

## Скоростная чувствительность напряжения течения ультрамелкозернистого алюминия в интервале температур 4,2–295 К

Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, П.А. Забродин

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина*

E-mail: isaev@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 18 июня 2009 г.

Изучено влияние размера зерна на механизмы взаимодействия дислокаций, контролирующей пластическую деформацию алюминия в интервале температур 4,2–295 К. С этой целью образцы крупнозернистого (КЗ) и ультрамелкозернистого (УМЗ) алюминия, полученного путем равноканального углового прессования, деформировали растяжением с постоянной скоростью  $\dot{\epsilon}$ , а также в режиме циклирования скорости вдоль деформационной кривой. Проведено сравнение влияния температуры на деформационное упрочнение и скоростную чувствительность напряжения течения КЗ и УМЗ материалов. В результате термоактивационного анализа экспериментальных данных показано, что зависимость параметра скоростной чувствительности  $m = [\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}]_T$  от размера зерна и температуры объясняется изменением дислокационных механизмов, контролирующей пластическую деформацию алюминия. В интервале температур 4,2–40 К пластическая деформация УМЗ и КЗ алюминия обусловлена единым механизмом пересечения дислокаций «леса». В интервале 120–295 К для КЗ и 77–140 К для УМЗ алюминия увеличение параметра  $m$  объясняется активацией механизма поперечного скольжения дислокаций. При температурах выше 140 К высокая скоростная чувствительность напряжения и низкая скорость деформационного упрочнения УМЗ алюминия могут быть обусловлены активацией зернограницной диффузии и зернограницным проскальзыванием.

Вивчено вплив розміру зерна на механізми взаємодії дислокацій, що контролюють пластичну деформацію алюмінію в інтервалі температур 4,2–295 К. З цією метою зразки крупнозернистого (КЗ) і ультрадрібозернистого (УДЗ) алюмінію, який отримано шляхом рівноканального кутового пресування, деформувалися розтягненням з постійною швидкістю  $\dot{\epsilon}$ , а також у режимі циклювання швидкості вздовж деформаційної кривої. Проведено порівняння впливу температури на деформаційне зміцнення та швидкісну чутливість напруження тиску КЗ і УДЗ матеріалів. У результаті термоактивационного аналізу експериментальних даних показано, що залежність параметра швидкісної чутливості  $m = [\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}]_T$  від розміру зерна та температури пояснюється зміною дислокаційних механізмів, що контролюють пластичну деформацію алюмінію. В інтервалі температур 4,2–40 К пластична деформація УДЗ і КЗ алюмінію обумовлена єдиним механізмом перетину дислокацій «лісу». В інтервалі 120–295 К для КЗ і 77–140 К для УДЗ алюмінію збільшення параметра  $m$  пояснюється активцією механізму поперечного ковзання дислокацій. При температурах вище 140 К висока швидкісна чутливість напруження та низька швидкість деформаційного зміцнення УДЗ алюмінію можуть бути обумовлені активацією зернограницної дифузії та зернограницним прослизанням.

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

Ключевые слова: алюминий, равноканальное угловое прессование, деформация, скоростная чувствительность.

## 1. Введение

Деформационное упрочнение ГЦК металлов в значительной степени определяется изменением средней плотности дислокаций в результате их зарождения, размножения и перестройки в ходе деформации. Считается, что упрочнение обусловлено прежде всего накоплением дислокаций при пересечении дислокаций «леса», а также их взаимодействием с границами субзерен и зерен. Скорость деформационного упрочнения лимитируется процессами динамического возврата, которые определяются деформирующим напряжением, температурой и скоростью деформации, энергией дефекта упаковки, а также размерами зерен (субзерен) и свойствами их границ [1,2]. Средняя плотность дислокаций  $\rho$  и средний размер зерна  $d$  рассматриваются как основные параметры микроструктуры, ограничивающие длину свободного пробега дислокации в плоскости скольжения. Дислокационная природа пластической деформации предусматривает, таким образом, изменение механических свойств металлов за счет заданного изменения их микроструктуры. Современным способом повышения прочности металла является интенсивная пластическая деформация, например, путем равноканального углового прессования (РКУП) [3]. В результате измельчения зерна и образования неравновесных границ с большими углами разориентации поликристаллические материалы с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой приобретают полезные для технологии механические свойства, а также представляют большой интерес для изучения механизмов деформационного упрочнения. В последнее время удалось установить, что в области комнатных температур пластическая деформация объемных УМЗ металлов и сплавов в значительной степени сохраняет дислокационный характер, присущий крупнозернистым (КЗ) материалам, однако механизмы зарождения, скольжения и аннигиляции дислокаций приобретают ряд особенностей, обусловленных ролью большеугловых границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций [2,4–7]. Кинетика дислокационных процессов зависит от скорости деформации и температуры, поэтому эффективным методом изучения пластической деформации УМЗ металлов является термоактивационный анализ в максимально широком интервале температур [4,8–10].

Повышенный интерес к алюминию определяется тем, что он составляет основу целого класса материалов для авиационной, космической и криогенной техники. До настоящего времени механические свойства УМЗ алюминия активно изучались в основном при комнатной температуре и выше. В этом интервале температур при измельчении зерна до нескольких десятых микрона прочность алюминия увеличивается в

соответствии с соотношением Холла–Петча [11], а его склонность к деформационному упрочнению уменьшается, что приводит к сокращению области однородной деформации вследствие потери устойчивости [12–15]. В качестве стабилизирующего фактора рассматривается повышенная скоростная чувствительность напряжения течения УМЗ алюминия и его сплавов [16–20], которая при высоких  $T$  объясняется диффузионными процессами в границах зерен. Ниже комнатной температуры, где диффузионные процессы могут быть подавлены, пластичность алюминия с УМЗ структурой изучена сравнительно мало [13–15,21]. В работе [21] показано, что в интервале 4,2–295 К температурная зависимость предела текучести УМЗ алюминия типична для термоактивированного движения дислокаций, однако параметры этого механизма зависят от размера зерна.

Настоящая работа посвящена дальнейшему изучению механизмов низкотемпературной пластической деформации алюминия, подвергнутого РКУП. Особое внимание в работе уделено сравнительному анализу скоростной чувствительности напряжения течения КЗ и УМЗ алюминия в зависимости от температуры деформации.

## 2. Методика эксперимента

Эксперименты проводили на алюминии технической чистоты 99,5%. Исходные заготовки для РКУП имели размеры 30×10×10 мм. Прессование осуществляли при комнатной температуре путем 4 и 8 проходов по маршруту  $V_c$  с поворотом образца на 90° вокруг продольной оси. После РКУП и естественного старения в течение нескольких недель из заготовок механическим фрезерованием и электроискровой резкой получали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца после травления и механической полировки составляли 10×3,1×0,9 мм.

Подробности изучения структуры образцов алюминия методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской дифрактометрии (XRD) после РКУП описаны в [21]. По данным ТЕМ после РКУП средний размер зерна в УМЗ поликристалле составлял 0,7–1,0 мкм. Для сравнения исследовали исходные крупнозернистые поликристаллы алюминия со средним размером зерна ~ 40–50 мкм после отжига при 350 К в течение 1 ч.

Механические свойства КЗ и УМЗ поликристаллов алюминия изучали в интервале температур 4,2–295 К. При деформации растяжением с начальной скоростью  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ с}^{-1}$  в установке с  $^4\text{He}$ -криостатом регистрировали кривую нагрузка–время, а также изменение нагрузки при десятикратном изменении скорости штока. По полученным данным рассчитывали зависи-

мости истинного напряжения  $\sigma$  от истинной деформации  $\epsilon$ , а также производную  $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\epsilon}$  в зависимости от напряжения  $\sigma$ .

### 3. Результаты эксперимента

#### 3.1. Деформационное упрочнение

Диаграммы одноосного растяжения УМЗ и КЗ алюминия  $\sigma(\epsilon)$  представлены на рис. 1,а. При фиксиро-

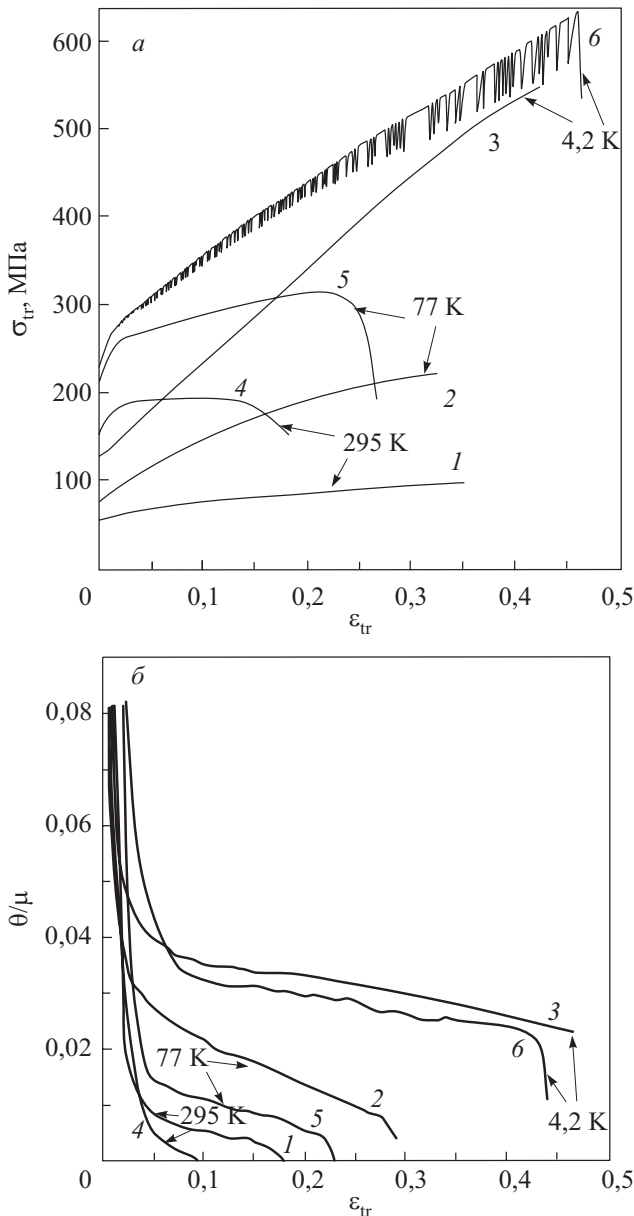


Рис. 1. Диаграммы растяжения в координатах истинное напряжение  $\sigma_{tr}$  — истинная деформация  $\epsilon_{tr}$ : 1, 3, 5 — для КЗ образцов; 2, 4, 6 — для УМЗ образцов, деформированных при температурах 4,2, 77 и 295 К; температура указана стрелками (а). Коэффициент деформационного упрочнения  $\theta/\mu$  ( $\mu$  — модуль сдвига) в зависимости от деформации  $\epsilon_{tr}$  для КЗ и УМЗ алюминия. Обозначения те же, что и на рис. 1,а (б).

ванной температуре УМЗ поликристаллы деформируются при более высоком уровне напряжений, но с меньшей скоростью упрочнения, чем КЗ структура. Высокая прочность и низкая скорость деформационного упрочнения УМЗ материала приводят к его разупрочнению (потере устойчивости и образованию шейки) при меньших деформациях, чем в случае КЗ. С понижением температуры скорость упрочнения и величина однородного удлинения УМЗ и КЗ поликристаллов увеличиваются.

Влияние размера зерна  $d$  и температуры испытания  $T$  на коэффициент деформационного упрочнения  $\theta \equiv d\sigma/d\epsilon$  иллюстрирует рис 1,б. Величина  $\theta$  быстро уменьшается с деформацией до некоторого значения, зависящего от  $d$  и  $T$ . В области «плато» коэффициент  $\theta$  тем выше, чем ниже  $T$ , но при всех  $T$  выполняется неравенство  $\theta^{UFG} < \theta^{CG}$ . При температуре 4,2 К величина  $\theta^{UFG}$  определялась по огибающей, так как деформация УМЗ алюминия становится нестабильной (скачкообразной). Амплитуда скачков напряжения увеличивается с деформацией, при этом на кривой  $\sigma$ – $\epsilon$  наблюдаются участки плавного течения. Природа низкотемпературной скачкообразной деформации моно- и КЗ поликристаллов обсуждалась в обзоре [22], где было показано, что измельчение зерна может приводить к исчезновению этого эффекта. Скачкообразная деформация в УМЗ алюминии наблюдалась в [21], однако механизмы ее развития требуют специальных исследований, которые выходят за рамки настоящей работы.

Влияние размера зерна и температуры на прочность алюминия иллюстрирует рис. 2, где представ-

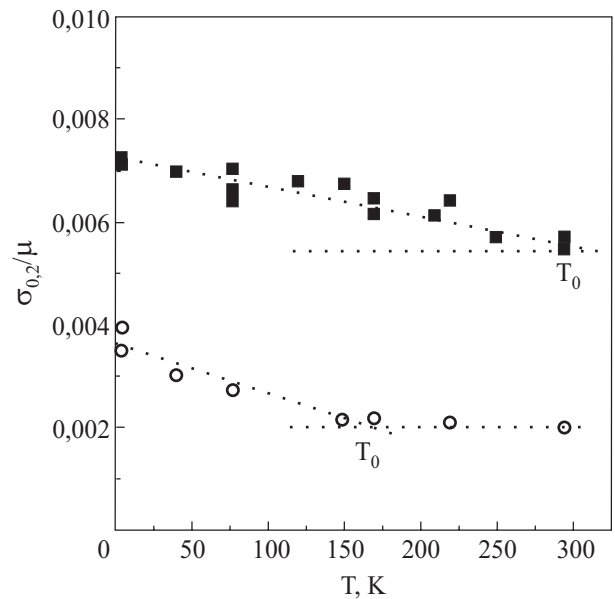


Рис. 2. Зависимость условного предела текучести  $\sigma_{0,2}/\mu$  от температуры: для КЗ (○); для УМЗ (■) алюминия.  $T_0$  — пороговая температура термоактивации (см. текст).

лены температурные зависимости условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  поликристаллов. С точностью до разброса экспериментальных данных зависимости  $\sigma_{0,2}(T)$ , соответствующие КЗ и УМЗ структурам, типичны для термически активированной пластической деформации: ниже некоторой пороговой температуры  $T_0$  уменьшение температуры приводит к увеличению  $\sigma_{0,2}$ . Значение  $T_0$  для КЗ материала составляет 150–180 К, а для УМЗ материала оно увеличивается по крайней мере до 250–295 К. Влияние размера зерна  $d$  на  $\sigma_{0,2}(T)$  выражается, таким образом, в том, что в интервале  $T > 150$ –180 К температурная чувствительность напряжения  $d\sigma_{0,2}/dT$  УМЗ материала выше, чем КЗ.

### 3.2. Скоростная чувствительность напряжения течения

Данные об изменении деформирующего напряжения при изменении скорости деформации вдоль кривой растяжения представлены на рис. 3. При фиксированной температуре на зависимостях скоростной чувствительности деформирующего напряжения  $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\epsilon}$  от  $\sigma$  для КЗ (рис. 3,а) и УМЗ (рис. 3,б) поликристаллов выделяются участки, где  $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\epsilon}$  линейно увеличивается с напряжением. Отклонения от линейной аппроксимации наблюдаются в области больших напряжений при  $T > 40$  К, а в области малых напряжений при  $T \geq 140$  К и только в УМЗ материале (рис. 3,б). Тангенс угла наклона прямых  $m$  и напряжение  $\sigma_d$ , соответствующее точке их пересечения с горизонтальной осью, зависят от температуры  $T$  и размера зерна  $d$ . В случае КЗ материала  $m$  максимален при промежуточных температурах, а в случае УМЗ — монотонно увеличивается с температурой. В интервале  $4,2 \text{ К} < T < 40 \text{ К}$   $m$  слабо зависит от  $d$ . При  $T > 40$  К величина  $m$  для УМЗ материала выше, чем для КЗ. Напряжение  $\sigma_d$  слабо зависит от температуры по сравнению с его зависимостью от размера зерна:  $\sigma_d$  составляет 45–65 МПа для КЗ (рис. 3,а) и 110–150 МПа для УМЗ материала (рис. 3,б). Заметим, что чем выше температура деформации и меньше средний размер зерна, тем меньше коэффициент упрочнения и выше погрешность определения  $m$  и  $\sigma_d$ .

## 4. Обсуждение

### 4.1. Деформационное упрочнение

При обсуждении результатов эксперимента будем исходить из того, что скорость упрочнения ГЦК металлов определяется суперпозицией механизмов накопления дислокаций в ходе деформации и их аннигиляции в процессе динамического возврата [1]. В этой модели форма кривой  $\sigma(\epsilon)$  и коэффициент деформационного упрочнения  $\theta = d\sigma/d\epsilon$  зависят от гомологичес-

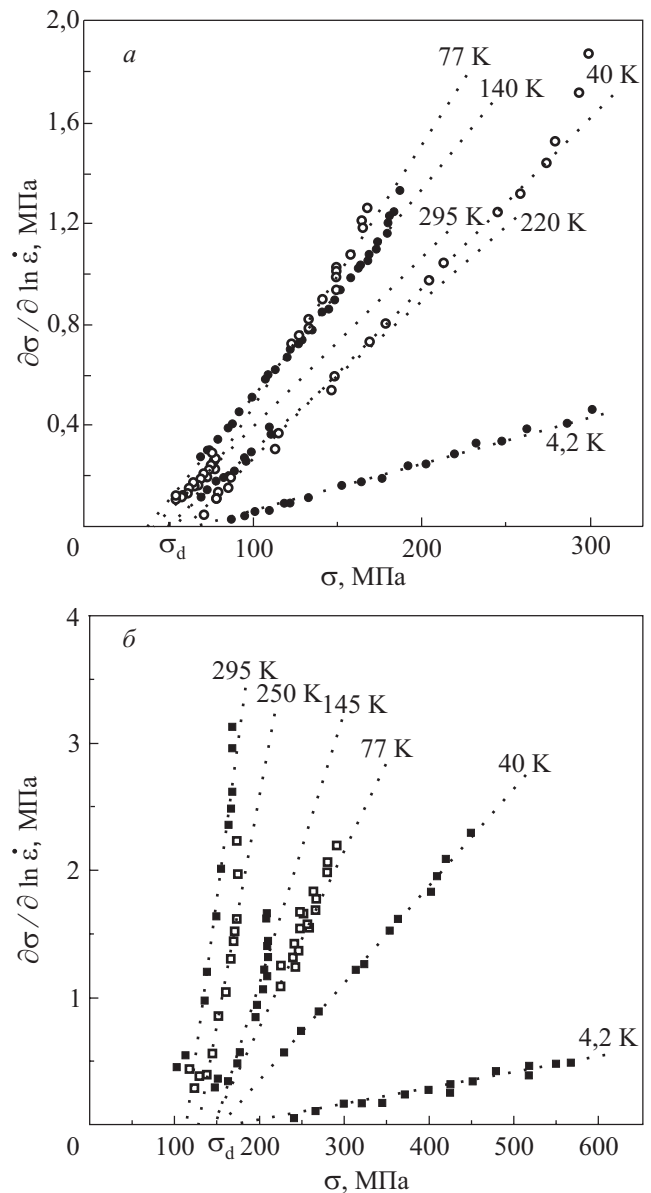


Рис. 3. Зависимость скоростной чувствительности напряжения течения  $(\partial\sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})_T$  от деформирующего напряжения  $\sigma$  для КЗ (а) и УМЗ (б) алюминия. Цифрами указана температура деформации. Прямые линии соответствуют закону Коттрелла–Стокса.  $\sigma_d$  — средняя величина напряжения при экстраполяции прямых до пересечения с осью абсцисс.

кой температуры  $T/T_m$ , где  $T_m$  — температура плавления, а также свойств решетчатой структуры. Считается, что в УМЗ структуре границы зерен являются не только дальнедействующими барьерами для дислокаций, преодоление которых требует дополнительного напряжения, но также источниками и стоками дислокаций (см., например, [2,4,6]). При фиксированной температуре чем меньше  $d$ , тем ближе друг к другу расположены сами дислокации, их источники и стоки, и тем выше скорость динамического возврата. В нашем случае пара-



большая зависимость  $\sigma(\dot{\epsilon})$ , наблюдаемая при комнатной температуре (см. на рис. 1), объясняется высокой скоростью динамического возврата вследствие высокой энергии дефекта упаковки и сравнительно низкой температуры плавления алюминия. В алюминии неравенство  $\theta^{UFG} < \theta^{CG}$  выполняется даже при понижении температуры до 77 К (см. рис. 1,б). При очень низких температурах диффузионно-динамические процессы перестройки дислокаций в алюминии замедляются, поэтому уменьшение  $d$  до субмикронной величины существенно не отражается на величине  $\theta$ . При температуре 4,2 К кривые  $\sigma(\dot{\epsilon})$  для КЗ и УМЗ алюминия (см. рис. 1,а) имеют выраженные участки линейного упрочнения и отличаются только уровнем напряжения течения и характером деформации. Следует отметить, что высокая скорость упрочнения УМЗ алюминия, деформированного при 4,2 К, свидетельствует о том, что на этапе предварительной деформации путем РКУП при  $T = 295$  К материал не был насыщен дислокациями до такой степени, чтобы не накапливать их в ходе последующей деформации при низкой температуре.

#### 4.2. Скоростная чувствительность напряжения течения

При обсуждении влияния размера зерна и температуры на скоростную чувствительность напряжения течения в алюминии воспользуемся линейной аппроксимацией экспериментальных данных, приведенных на рис. 3. При фиксированной температуре наклон прямых, определяемый выражением

$$m \equiv (\sigma - \sigma_d)^{-1} [\partial(\sigma - \sigma_d) / \partial \ln \dot{\epsilon}]_T = \text{const}, \quad (1)$$

благодаря логарифмической производной мало чувствителен к погрешностям эксперимента. Выражение (1) означает, что  $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\epsilon} \sim \sigma$ , т.е. изменение напряжения течения КЗ и УМЗ поликристаллов алюминия вследствие изменения скорости деформации пропорционально самому напряжению (закон Коттрелла–Стокса [23]). Для большинства ГЦК металлов этот закон нарушается при переходе к стадии III параболического разупрочнения [24,25]. Можно предположить, что отклонения от линейной зависимости на рис. 3,а,б в виде увеличения скоростной чувствительности напряжения КЗ и УМЗ алюминия обусловлены усилением динамического возврата при достаточно высоких напряжениях и температурах.

Отклонения в области малых напряжений  $\sigma \approx \sigma_d$  наблюдались только в УМЗ структуре в ограниченном интервале температур (см. рис. 3,б). Учитывая высокую скорость упрочнения в этом интервале напряжений (см. рис. 1,б), можно предположить, что слабая зависимость  $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\epsilon}$  от  $\sigma$  (по сравнению с линейным законом) связана с низкой начальной плотностью дис-

локаций внутри зерна и, следовательно, высокой начальной скоростью их накопления в УМЗ структуре. В этих условиях, учитывая низкий уровень напряжений, малый наклон  $m$  соответствует уменьшению роли динамического возврата [1,24].

Рассмотрим далее влияние температуры на параметр скоростной чувствительности напряжения течения. Зависимости  $m(T)$  для поликристаллов алюминия с разным размером зерна иллюстрирует рис. 4. В интервале  $4,2 \text{ К} < T < 40 \text{ К}$  параметр  $m$  монотонно увеличивается с температурой и не зависит от среднего размера зерна. В этом температурном интервале форма кривой  $\sigma(\dot{\epsilon})$  и коэффициент деформационного упрочнения  $\theta$  также слабо зависят от  $d$  (рис. 1). Можно предположить, что при низких температурах пластическая деформация УМЗ и КЗ алюминия обусловлена единым термоактивированным механизмом скольжения дислокаций. Как известно, одним из основных механизмов деформационного упрочнения ГЦК металлов считается пересечение дислокаций «леса» [1].

В области температур  $T > 77 \text{ К}$  зависимости  $m(T)$  для КЗ и УМЗ поликристаллов качественно различны. В случае КЗ вблизи 77 К имеется максимум  $m = 0,012$ , а в случае УМЗ в интервале 77–140 К наблюдается подобие плато, где  $m = 0,016\text{--}0,018$ . При дальнейшем повышении температуры зависимость  $m(T)$  для КЗ структуры остается слабой, а в случае УМЗ структуры параметр  $m$  монотонно возрастает до 0,042–0,049.

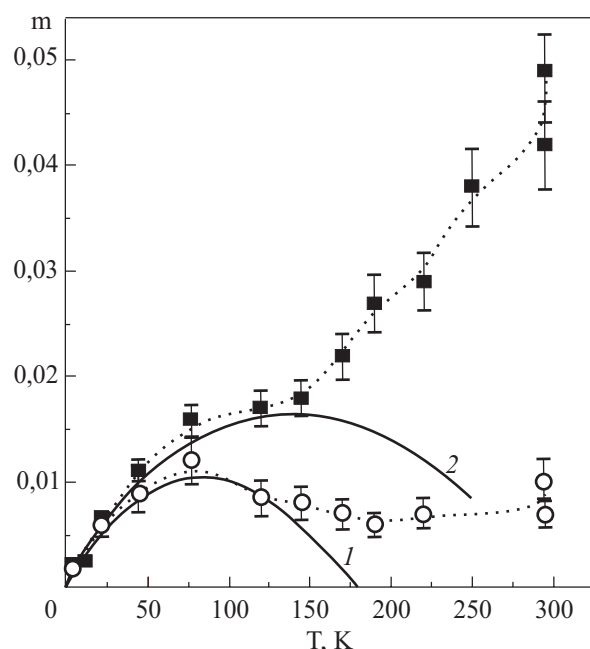


Рис. 4. Зависимости параметра скоростной чувствительности  $m$  от температуры  $T$ : для КЗ (O); для УМЗ (■) алюминия. Сплошные линии соответствуют выражению (8) для КЗ (1) и УМЗ (2) алюминия при указанных в тексте значениях параметров.

Сравнивая полученные зависимости  $m(T)$ , можно предположить, что в интервале  $T > 77$  К пересечение дислокаций является не единственным термоактивируемым механизмом, контролирующим скорость пластической деформации КЗ и УМЗ алюминия. В подтверждение сделанных предположений проведем термоактивационный анализ экспериментальных данных, воспользовавшись процедурой [8,9].

В простейшем случае напряжение течения, измеряемое в эксперименте, представим в виде суммы

$$\sigma = \sigma_d + \sigma_\mu + \sigma^*, \quad (2)$$

где слагаемые  $\sigma_d$  и  $\sigma_\mu$  — внутренние (атермические) напряжения, создаваемые дальнедействующими препятствиями для скользящих дислокаций, а  $\sigma^*$  — эффективное напряжение, обусловленное короткодействующими препятствиями. Напряжение  $\sigma_d$  связано с границами зерен и зависит от  $d$ , а напряжение  $\sigma_\mu$  определяется средней плотностью дислокаций  $\rho$ :

$$\sigma_\mu = \alpha \mu b \rho^{1/2}, \quad (3)$$

где  $\alpha$  — константа порядка 0,3–0,5 [1],  $\mu$  — модуль сдвига,  $b$  — длина вектора Бюргерса. Считается, что слагаемые  $\sigma_d$  и  $\sigma_\mu$  зависят от температуры только в меру температурной зависимости модуля сдвига, поэтому температурная зависимость  $\sigma$  в (2) определяется компонентой  $\sigma^*$ .

Для описания кинетики пластической деформации при термофлуктуационном движении дислокаций через систему одностипных короткодействующих препятствий воспользуемся уравнением Аррениуса:

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

где  $\dot{\epsilon}_0$  — зависит от частоты попыток преодоления барьера и не зависит от напряжения и температуры,  $H$  — эффективная энергия (энтальпия) активации,  $k$  — константа Больцмана.

Зависимость  $H(\sigma^*)$  определяется силовым законом взаимодействия дислокации с центром закрепления, а также статистикой распределения этих центров вдоль дислокации. В большинстве физически обоснованных случаев эта зависимость хорошо аппроксимируется выражением, предложенным в [8]:

$$H(\sigma^*) = H_0 [1 - (\sigma^*/\sigma_c)^p]^q, \quad (5)$$

где  $H_0$  — энтальпия активации в отсутствие приложенного напряжения,  $\sigma_c$  — пороговое напряжение, необходимое для преодоления препятствия без помощи термоактивации, т.е. при  $T = 0$  К,  $p$  и  $q$  — численные параметры, которые зависят от формы барьера и статистики распределения барьеров вдоль дислокации и изменяются в интервале  $0 \leq p \leq 1, 1 \leq q \leq 2$ .

Из соотношений (4) и (5) следуют явные зависимости эффективного напряжения и скоростной чувствительности напряжения от температуры

$$\sigma^* = \sigma_c [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{1/p}, \quad (6)$$

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

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

Подстановка (6) и (7) в (1) с учетом (2) и в предположении, что  $(\partial \sigma^*/\partial \ln \dot{\epsilon})_T \gg (\partial \sigma_\mu/\partial \ln \dot{\epsilon})_T$ , дает следующее выражение для параметра скоростной чувствительности напряжения течения:

$$m = (pqA)^{-1} (T/T_0)^{1/q} [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{(1-p)/p} \times \{\sigma_\mu/\sigma_c + [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{1/p}\}^{-1}. \quad (8)$$

Выражение (8) соответствует случаю, когда термически активированное пересечение дислокаций «леса» является единственным термоактивируемым механизмом пластической деформации. С увеличением температуры параметр  $m$  сначала увеличивается до максимума при  $T_{\max} = p^q T_0$ , а затем уменьшается до нуля при  $T = T_0$ .

Воспользуемся выражением (8), подобрав для описания экспериментальных данных оптимальные и физически обоснованные значения параметров. Соответствующая зависимость  $m(T)$  для алюминия представлена на рис. 4 (кривая 1) при значениях параметров  $p = 0,45$ ,  $q = 1,15$ ,  $A = 18$ ,  $\sigma_\mu/\sigma_c = 2,2$ ,  $T_0 = 180$  К. Видно, что выражение (8) удовлетворительно описывает экспериментальные данные для КЗ материала в интервале температур  $T \leq 120$  К, а для УМЗ материала в интервале  $T \leq 40$  К.

Выбранные значения параметров отвечают следующим условиям. Значение параметра  $A$  характерно для большинства ГЦК металлов [1,8]. Значение параметра  $\sigma_\mu/\sigma_c$  несколько выше, чем отношение внутренней и эффективной составляющих предела текучести, которое можно оценить путем экстраполяции данных на рис. 2, где  $\sigma_{0,2}(T_0)\mu(0)/\sigma_{0,2}(0)\mu(T_0)$  составляет приблизительно 0,6, откуда с учетом (1) и (2) получим  $\sigma_\mu/\sigma_c \approx 1,5$ . Однако из-за разброса данных точность такой оценки невелика. В работе [26] отношение напряжений течения в алюминии, измеренных при двух температурах  $\sigma(300 \text{ К})/\sigma(77 \text{ К}) = 0,75$ , дает оценку  $\sigma_\mu/\sigma_c = 3$ , которая согласуется с оценкой отношения Коттрелла–Стокса для монокристалла алюминия в [1]. Значение параметра  $T_0$ , при котором  $m(T)$  стремится к нулю, приблизительно соответствует пороговой температуре, выше которой предел текучести КЗ материала не зависит от температуры (см. рис. 2). Соответствующая гомологическая температура  $T_0/T_m \approx 0,2$  характерна для интервала, в котором диффузионные процессы слабо влияют на скольжение дислокаций [1,8]. Значение температуры, которое соответствует

максимуму  $m(T)$  в (8) и определяется комбинацией параметров  $p$ ,  $q$ ,  $T_0$ , составляет 76 К, что хорошо согласуется с экспериментом (см. рис. 4).

Учитывая связь  $T_0$  с энтальпией активации при пересечении короткодействующих препятствий, из соотношения (7) следует, что в интервале низких температур энтальпия активации пластической деформации алюминия составляет  $H_0 \approx 0,3$  эВ. Эта величина сравнима с энтальпией активации ползучести алюминия  $H_0 \approx 0,3-0,4$  эВ в интервале  $T \approx 120-150$  К [27], где ползучесть контролируется пересечением дислокаций «леса». Активационный объем пластической деформации, который можно оценить из соотношения  $V = kT / m\sigma$ , в нашем случае составляет  $\sim (500-700) b^3$ . Эта величина, согласно [26], также характерна для процесса перерезания призматических петель движущимися дислокациями в алюминии. Таким образом, численные оценки показывают, что скоростная чувствительность напряжения течения КЗ и УМЗ алюминия в соответствующих интервалах низких температур обусловлена термоактивированным пересечением дислокаций «леса». Чем мельче зерно, тем ниже температура, до которой выражение (8) согласуется с экспериментом.

Отклонение экспериментальных зависимостей  $m(T)$  от теоретической зависимости (8) в сторону больших значений параметра  $m$  можно объяснить, предположив, что с увеличением температуры пересечение дислокаций, как сказано выше, перестает быть единственным термоактивируемым механизмом, контролирующим пластичность. В пользу такого предположения свидетельствуют, например, данные об увеличении энтальпии активации ползучести алюминия с ростом  $T$  [27]. В интервале 170–250 К энтальпия активации достигает  $\sim 1,0$  эВ, что авторы объясняют переходом от пересечения дислокаций к поперечному скольжению. В работе [26] образование порогов на краевых дислокациях в результате деформационного старения алюминия и возникновение диполей, склонных к поперечному скольжению и аннигиляции вследствие высокой энергии дефекта упаковки, рассматривается в качестве одной из причин увеличения энтальпии активации до  $\sim 0,5$  эВ, а также уменьшения активационного объема. Наконец, наблюдаемые отклонения экспериментальных зависимостей от линейного закона (см. рис. 3), которые соответствуют увеличению  $m$  на III стадии деформации, как правило, объясняются усилением роли динамического возврата вследствие поперечного скольжения дислокаций [24,25]. Таким образом, для КЗ алюминия в интервале 120–295 К повышенные экспериментальные значения параметра  $m$  по сравнению с теоретическими в (8) можно объяснить активацией механизма поперечного скольжения дислокаций.

В случае УМЗ алюминия «плато» на зависимости  $m(T)$  в интервале температур 77–140 К также может быть обусловлено усилением роли поперечного скольжения дислокаций. На активизацию этого механизма вследствие измельчения зерна указывают характерные для III стадии деформации отклонения экспериментальных данных от линейного закона (см. рис. 3,б). Другим признаком эффективности поперечного скольжения может служить величина активационного объема пластической деформации, которая, по нашим оценкам, для УМЗ алюминия в указанном интервале температур составляет  $V \approx (200-400)b^3$ . Эта величина ниже, чем  $(500-700)b^3$  для случая перерезания дислокаций в КЗ материале, но выше, чем активационный объем  $V \approx (60-90)b^3$ , характерный для случая, когда в УМЗ материале доминируют диффузионно-динамические механизмы возврата [15]. В пользу сделанного предположения свидетельствуют также результаты, полученные в [27], согласно которым переход от перерезания к поперечному скольжению дислокаций в алюминии сопровождается увеличением средней «мощности» термоактивируемого препятствия. На основании (7) в нашем случае это можно рассматривать как причину увеличения пороговой температуры  $T_0$  на зависимости  $\sigma_0(T)$  для УМЗ алюминия (см. рис. 2). На рис. 4, кривая 2, построенная согласно выражению (8) при  $T_0 = 295$  К и  $p = 0,5$ ,  $q = 1,25$ ,  $A = 17$ ,  $\sigma_u/\sigma_c = 1,5$ , удовлетворительно описывает данные эксперимента для УМЗ алюминия в области «плато». Значение  $T_0 \approx 295$  К соответствует энтальпии активации  $H_0 \approx 0,5$  эВ при переходе от перерезания к поперечному скольжению дислокаций в алюминии [27]. Однако при температурах выше 140 К экспериментальные данные отклоняются от теоретической зависимости, которая формально учитывает роль поперечного скольжения дислокаций.

В интервале температур 140–250 К зависимости  $m(T)$  для КЗ и УМЗ алюминия качественно отличаются тем, что измельчение зерна приводит к значительному увеличению параметра  $m$ . Принимая во внимание низкую скорость деформационного упрочнения в этом интервале температур (см. рис. 1,б), увеличение  $m$  в УМЗ структуре можно объяснить повышенной плотностью дислокаций вблизи границ зерен, что стимулирует механизмы аннигиляции и динамического возврата. Поперечное скольжение является одним из таких механизмов [4,6,7,10], однако нельзя исключать, что значительное увеличение  $m$  и усиление зависимости  $m(T)$  в области высоких температур обусловлено дополнительными процессами диффузионно-динамической перестройки дислокационной структуры в условиях, когда длина свободного пробега дислокации определяется средним расстоянием между боль-

шеугловыми границами зерен. В качестве возможного механизма рассматривается зернограничное проскальзывание в материале с неравновесными границами зерен, где избыточные дислокации способны двигаться вдоль границ, внося дополнительный вклад в пластическую деформацию [7]. Влияние зернограничного проскальзывания на пластичность алюминия, подвергнутого РКУП, наблюдалось в [17] при температурах  $T/T_m \sim 0,3$  и среднем размере зерна  $d \sim 1,2$  мкм. Энергия активации этого процесса (0,8–0,9 эВ) оказалась близкой к энергии активации зернограничной диффузии в алюминии. В работе [20] развитием зернограничного скольжения и зернограничной диффузии объясняется высокая скоростная чувствительность напряжения течения алюминиевого сплава с размером зерна  $\sim 0,2$ – $0,4$  мкм. При низкой скорости деформации комнатная температура, по мнению авторов, является достаточной для активации зернограничного проскальзывания, которое стимулирует образование микрополос сдвига. Образование микрополос препятствует дальнейшей макролокализации деформации и способствует увеличению пластичности материала. Влияние зернограничной диффузии и аннигиляции дислокаций в границах зерна на скоростную чувствительность напряжения течения рассмотрено в [10] на основе анализа уравнений эволюции плотности дислокаций. Показано, что в субмикронном диапазоне зерен зернограничная диффузия в ГЦК металлах приводит к увеличению скоростной чувствительности и усилению ее зависимости от температуры. В работе [28] предложена модель пластической деформации алюминиевого сплава, которая удовлетворительно объясняет зависимость напряжения течения от скорости деформации в области малых скоростей механизмом зернограничного проскальзывания с энергией активации  $\sim 0,84$  эВ. При малых скоростях деформации экспериментальные доказательства влияния зернограничного проскальзывания на увеличение скоростной чувствительности напряжения течения получены в [18].

## 5. Выводы

1. Термоактивационный анализ температурных зависимостей скоростной чувствительности напряжения течения КЗ и УМЗ алюминия, деформированного растяжением, показал, что в интервале температур 4,2–295 К пластическая деформация определяется действием нескольких дислокационных механизмов.

2. Зависимость параметра скоростной чувствительности  $m$  от температуры деформации КЗ алюминия в области температур 4,2–120 К, а также УМЗ алюминия в области 4,2–40 К соответствует случаю, когда пластическая деформация контролируется еди-

ным термоактивированным механизмом пересечения дислокаций «леса».

3. Повышенная скоростная чувствительность напряжения течения КЗ алюминия в области температур 120–295 К и УМЗ алюминия в области 77–140 К объясняется переходом с ростом температуры от пересечения к поперечному скольжению дислокаций. С уменьшением среднего размера зерна температура активации поперечного скольжения уменьшается.

4. Высокая скоростная чувствительность напряжения течения УМЗ алюминия в области температур выше 140 К объясняется влиянием зернограничной диффузии и зернограничного проскальзывания вследствие измельчения зерна и формирования большеугловых границ в процессе РКУП.

Авторы выражают благодарность профессору Ю.Я. Эстрину и профессору В.В. Пустовалову за интерес к работе, а также старшему научному сотруднику С.Э. Шумилину и инженеру Ю.Г. Казарову за приготовление ультрамелкозернистых образцов.

1. U.F. Kocks and H. Mecking, *Prog. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
2. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
3. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*, Логос, Москва (2000).
4. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
5. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Longdon, M.J. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *J. Mater.* **58**, 33 (2006).
6. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* **45**, 103 (2000).
7. H. Conrad and K. Jung, *Mater. Sci. Eng.* **A391**, 272 (2005).
8. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.E. Ashby, *Prog. Mater. Sci.*, Pergamon Press, Oxford (1975), v. 19.
9. V.D. Natsik and H.-J. Kaufmann, *Phys. Status Solidi* **A65**, 571 (1981).
10. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 2161 (2007).
11. J.P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations*, Mc-Graw-Hill, NY (1968).
12. N. Tsuji, Y. Ito, and Y. Minamino, *Scripta Mater.* **47**, 893 (2002).
13. C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Acta Mater.* **53**, 4019 (2005).
14. Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, *ФТТ* **47**, 816 (2005).
15. H. Miyamoto, K. Ota, and T. Mimaki, *Scripta Mater.* **54**, 1721 (2006).
16. J. May, H.M. Hoppel, and M. Goken, *Scripta Mater.* **53**, 189 (2005).
17. N.Q. Chinh, P. Szommer, T. Csanadi, and T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng.* **A434**, 326 (2006).
18. M. Wang and A. Shan, *J. Alloys Compounds* **455**, L10 (2008).
19. I. Sabirov, Y. Estrin, M.R. Barnett, I. Timokhina, and P.D. Hodgson, *Scripta Mater.* **58**, 163 (2008).



20. I. Sabirov, M.R. Barnett, Y. Estrin, and P.D. Hodgson, *Scripta Mater.*, to be published (2009).
21. 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)].
22. В.В. Пустовалов, *ФНТ* **26**, 515 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 375 (2000)].
23. A.H. Cottrell and R.J. Stokes, *Proc. R. Soc.* **A233**, 17 (1955).
24. R.A. Mulford, *Acta Met.* **27**, 1115 (1979).
25. H. Mecking and U.F. Kocks, *Acta Met.* **29**, 1865 (1981).
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).
27. O.D. Sherby, J.L. Lytton, and J.E. Dorn, *Acta Met.* **5**, 219 (1957).
28. N. Du, A.F. Bower, P.E. Krajewski, and E.M. Taleff, *Mat. Sci. Eng.* **A494**, 86 (2008).

Strain-rate sensitivity of flow stress of ultrafine  
grained aluminum in the temperature  
range 4.2–295 K

N.V. Isaev, T.V. Grigorova, and P.A. Zabrodin

The influence of grain size on dislocations interaction mechanisms determining the plastic deformation of aluminum in the temperature range

4.2–295 K was studied. For this purpose the coarse-grained (CG) and ultrafine-grained (UFG) specimens produced by equal-channel angular pressing were deformed in tension at constant strain-rate  $\dot{\epsilon}$  as well as with rate cycling along the  $\sigma(\epsilon)$  curve. The effect of deformation temperature on work hardening rate and strain-rate sensitivity of flow stress is compared for the CG and UFG materials. The thermal activation analysis of the experimental data suggests that the dependence of strain-rate sensitivity parameter  $m = [\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}]_T$  on grain size and temperature may be attributed to the change of dislocation mechanisms controlling the plastic deformation of aluminum. In the temperature range 4.2–40 K the plastic deformation of CG and UFG materials is governed by the same mechanism of dislocation intersections. In the ranges 120–295 K for CG and 77–140 K for UFG aluminum an increase in the  $m$  value results from the activation of dislocation cross-slipping. Above 140 K the grain boundary diffusion and activation of grain boundary sliding may be responsible for a low work hardening and an enhanced strain-rate sensitivity of flow stress of UFG aluminum.

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

Keywords: aluminum, equal-channel angular pressing, deformation, strain-rate sensitivity.