

Низкотемпературная пластическая деформация ультрамелкозернистого алюминия

Ю.З. Эстрин

*ARC Centre of Excellence for Design in Light Metals, Department of Materials Engineering, Monash University,
and CSIRO Division of Materials Science and Engineering, Clayton, Vic., Australia*

Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко,
С.Э. Шумилин, И.С. Брауде

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

С.В. Малыхин, М.В. Решетняк

*Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»
ул. Фрунзе, 21, г. Харьков, 61002, Украина*

М. Янечек

Department of Metal Physics, Charles University, Ke Karlovu 5, CZ-12116 Praha 2, Czech Republic

Статья поступила в редакцию 21 марта 2008 г., после переработки 14 апреля 2008 г.

Микроструктура и механические свойства ультрамелкозернистого (УМЗ) Al технической чистоты, полученного методом равноканального углового прессования (РКУП), изучены в интервале температур 4,2–295 К. Методами трансмиссионной электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии показано, что с ростом числа проходов средний размер зерна уменьшается, его форма стремится к равноосной, изменяются плотность дислокаций внутри зерна и характер межзеренных границ. Увеличение области когерентного рассеяния и уменьшение уровня микродеформаций указывают на уменьшение в результате прессования общей плотности несовершенств кристаллического строения внутри зерен. По мере понижения температуры предел текучести, пластичность и скорость деформационного упрочнения УМЗ и крупнозернистых поликристаллов существенно увеличиваются. При температуре 4,2 К деформация УМЗ поликристаллов становится нестабильной (скачкообразной). Изучены температурные зависимости предела текучести $\sigma_y(T)$ УМЗ и крупнозернистых поликристаллов, которые имеют вид, характерный для термоактивированного открепления дислокаций от короткодействующих потенциальных барьеров. Отличия, наблюдаемые на зависимостях $\sigma_y(T)$ в случае УМЗ поликристаллов, объясняются изменением природы таких барьеров и механизма их преодоления скользящими дислокациями. Получены зависимости предела текучести σ_y и коэффициента деформационного упрочнения θ от размера зерна d . Установлено, что в интервале температур 4,2–295 К зависимость $\sigma_y(d)$ описывается соотношением Холла–Петча. Коэффициент Холла–Петча возрастает с понижением температуры. При 295 и 77 К зависимость $\theta(d)$ — монотонно убывающая, однако при 4,2 К коэффициент θ не зависит от d . Экспериментальные данные обсуждаются в рамках существующих представлений о влиянии микроструктуры, создаваемой РКУП, на эволюцию плотности дислокаций при последующей деформации.

Мікроструктура й механічні властивості ультрадрібнозернистого (УДЗ) Al технічної чистоти, отриманого методом рівноканального кутового пресування (РККП), вивчені в інтервалі температур 4,2–295 К. Методами трансмісійної електронної мікроскопії та рентгенівської дифрактометрії показано, що з ростом числа проходів середній розмір зерна зменшується, його форма прагне до рівноосної, змінюються густина дислокацій усередині зерна й характер міжзерених границь. Збільшення області

когерентного розсіювання й зменшення рівня мікрдеформацій указують на зменшення в результаті пресування загальної щільності недосконалостей кристалічної будови усередині зерен. В міру зниження температури границя плинності, пластичність і швидкість деформаційного зміцнення УДЗ і крупнозернистих полікристалів істотно збільшуються. При температурі 4,2 К деформація УДЗ полікристалів стає нестабільною (стрибкоподібною). Вивчено температурні залежності границі плинності $\sigma_y(T)$ УДЗ і крупнозернистих полікристалів, які мають вигляд, характерний для термоактивційного відкріплення дислокацій від короткодюючих потенційних бар'єрів. Відмінності, що спостерігаються на залежностях $\sigma_y(T)$ у випадку УДЗ полікристалів, пояснюються зміною природи таких бар'єрів та механізму їхнього подолання ковзними дислокаціями. Отримано залежності границі плинності σ_y і коефіцієнта деформаційного зміцнення θ від розміру зерна d . Встановлено, що в інтервалі температур 4,2–295 К залежність $\sigma_y(d)$ описується співвідношенням Хола–Петча. Коефіцієнт Хола–Петча зростає зі зниженням температури. При 295 та 77 К залежність $\theta(d)$ монотонно зменшується, однак при 4,2 К коефіцієнт θ не залежить від d . Експериментальні дані обговорюються в рамках існуючих уяв про вплив мікроструктури, яку створює РККП, на еволюцію густини дислокацій при наступній деформації.

PACS: 62.20.F– Деформация и пластичность;
62.20.–x Механические свойства твердых тел.

Ключевые слова: пластичность, низкие температуры, алюминий, равноканальное угловое прессование.

1. Введение

Поликристаллические материалы с ультрамелкозернистой (УМЗ) микроструктурой обладают спектром полезных для технологии свойств, обусловленных свойствами границ зерен как барьеров, источников и стоков для дислокаций [1–3]. Важнейшее из этих свойств — высокая прочность по сравнению с обычными крупнозернистыми поликристаллами. В то же время при умеренно низких температурах (вблизи комнатной температуры) УМЗ материалы менее пластичны и не склонны к деформационному упрочнению, проявляя механическую нестабильность (развитие шейки) уже вблизи предела текучести. Эти и другие особенности механического поведения УМЗ поликристаллов стимулировали активные исследования физических механизмов пластической деформации, в первую очередь, чистых металлов, результаты которых обсуждаются в обзорах [4,5]. Актуальным для решения этой задачи является расширение спектра исследуемых материалов, а также интервала температур и скоростей деформации.

Развитие методов интенсивной пластической деформации, прежде всего методов равноканального углового прессования (РКУП) [6], в последнее время позволило активизировать исследования механических свойств УМЗ алюминия. Повышенный интерес к алюминию определяется тем, что он составляет основу класса материалов для авиационных, космических и криогенных технологий. Однако до настоящего времени механические свойства УМЗ алюминия ниже комнатной температуры остаются малоизученными, а проведенные исследования ограничиваются температурой кипения жидкого азота. Показано, что при

охлаждении мелкозернистых поликристаллов Al до 77 К их прочность, величина однородной деформации и скорость деформационного упрочнения увеличиваются по сравнению с этими характеристиками при комнатной температуре [7–10]. При температурах деформации 295–77 К зависимость прочности алюминия от размера зерна подчиняется соотношению Холла–Петча [11] в диапазоне размеров от 80–500 [9] до 0,35–45 мкм [10]. Вместе с тем полученные данные о зависимости коэффициента Холла–Петча от степени деформации и температуры весьма противоречивы, поскольку механические свойства при растяжении определяются не только размерами зерен, но и конкретной природой их границ [1,12]. Исследования прочности и пластичности УМЗ алюминия при температурах ниже 77 К авторам неизвестны.

Помимо прикладного значения, алюминий, будучи сверхпроводником, является важным объектом для изучения физических механизмов низкотемпературной пластической деформации, определяющих ряд ее особенностей, обнаруженных ранее у моно- и поликристаллов с обычным размером зерна [13,14]. В связи с этим изучение механических свойств УМЗ алюминия и их сравнение со свойствами крупнозернистых поликристаллов при низких и сверхнизких температурах представляет интерес для более глубокого понимания природы низкотемпературной пластичности.

2. Методика эксперимента

Эксперименты проводились на алюминии технической чистоты 99,5%. Ультрамелкозернистые образцы приготавливались путем РКУП при комнатной температуре после 1, 4 и 8 проходов по маршруту B_c с

поворотом на 90° вокруг продольной оси (далее образцы обозначены символами В1, В4, В8 соответственно). Исходные заготовки для РКУП имели размеры $30 \times 10 \times 10$ мм. После РКУП и естественного старения в течение 10–15 недель из заготовок механическим фрезерованием и электроискровой резкой получали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. После травления и механической полировки размеры рабочей части образца составляли $10 \times 3,1 \times 0,9$ мм.

Для сравнения исследовались крупнозернистые поликристаллы алюминия (средний размер зерна 50 мкм) той же чистоты и формы, вырезанные из проката и отожженные при 450 К в течение 2 ч (далее обозначены буквой А).

Структура образцов в зависимости от числа проходов РКУП изучалась методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской дифрактометрии (XRD).

Исследования структуры методом ТЕМ проводили с помощью электронного микроскопа Philips CM200 при напряжении 200 кВ. Образцы для ТЕМ вырезались из однородно деформированной средней части сечения заготовки, перпендикулярного направлению РКУП. После механической обработки образцы подвергались двухсторонней струйной электролитической полировке с помощью установки Tenipol-5 в 50% водном растворе H_3PO_4 при $10^\circ C$.

Структурный анализ образцов производили методом дифракции рентгеновских лучей (XRD) в фильтрованном $Cu-K\alpha$ излучении с последующим компьютерным сбором и обработкой информации. Параметры структуры оценивали путем анализа интенсивности, формы профилей и ширины дифракционных отражений в соответствии с [15]. Определение размеров областей когерентного рассеяния L и уровня средних микродеформаций ϵ выполняли методом аппроксимации по уширению дифракционных максимумов. Графики Холла строили для двух порядков отражения от плоскостей типа $(h00)$ и $(hh0)$ с использованием квадратичной функции Коши для описания формы профиля дифракционной линии. Инструментальное уширение учитывали путем съемки тонкого алмазного порошка.

Образцы деформировали растяжением с начальной скоростью 10^{-4} с^{-1} в интервале температур 4,2–295 К. Техника деформирования и термостатирования с использованием деформационной установки с ^4He -криостатом описана в работе [16]. При температурах жидкого гелия (4,2 К), жидкого азота (77 К) и комнатной (295 К) регистрировали нагрузку на образце и продолжительность растяжения, затем рассчитывали диаграммы растяжения в координатах «истинное напряжение σ — истинная деформация ϵ ». Определяли

зависимость предела текучести σ_y (по отклонению от закона пропорциональности при $\epsilon = 0,05\%$) и коэффициента деформационного упрочнения $\theta = \partial\sigma/\partial\epsilon$ от размера зерна d и температуры T .

Для построения зависимости $\sigma_y(T)$ использовали средние значения по трем образцам для каждой партии В1, В4, В8 при $T = 4,2; 77$ и 295 К и методику повторного нагружения при промежуточных температурах.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

3.1. Микроструктура РКУП-образцов

3.1.1. Данные ТЕМ

Микроструктура, сформированная в результате РКУП в образцах алюминия В1, В4, В8, представлена на рис. 1. Характеристики микроструктуры указаны в табл. 1. Анализ ТЕМ изображений позволяет выделить ряд особенностей эволюции структуры в зависимости от количества проходов РКУП.

В1 (рис. 1,а): более 90 % площади занимают субзерна, вытянутые вдоль направления РКУП со средним размером $\sim 1,5 \times 1,0$ мкм, слаборазориентированные, с большой плотностью дислокаций и неравновесными границами зерен (субзерен). Редко встречаются равноосные зерна с большой плотностью дислокаций.

В4 (рис. 1,б,в): смешанная структура, состоящая из 1) вытянутых, слаборазориентированных субзерен с большой плотностью дислокаций внутри и неравновесными границами зерен (субзерен); 2) равноосных или слегка вытянутых субзерен (зерен) со средним размером $\sim 1,0$ мкм, низкой плотностью дислокаций и «чистыми» границами зерен (субзерен).

В8 (рис. 1,г): равновесная структура из слегка вытянутых зерен со средним размером ~ 500 нм (также наблюдаются зерна ~ 1 мкм). Практически нет или очень мало дислокаций внутри зерна. Типичный равновесный характер границ зерен, высокая разориентация между отдельными зернами.

Образцы А, полученные путем прокатки и отжига, имели характерную структуру в виде вытянутых зерен (субзерен) со средним размером ~ 50 мкм и малой плотностью дислокаций.

Таким образом, с ростом числа проходов РКУП происходит измельчение зерна, изменение его формы на равноосную, уменьшение плотности дислокаций внутри зерна и изменение характера межзеренных границ.

3.1.2. Данные XRD

При анализе соотношения интенсивностей дифракционных отражений в образце В1 отмечается слабая текстура: часть зерен с кристаллографическим на-

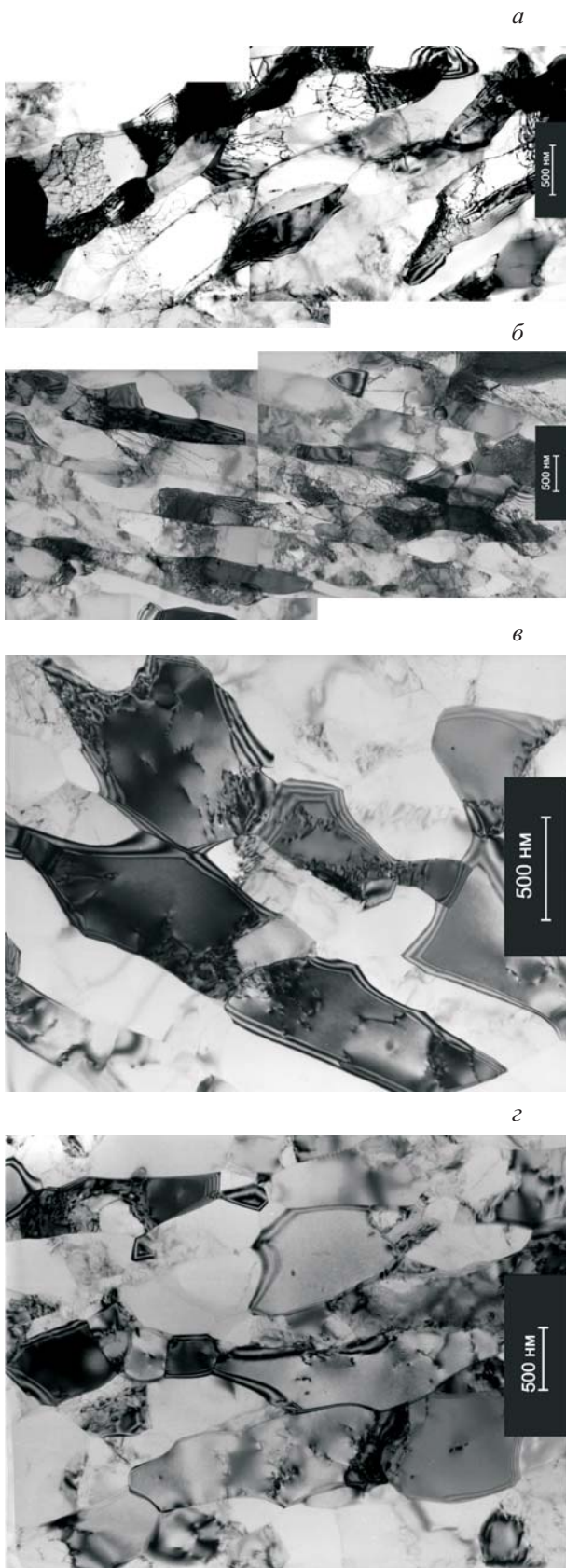


Рис. 1. Микрофотографии структуры алюминия после РКУП: В1 (а), В4 (б,в) и В8 (г).

правлением [110] ориентирована преимущественно по нормали к боковой поверхности образца. В случае В4 текстура ослабевает, в В8 практически исчезает. Одновременно с этим наблюдается существенное (более чем в три раза) увеличение интенсивности отражений с малым значением дифракционного вектора (отражение (111), рис. 2,а), в то время как интенсивности дальних отражений изменяются не более чем на 30%. Такое поведение можно трактовать как подавление эффекта вторичной экстинкции при рассеянии рентгеновских лучей совершенными мозаичными кристаллами с очень крупным зерном. Изменения в дифракционной картине обусловлены дроблением исходных (до прессования) зерен и их разворотом.

Расчитанный по положению отражения (422) период кристаллической решетки для образца В1 ($a_t = 0,40485$ нм) заметно меньше табличного $a_t = 0,40494$ нм. С ростом числа проходов величина a уменьшается, что, согласно [18,19], может объясняться накоплением в структуре вакансий или малых вакансионных комплексов в результате РКУП.

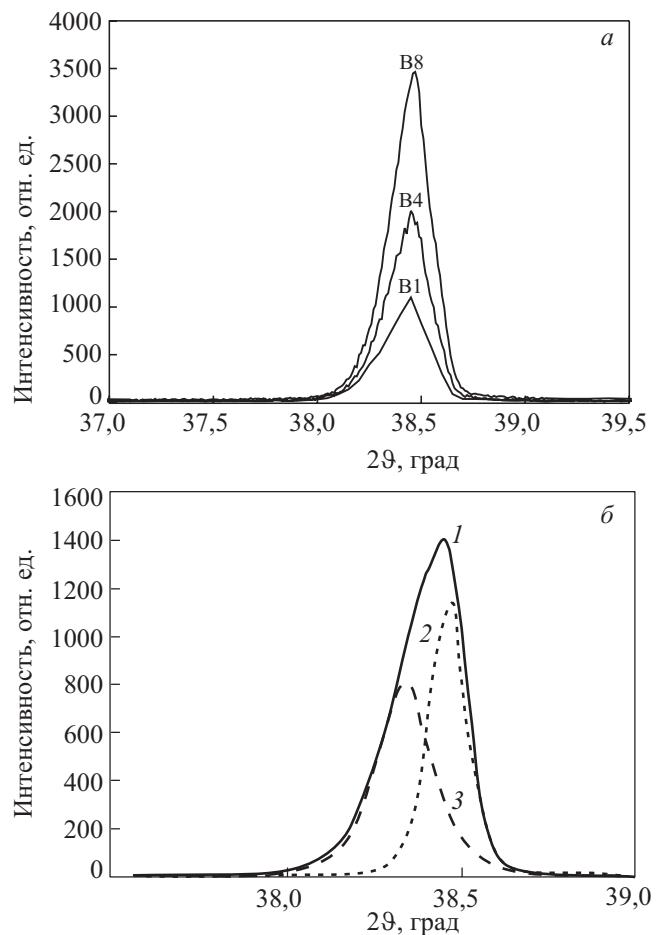


Рис. 2. Интенсивность дифракционного максимума (111) в зависимости от числа проходов РКУП (а). Результат компьютерного разделения суммарного дифракционного профиля (111) (кривая 1) на составляющие 2 и 3 (б).

У первых 5–3 отражений наблюдается асимметрия дифракционной линии, которая ослабляется с увеличением дифракционного вектора и числа проходов. При компьютерном моделировании суммарный профиль разделяется на две составляющие, каждая из которых описывается функцией Коши (рис. 2,б). Своеобразный «дублет», у которого расстояние между линиями меньше полуширины широкой линии, может быть связан с формированием областей с повышенной концентрацией дефектов кристаллического строения в регулярной структуре. Поскольку ослабление отражений с увеличением дифракционного вектора пропорционально $(h^2 + k^2 + l^2)^{3/4}$, такими дефектами, согласно [15], могут служить малые дислокационные петли. С ростом числа проходов РКУП концентрация дислокационных петель малого радиуса уменьшается в результате их раскрытия и выноса дислокаций на границы, что и объясняет ослабление (частичное исчезновение) дополнительных максимумов.

Данные о среднем размере областей когерентного рассеяния и величине средних микродеформаций, полученные в результате обработки графиков Холла, а также оценки плотности дислокаций в стенках кристаллитов ρ_L и плотности случайным образом распределенных дислокаций внутри областей когерентного рассеяния ρ_ϵ приведены в табл. 1.

Таблица 1. Характеристики микроструктуры исследованных образцов

Образец	d , мкм	$10^4 \Delta a/a$	L , мкм	$10^5 \epsilon$	ρ_L , 10^{14} м^{-2}	ρ_ϵ , 10^{12} м^{-2}
B1	~ 1,25	-2	0,135	12,0	1,65	7,0
B4	~ 1,0	—	0,140	5,3	1,53	1,4
B8	~ 0,75	-8	0,150	—	1,33	—
A	~50	—	3,5 [17]	—	—	0,24

Примечание: d — средний размер зерна; a — параметр кристаллической решетки; L — размер области когерентного рассеяния; ϵ — величина микродеформаций; ρ_L — плотность дислокаций в границах кристаллитов; ρ_ϵ — плотность хаотичных дислокаций внутри области когерентного рассеяния.

Из полученных данных можно сделать заключение, что с увеличением числа проходов прессования общая плотность несовершенств кристаллического строения зерен алюминия снижается.

3.2. Пластическая деформация

3.2.1. Кривые растяжения $\sigma(\epsilon)$

Типичные диаграммы растяжения поликристаллов алюминия B1, B4, B8 и A при трех различных температурах, иллюстрирующие последствия РКУП, представлены на рис. 3. Видно, что при всех температурах

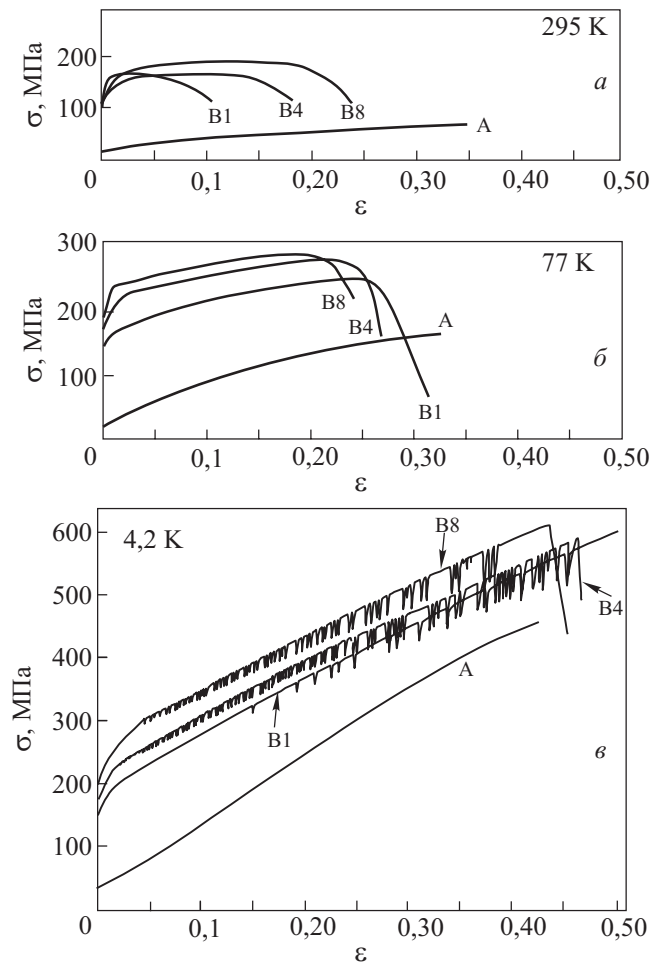


Рис. 3. Кривые растяжения алюминия $\sigma(\epsilon)$ с начальной скоростью деформации 10^{-4} с^{-1} при 295 (а); 77 (б); 4,2 К (в).

предел текучести σ_y УМЗ образцов значительно превышает предел текучести крупнозернистого поликристалла А. После первого прохода РКУП прочность алюминия возрастает сравнительно слабо.

При температурах 295 и 77 К (рис. 3,а,б) для УМЗ образцов характерны низкие величины максимальной деформации ϵ_{max} и коэффициента деформационного упрочнения θ по сравнению с поликристаллом А. Так, в случае В1 при 295 К разупрочнение образца наблюдается сразу после предела текучести, при этом область шейки занимает не более 20% его начальной длины. Это обстоятельство существенно затрудняет оценку относительного удлинения и скорости деформации и требует специальных исследований.

Для всех образцов с понижением температуры в интервале 4,2–77 К предел текучести σ_y , величины ϵ_{max} и θ возрастают. При 4,2 К значения ϵ_{max} и θ для В1, В4, В8 достигают значений, характерных для крупнозернистых поликристаллов А (рис. 3,в). Однако в отличие от А деформация поликристаллов В1, В4, В8 становится нестабильной. Амплитуда и частота скачков напряжения зависят от структуры и степени

деформации: при температуре 4,2 К и фиксированной начальной скорости деформации 10^{-4} с^{-1} поликристалл А деформируется плавно, в случае В1 наблюдаются одиночные скачки напряжения, а в случае В4 и В8 — развитая скачкообразная деформация с амплитудой скачка напряжения до ~ 70 МПа.

Эффект скачкообразной деформации является характерным для целого ряда металлов и сплавов. Однако в поликристаллах алюминия типа А он наблюдался, как правило, при особо низких температурах 0,44–1,6 К [20]. Наличие участков плавной деформации между скачками напряжения типично для алюминия, в отличие, например, от меди, где скачки напряжения разделяются участками чисто упругой деформации [14]. Сравнивая данные для УМЗ поликристаллов меди [21] и результаты настоящей работы, можно сделать вывод, что указанные отличия сохраняются и после РКУП.

Особенность диаграмм $\sigma(\varepsilon)$ РКУП-алюминия в изученном температурном интервале — наличие более протяженного начального (переходного) участка, чем на диаграммах обычного поликристалла, что может быть связано с дополнительной аккомодацией зерен ввиду возрастания соотношения между поверхностью зерен и их объемом.

3.2.2. Зависимость $\sigma_y(T)$

Изменение предела текучести σ_y изученных поликристаллов алюминия в зависимости от температуры деформации T иллюстрирует рис. 4. Предел текучести РКУП-образцов возрастает при понижении температуры в интервале 50–295 К, что соответствует ослаблению влияния тепловых флуктуаций на движение дислокаций. Наклон кривых $\sigma_y(T)$, определяющий температурную чувствительность напряжения, увеличивается с числом проходов РКУП. При температурах ниже 50 К зависимость $\sigma_y(T)$ алюминия ослабевает подобно тому, как это наблюдалось в [7] на других металлах, упрочненных путем РКУП.

Зависимости $\sigma_y(T)$ для В1, В4, В8 и А имеют качественные отличия. В случае А по мере охлаждения величина σ_y не изменяется в интервале 150–295 К и возрастает ниже температуры $T_0 \sim 110$ –150 К. Вид этой зависимости и значение пороговой температуры T_0 типичны для термоактивированной пластичности моно- и поликристаллов алюминия различной чистоты с размером зерна 50–500 мкм [13].

Оценка роли тепловых флуктуаций, способствующих откреплению дислокаций от короткодействующих потенциальных барьеров, позволяет получить представление о дефектах кристаллической решетки, образующих эти барьеры [22]. Для этого приложенное напряжение σ_y удобно представить в виде суммы $\sigma_y(T) = \sigma^*(T) + \sigma_{\text{д}}$, где первое слагаемое обусловлено

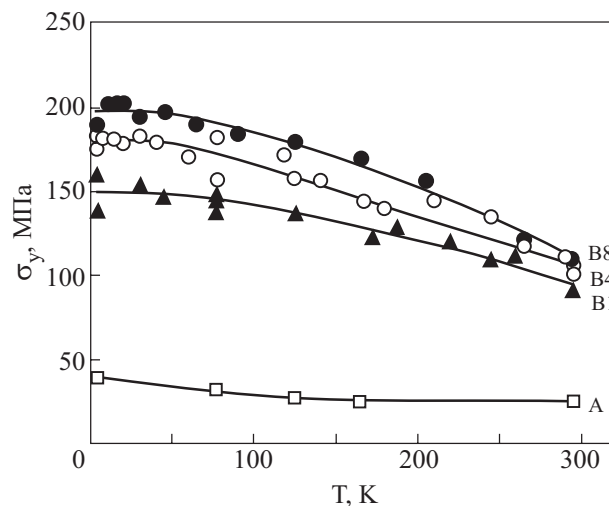


Рис. 4. Температурные зависимости предела текучести σ_y , поликристаллов алюминия.

короткодействующими, а второе — далекодействующими полями внутренних напряжений. При $T > T_0$ величина $\sigma^* = 0$, а граничная температура T_0 определяется энергией взаимодействия подвижных дислокаций с короткодействующими препятствиями [22]: $kT_0 = \alpha H_0$, где k — постоянная Больцмана, константа $\alpha \sim 0,03$ для ГЦК кристаллов, H_0 — энергетический параметр, характерный для конкретного типа преодолеваемого препятствия. В чистых ГЦК металлах основные препятствия такого сорта — дислокации «леса» [23], энергия пересечения которых подвижными дислокациями в алюминии порядка 0,3 эВ [13,24].

Стандартная процедура анализа экспериментальных данных макроскопической деформации [22,25] позволяет рассчитать эмпирические параметры термофлуктуационного движения дислокаций при выполнении ряда условий эксперимента, в частности, исследований в широком интервале температур и высокой идентичности образцов. Однако разброс экспериментальных данных на рис. 4 из-за недостаточной воспроизводимости структуры образцов после РКУП не позволяет провести достоверные расчеты. Учитывая, что для В1, В4, В8 зависимость $\sigma_y(T)$ монотонна ($d\sigma_y/dT < 0$) в интервале температур 4,2–295 К, а в интервале 300–400 К σ_y изменяется очень слабо [24], в качестве граничной температуры можно принять $T_0 \geq 295$ К, что, как минимум, вдвое выше, чем для отожженных образцов А. Согласно [22,25], увеличение T_0 означает, что характерная высота потенциального барьера H_0 (средняя «мощность» препятствия), определяющего скорость термофлуктуационного движения дислокаций в РКУП-поликристаллах, составляет 0,6–0,8 эВ, т.е. выше, чем в случае отожженных образцов А.

Для приведенных на рис. 4 температурных зависимостей для В1, В4, В8 справедлива аппроксимация $d\sigma_y/dT \sim -\alpha T$, где $\alpha \approx 0,6$; 1,1 и 1,6 кПа/К² соответственно, а в случае А величина $\alpha \approx 0,4$ кПа/К². В соответствии с теорией [22,25] наклон $\sigma^*(T)$ зависит от концентрации термоактивируемых барьеров, поэтому увеличение α означает, что в результате деформации путем РКУП возрастает не только «мощность», но и концентрация короткодействующих препятствий, преодолеваемых за счет термической активации.

Дефектами кристаллической решетки, образующими в результате РКУП короткодействующие потенциальные барьеры для скользящих дислокаций, могут служить скопления точечных дефектов (вакансий), слабые малоугловые границы (стенки) блоков, дислокации внутри зерна [26,27].

Согласно данным ТЕМ (см. табл. 1), основные изменения микроструктуры по мере увеличения числа проходов РКУП заключаются в уменьшении размера зерен, снижении плотности дислокаций внутри зерен, увеличении степени разориентации зерен. По данным XRD, деформация путем РКУП приводит к уменьшению плотности дислокаций внутри зерен, аннигиляции малых дислокационных петель в границах зерен и к увеличению концентрации вакансий или вакансионных комплексов. Последнее обстоятельство вызывает сжатие кристаллической решетки. В рамках термофлуктуационного механизма пластичности перечисленные результаты указывают на то, что наблюдаемое повышение граничной температуры T_0 и увеличение наклона кривой $\sigma^*(T)$ может быть связано с различными структурными дефектами. Наиболее вероятная причина — увеличение концентрации вакансий. Однако для термоактивированного открепления дислокации от вакансии приведенные оценки T_0 и H_0 являются слишком высокими. Таким значениям могут соответствовать вторичные дефекты, которые по аналогии с деформационным старением могут возникать в результате предварительной деформации путем РКУП и последующего отжига образцов при комнатной температуре [24]. В алюминии из-за высокой энергии дефекта упаковки основные вторичные дефекты — дислокационные призматические петли, образующиеся вследствие захлопывания вакансионных дисков, а также субмикропоры (каверны). Малый диаметр петель (~ 20 нм), по-видимому, затрудняет их регистрацию методом ТЕМ на фоне РКУП-микроструктуры.

Отметим, что энергетический параметр $H_0 = 0,6-0,8$ эВ несколько выше, чем оценка энергии пересечения дислокационных петель движущимися дислокациями в алюминии (0,5 эВ) [28].

Другой причиной роста наклона $d\sigma_y/dT$ и высоких значений T_0 может служить приращение плотности

дислокаций в границах зерен (см. табл. 1) как барьеров для скользящих дислокаций. Дефекты РКУП-микроструктуры могут создавать спектр потенциальных барьеров, изменяющих кинетику термофлуктуационного скольжения дислокаций. В этом случае зависимости $\sigma^*(T)$ и, соответственно, $\sigma_y(T)$ для РКУП и обычных (отожженных) поликристаллов должны отличаться друг от друга тем сильнее, чем выше плотность локальных дефектов решетки, которые образуются в результате РКУП, но отсутствуют в отожженных поликристаллах.

В значительной степени упрочнение при измельчении зерна путем РКУП обусловлено изменением природы и доли границ зерен, представляющих собой мощные (атермичные) препятствия для дислокаций. Учитывая, что $\sigma_y(T_0) = \sigma_\mu$, наблюдаемое при 295 К упрочнение объясняется ростом амплитуды дальнедействующих полей напряжений, создаваемых границами зерен.

Ослабление зависимости $\sigma(T)$ для В1, В4, В8 в интервале 4,2–50 К противоречит обсуждаемой выше гипотезе о термофлуктуационном движении дислокаций. По аналогии с моно- и отожженными поликристаллами ГЦК металлов и сплавов наблюдаемую аномалию пластичности можно объяснить усилением при охлаждении роли инерционных свойств дислокаций вследствие уменьшения сил их вязкого торможения [29–31]. Инерционные эффекты существенны при условии незадемпфированности дислокационного сегмента длиной l , т.е. при высоком уровне эффективных напряжений и низком значении коэффициента вязкого торможения B . Приняв $B = 10^{-6}$ Н·с/м² [32,33] при 77 К, получим, что условие незадемпфированности выполняется для $l < 10^{-6}$ м. Полученные нами оценки рентгеновской плотности дислокаций внутри области когерентного рассеяния (см. табл. 1) удовлетворяют этому условию для В1 и В4.

3.2.3. Зависимости $\sigma_y(d)$ и $\theta(d)$

Влияние среднего размера зерна d на предел текучести σ_y и коэффициент деформационного упрочнения $\theta = \partial\sigma/\partial\epsilon$ при различных температурах иллюстрирует рис. 5.

В изученном диапазоне размеров зерен экспериментальные зависимости $\sigma_y(d)$ (рис. 5,а) удовлетворительно описываются эмпирическим соотношением Холла–Петча [11] $\sigma_y = \sigma_{y0} + K_y d^{-1/2}$. Параметр σ_{y0} , который принято считать напряжением трения или пределом текучести монокристалла, в интервале температур 4,2–295 К изменяется в пределах 12–17 МПа, что соответствует пределу текучести монокристалла алюминия технической чистоты [13]. Коэффициент Холла–Петча K_y также зависит от температуры: при

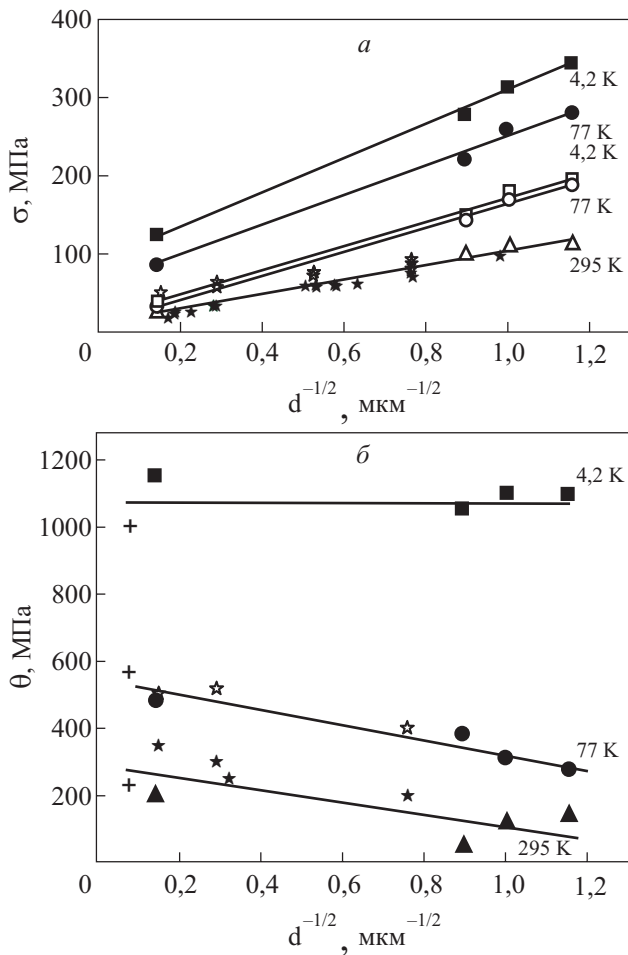


Рис. 5. Влияние размера зерна d на напряжение течения σ (а) и коэффициент деформационного упрочнения θ при $\varepsilon = 0,1$ (б). Светлые символы — σ_y ; темные символы — σ ($\varepsilon = 0,1$); Звездочки — данные [9], крестики — [13].

295 К величина $K_y = 91 \text{ МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$, а при 77 и 4,2 К возрастает до 153 и 156 $\text{МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$ соответственно.

Эти оценки несколько ниже, чем данные в [34] (110 $\text{МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$ при 295 К), но выше, чем в [9]: 74 $\text{МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$ при комнатной температуре и 68 $\text{МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$ при 77 К. В последнем случае размер зерна после РКУП варьировали путем низкотемпературного отжига образцов, который в нашей работе не проводился.

Соотношение Холла–Петча выполняется для напряжений, соответствующих $\varepsilon = 0,1$ (см. рис. 5,а): с деформацией при 77 и 4,2 К коэффициент K_y возрастает до 190 и 220 $\text{МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$ соответственно.

На рис. 5,б представлены зависимости коэффициента θ от размера зерна, рассчитанные при $\varepsilon = 0,1$ для трех температур. При 295 и 77 К значение θ для УМЗ поликристаллов меньше, чем для крупнозернистого поликристалла. При 4,2 К коэффициент деформационного упрочнения не зависит от d в пределах разброса экспериментальных данных. Таким образом, влия-

ние температуры на величину θ усиливается в области малых зерен.

Согласно современным представлениям о механизмах пластической деформации путем скольжения дислокаций, упрочнение материала определяется суперпозицией нескольких механизмов аккумуляции и аннигиляции дислокаций, зависящих от микроструктуры и температуры деформации [1,3–5,23]. Повышение напряжения течения при данной степени деформации объясняется более интенсивной аккумуляцией дислокаций в поликристалле по сравнению с монокристаллом вследствие генерирования дислокаций из дислокационных источников в границах зерен [35], ограничения длины свободного пробега дислокаций границами зерен [36], возникновения геометрически необходимых дислокаций в границах кристаллитов из-за неомогенной деформации [37]. Накопление дислокаций происходит также посредством двойного поперечного скольжения винтовых дислокаций на препятствиях примесной и деформационной природы (дислокациях «леса») [23]. С другой стороны, аккумуляция дислокаций ограничивается процессом их аннигиляции, действующим как при повышенных, так и при низких температурах. Уменьшение плотности дислокаций происходит за счет аннигиляции винтовых участков дислокационных петель, которая в ГЦК металлах зависит от температуры и энергии дефекта упаковки, а также аннигиляции решеточных дислокаций в границах зерен. В области низких температур (в отсутствие диффузионных механизмов аннигиляции дислокаций) деформирующее напряжение поликристаллов чистых металлов определяется накоплением дислокаций за счет существования границ зерен и размножения на дислокациях «леса» и аннигиляцией винтовых дислокаций. Принципиальным, независимо от температуры, является вывод о том, что процессы накопления и аннигиляции дислокаций в материале развиваются на всех стадиях деформации [23].

Детальный анализ соотношения Холла–Петча на примере алюминия, проведенный в [5] на основе решения уравнений эволюции плотности дислокаций, показал, что при низких температурах рост коэффициента K_y — следствие низкой скорости аннигиляции винтовых участков дислокационных петель в границах и в объеме зерен. При этом чувствительность напряжения к размеру зерна должна усиливаться в низкотемпературной области.

Увеличение коэффициента Холла–Петча K_y по мере понижения температуры от 295 до 4,2 К, а также низкие значения коэффициента деформационного упрочнения $\theta(d)$ при 295 и 77 К в области малых d (рис. 5) не противоречат выводам в [4,5,38]. Высокие значения θ для УМЗ алюминия при температуре 4,2 К можно объяснить тем, что уменьшение скорости на-

копления дислокаций в этом случае компенсируется низкой емкостью границ зерен как стоков для дислокаций и усилением их роли как непреодолимых препятствий для дислокаций в отсутствие диффузионной аккомодации на границах.

Выводы

1. Методами ТЕМ и XRD исследована эволюция микроструктуры алюминия, подвергнутого РКУП. Показано, что с ростом числа проходов средний размер зерна уменьшается (от 1,25 до 0,75 мкм), а его форма стремится к равноосной. Увеличение области когерентного рассеяния и понижение уровня микродеформаций указывают на то, что в результате прессования общая плотность несовершенств кристаллического строения внутри зерен алюминия снижается.

2. Установлено, что с понижением температуры вид кривых растяжения качественно изменяется: увеличиваются напряжение течения, ресурс пластичности и скорость деформационного упрочнения. При температуре 4,2 К деформация УМЗ алюминия, в отличие от крупнозернистого, становится нестабильной (скачкообразной). Амплитуда и частота скачков напряжения увеличиваются с ростом числа проходов РКУП.

3. Показано, что температурные зависимости предела текучести УМЗ поликристаллов, как и обычных поликристаллов, типичны для случая термоактивированного открепления дислокаций от короткодействующих потенциальных барьеров. Однако мощность и плотность таких барьеров в микроструктуре после РКУП заметно выше, о чем свидетельствуют рост граничной температуры T_0 и увеличение наклона кривых $\sigma_y(T)$.

При $T < 50$ К температурная зависимость $\sigma_y(T)$ ослабевает, что может быть связано с изменением механизма скольжения дислокаций.

4. Установлено, что для деформирующих напряжений при всех изученных температурах выполняется соотношение Холла–Петча. Коэффициент Холла–Петча возрастает с понижением температуры и с деформацией.

Коэффициент деформационного упрочнения УМЗ алюминия при 295 и 77 К ниже, чем у крупнозернистого поликристалла. Однако при 4,2 К подобная зависимость $\theta(d)$ не наблюдается.

Полученные экспериментальные данные согласуются с представлениями о влиянии микроструктуры, создаваемой РКУП, на эволюцию плотности дислокаций при последующей деформации. По мере измельчения зерна и понижения температуры деформации механическое поведение УМЗ алюминия определяется балансом скоростей аккумуляции и аннигиляции дислокаций.

1. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Longdon, M.J. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *J. Mater.* **58**, 33 (2006).
2. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov, *Progr. Mater. Sci.* **45**, 103 (2000).
3. H. Conrad and K. Jung, *Mater. Sci. Eng.* **A391**, 272 (2005).
4. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
5. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
6. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*, Логос, Москва (2000).
7. Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, *ФТТ* **47**, 816 (2005).
8. В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Н.Н. Песчанская, А.Е. Романов, Б.И. Смирнов, И.А. Александров, Н.А. Еникеев, В.У. Казыханов, А.А. Назаров, *ФТТ* **49**, 644 (2007).
9. C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Acta Mater.* **53**, 4019 (2005).
10. H. Fujita and T. Tabata, *Acta Met.* **21**, 355 (1973).
11. J.P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations*, New York, Mc-Graw-Hill (1968).
12. P.L. Sun, C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Scripta Mater.* **52**, 265 (2005).
13. D.A. Didenko and V.V. Pustovalov, *J. Low Temp. Phys.* **11**, 65 (1973).
14. В.В. Пустовалов, *ФНТ* **26**, 515 (2000).
15. М.А. Кривоглаз, *Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами*, Наука, Москва (1967).
16. Б.И. Веркин, В.В. Пустовалов, *Низкотемпературные исследования пластичности и прочности*, Энергоиздат, Москва (1982).
17. Л.И. Миркин, *Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов*, Физматлит, Москва (1961).
18. Р.А. Андриевский, А.М. Глезер, *ФММ* **88**, 50 (1999).
19. А.И. Гусев, *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии*, Физматлит, Москва (2005).
20. И.Н. Кузьменко, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **5**, 1433 (1979).
21. Y. Estrin, N.V. Isaev, S.V. Lubenets, S.V. Malykhin, A.T. Pugachov, V.V. Pustovalov, E.N. Reshetnyak, V.S. Fomenko, L.S. Fomenko, S.E. Shumilin, M. Janecek, and R.J. Hellmig, *Acta Mater.* **54**, 5581 (2006).
22. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.E. Ashby, *Progr. Mater. Sci. Oxford*, Pergamon Press, **19**, 288 (1975).
23. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
24. 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).
25. V.D. Natsik and H.-J. Kaufmann, *Phys. status solidi (a)* **65**, 571 (1981).
26. S. Cheng, E. Ma, Y.M. Wang, L.J. Kecskes, K.M. Youssef, C.C. Koch, U.P. Trociewitz, and K. Han, *Acta Mater.* **53**, 1521 (2005).
27. Y.M. Wang, A.V. Hamza, and E. Ma, *Acta Mater.* **54**, 2715 (2006).
28. K.H. Westmacott, *Philos. Mag.* **14**, 128 (1966).

29. В.И. Доценко, А.И. Ландау, В.В. Пустовалов, *Современные проблемы низкотемпературной пластичности материалов*, Наукова думка, Киев (1987).
30. Ю.З. Эстрин, *ФНТ* **1**, 45 (1975).
31. V.L. Indenbom and Y. Estrin, *J. Low Temp. Phys.* **19**, 83 (1975).
32. J.A. Gorman, D.S. Wood, and T. Vreeland, Jr., *J. Appl. Phys.* **40**, 833 (1969).
33. V.R. Parameshvaran et al., *J. Appl. Phys.* **43**, 2982 (1972).
34. N. Tsuji, Y. Ito, and Y. Minamino, *Scripta Mater.* **47**, 893 (2002).
35. J.S.M. Li and T. Chou, *Metal Trans.* **1**, 1143 (1970).
36. H. Conrad, *Acta Mater.* **11**, 75 (1963).
37. M.F. Ashby, *Philos. Mag.* **A21**, 863 (1977).
38. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **37**, 2281 (1995).

Low-temperature plastic deformation of ultrafine-grained aluminum

Yu.Z. Estrin, N.V. Isaev, T.V. Grigorova,
V.V. Pustovalov, V.S. Fomenko, S.E. Shumilin,
I.S. Braude, S.V. Malykhin, M.V. Reshetnyak,
and M. Janecek

The microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained (UFG) commercial Al processed by ECAP were investigated in the temperature range 4.2–295 K. It has been detected by the TEM and XRD techniques that as a number of pressing passes increase the grain size decreases, its form tends to an equiaxial one and the dislocation density and the nature of grain boundaries are changed.

The extended coherent-scattering region and the reduced level of microdeformations under ECAP processing specify a decrease in the density of structural imperfections inside the grains. As deformation temperature is decreased, yield stress, ductility and work hardening rate of UFG and CG polycrystals increase. In contrast to CG the plastic deformation of UFG aluminum at 4.2 K becomes serrated. The temperature dependences of yield stress $\sigma_y(T)$ for UFG and CG samples are measured. They are found to be of the form typical of thermally activated overcoming of short-ranged barriers by dislocations. The features in the $\sigma_y(T)$ dependences for UFG polycrystals may be due to the enhanced strength of such barriers and the changes in the dislocation glide mechanism. The dependences of σ_y and the work hardening rate θ on mean grain size d were studied. In the temperature range 4.2–295 K $\sigma_y(d)$ -dependence is described by the Hall–Petch law and the Hall–Petch coefficient increases with decreasing temperature. The $\theta(d)$ dependence is found to decrease monotonically at 295 and 77 K but to be independent of d at 4.2 K. The experimental data are discussed within the current concepts of the effect of the ECAP-formed microstructure on the evolution of dislocation density at subsequent deformation.

PACS: 62.20.F– Deformation and plasticity;
62.20.–x Mechanical properties of solids.

Keywords: microstructure, plastic deformation, low temperatures, polycrystalline aluminum.