) при  $T < 176$  К авторы объяснили переходом от пересечения леса к решеточному трению в качестве контролирующего механизма ниже 176 К. Согласно сделанным оценкам, энергия активации механизмов пересечения и трения составляет  $\sim 1,6$  и  $\sim 0,2$  эВ соответственно. Важно отметить, что, во-первых, величина  $V$  в [16] рассчитывалась при факторе Тейлора  $M = \sqrt{3}$ , принятом *априори* для текстуры прокатки, во-вторых, скоростная чувствительность напряжения определялась как разность напряжений течения для разных образцов, что предполагает их высокую идентичность. Используя данные в [16], мы рассчитали зависимость  $\tau_{0,2}^*(T)$  для призматического скольжения в монокристалле AZ31, приняв КНС = 50 МПа при 300 К [28],  $T_0 = 370$  К для температуры активации механизма пересечения леса. Результат расчета иллюстрирует кривая б на рис. 5. Видно, что при высоких температурах результаты расчета для призматического скольжения в монокристалле AZ31 (рис. 5, кривая б) подобны экспериментальным зависимостям (рис. 5, кривые 1 и 2), отличаясь от них большим наклоном. При низких температурах ( $T < 150$  К) расчетная зависимость (рис. 5, кривая б) стремится к зависимости, отражающей результат моделирования механизма Пайерлса в [28] (рис. 5, кривая 5), если для фактора Тейлора принять значение  $M = 3$ . При этом условии рассчитанная зависимость  $V(T)$  из [16] также имеет большой наклон (см. кривая 3 на рис. 7) по сравнению с данными настоящей работы (рис. 7, кривые 1 и 2). Стремление зависимости  $\tau_{0,2}^*(T)$  к расчетной для призматического скольжения (рис. 5, кривая 5) для механизма Пайерлса и низкие значения  $V$  при  $T < 150$  К не противоречат предложенной в [16] гипотезе о доминирующей роли решеточного трения, однако для ее подтверждения требуются дополнительные исследования скоростной чувствительности напряжения дифференциальными методами с учетом деформационного упрочнения.

Проведенный анализ температурных зависимостей предела текучести и активационного объема пластической деформации микроструктуры сплава AZ31 показал, что в интервале температур 4,2–295 К предел текучести исходных (после 8ЕСАР) и отожженных образцов определяется термофлуктуационным движением преимущественно базисных дислокаций. Эмпирические параметры этого движения соответствуют механизму взаимодействия дислокаций с локальными препятствиями в виде примесных атомов и дислокаций леса. В результате отжига исходной микроструктуры плотность локальных препятствий (дислокаций) уменьшается, однако доминирующий механизм не изменяется.

#### 4. Заключение

Изучены особенности пластической деформации микроструктуры магниевого сплава AZ31 в интервале температур 4,2–295 К. Образцы в двух структурных состояниях, исходном (после восьми проходов равноканального углового прессования) и отожженном (после изотермического отжига при 573 К), деформировались растяжением с постоянной скоростью. Эксперименты показали, что с понижением температуры условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  и коэффициент деформационного упрочнения  $\theta$  изученных образцов увеличиваются, а их пластичность уменьшается. В изученном интервале температур зависимости  $\theta$  от деформации  $\epsilon$  являются монотонно убывающими для исходных образцов и немонотонными для отожженных. Это объясняется ростом активности двойникования растяжения с увеличением среднего размера зерна в результате отжига.

При температуре 295 К параметры соотношения Холла–Петча для предела текучести соответствуют случаю активного базисного скольжения дислокаций, что объясняется смешанной текстурой сплава AZ31, которая формируется после восьми проходов ЕСАР и радикально не изменяется при отжиге.

Предел текучести микроструктуры сплава AZ31 со смешанной текстурой определяется термофлуктуационным движением преимущественно базисных дислокаций. Эмпирические параметры этого движения в интервале температур 4,2–295 К, полученные из анализа температурных зависимостей предела текучести и активационного объема, соответствуют механизму взаимодействия дислокаций с локальными препятствиями в виде примесных атомов и дислокаций леса.

1. T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe, and K. Higashi, *Scripta Mater.* **45**, 89 (2001).
2. S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lilo, and D. W. Brown, *Scripta Mater.* **50**, 377 (2004).
3. J. A. del Valle, F. Carreño, and O. A. Ruano, *Acta Mater.* **54**, 4247 (2006).
4. H. Wang, P. D. Wu, and M. A. Gharghoury, *Mater. Science Eng. A* **527**, 3588 (2010).
5. M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer, and D. Atwell, *Acta Mater.* **52**, 5093 (2004).
6. J. Li, W. Xu, X. Wu, H. Ding, and K. Xia, *Mater. Science Eng. A* **528**, 5993 (2011).
7. P. Dobron, F. Chmelik, S. Yi, K. Parfenenko, D. Letzig, and J. Bohlen, *Scripta Mater.* **65**, 424 (2011).
8. H. Fan, S. Aubry, A. Arsenlis, and J. A. El-Awady, *Scripta Mater.* **112**, 50 (2016).
9. H.-K. Kim, *Mater. Science Eng. A* **515**, 66 (2000).
10. W. Yuan, S. K. Panigrahi, J.-Q. Su, and R. S. Mishra, *Scripta Mater.* **65**, 994 (2011).
11. Y. Wang and H. Choo, *Acta Mater.* **81**, 83 (2014).
12. H. Dieringa, *Metals* **7**, 38 (2017).

13. X. D. Jiao, L. F. Li, H. J. Liu, and K. Yang, *AIP Confer. Proc.* **824**, 69 (2006).
14. Y. Jiang, D. Chen, Z. Chen, and J. Liu, *Mater. Manufactur. Proc.* **25**, 837 (2010).
15. Ю. З. Эстрин, П. А. Забродин, И. С. Брауде, Т. В. Григорова, Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **36**, 1363 (2010) [*Low Temp. Phys.* **36**, 1100 (2010)].
16. H. Wang, Sh. Dong, and G. Lv, *Mater. Design* **92**, 143 (2016).
17. N. V. Isaev, S. E. Shumilin, P. A. Zabrodin, M. Janeček, and J. Stráská, *Acta Phys. Polonica A* **134**, 662 (2018).
18. Н. В. Исаев, П. А. Забродин, С. С. Полищук, *ФНТ* **45**, 1328 (2019) [*Low Temp. Phys.* **45**, 1131 (2019)].
19. M. Janecek, S. Yi, R. Kral, J. Vratna, and K. U. Kainer, *J. Mater. Sci.* **45**, 4665 (2010).
20. J. Stráská, M. Janeček, J. Čížek, J. Stráský, and B. Hadzima, *Mater. Character.* **90**, 69 (2014).
21. P. Feltam, *Phys. Status Solidi* **3**, 1340 (1963).
22. M. R. Barnett, *Mater. Science Eng. A* **464**, 1 (2007).
23. J. Koike, *Metal. Mater. Trans. A* **36**, 1689 (2005).
24. R. W. Armstrong, *Acta Met.* **16**, 347(1968).
25. H. Yu, C. Li, Y. Xin, A. Chapuis, X. Huang, and Q. Liu, *Acta Mater.* **128**, 313 (2017).
26. U. F. Kocks, A. S. Argon, and M. E. Ashby, *Progr. Mater. Sci.* **19**, 1 (1975).
27. Z. Troyanova and P. Lukac, *Int. Mat. Res.* **100**, 3 (2009).
28. B. Raeisinia, S. A. Agnew, and A. Akhtar, *Metal. Mater. Trans. A* **42**, 1418 (2011).
29. H. Conrad, R. Armstrong, H. Wiedersich, and G. Schoek, *Philos. Mag.* **6**, 177 (1961).
30. H. Watanabe, T. Mukai, M. Sugioka, and K. Ishikawa, *Scripta Mater.* **51**, 291 (2004).
31. A. Akhtar and E. Teghtsoonian, *Acta Metallurg.* **17**, 1339 (1969).

## Пластична деформація мікрзернистого магнієвого сплаву AZ31 при низьких температурах

М. В. Ісаєв, П. А. Забродін

Вивчено особливості пластичної деформації мікрзернистого магнієвого сплаву AZ31 при розтягненні в інтервалі температур 4,2–295 К. Зразки деформувалися у двох структурних станах: вихідному (після восьми проходів рівноканального кутового пресування 8ECAP) та відпаленому (після ізотермічного відпалу при 573 К). В обох випадках при зниженні температури спостерігалися зростання межі плинності, коефіцієнта деформаційного зміцнення, а також зменшення пластичності. Коефіцієнт зміцнення відпаленого зразка з деформацією змі-

нювався немонотонно на відміну від вихідного, що пояснюється підвищенням активності двійникування внаслідок збільшення розміру зерна при відпалі. Низькі значення параметрів Холла–Петча для межі плинності при кімнатній температурі вказують на високу активність базисного ковзання дислокацій, обумовленого змішаною текстурою, яка формується після восьми проходів рівноканального кутового пресування та радикально не змінюється при відпалі. Межа плинності вивчених полікристалів визначається термофлуктуаційним рухом переважно базисних дислокацій. Емпіричні параметри цього руху в інтервалі температур 4,2–295 К, які отримані з аналізу температурних залежностей межі плинності й активаційного об'єму, відповідають механізму взаємодії дислокацій з локальними перешкодами у вигляді домішкових атомів та дислокацій лісу.

Ключові слова: магнієвий сплав, рівноканальне кутове пресування, деформаційне зміцнення при розтягненні, активаційний об'єм.

## Plastic deformation of micrograined magnesium alloy AZ31 at low temperatures

N. V. Isaev and P. A. Zabrodin

The features of the plastic deformation of a micrograined magnesium alloy AZ31 under tension in the temperature range 4.2–295 K were studied. The samples were deformed in two structural states: the initial state after eight passes of equal channel angular pressing (eight passes of equal channel angular pressing and annealed (after isothermal annealing at 573 K). In both cases, with decreasing temperature, an increase in the yield strength, strain hardening coefficient, and a decrease in ductility were observed. The dependence of the hardening coefficient of the deformation is nonmonotonic compared to the initial one, which is explained by an increase in twinning activity due to an increase in grain size upon annealing. The low Hall–Petch parameters for the yield strength at room temperature indicate a high activity of the basal slip of the dislocations, due to the mixed texture that forms after 8ECAP and does not radically change upon annealing. The yield strength of the studied polycrystals is determined by the thermofluctuation motion of mainly basal dislocations. The empirical parameters of this motion in the temperature range 4.2–295 K, obtained from the analysis of the temperature dependences of the yield strength and activation volume, correspond to the mechanism of interaction of dislocations with local obstacles formed by impurity atoms and forest dislocations.

Keywords: magnesium alloy, equal-channel angular pressing, strain hardening rate, activation volume.