

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР
ИМ. Б. И. ВЕРКИНА НАН УКРАИНЫ

На правах рукописи

Забродин Павел Андреевич

УДК 539.381; 539.382.2; 539.389.1

Низкотемпературная пластическая деформация
ультрамелкозернистых поликристаллов Al, Al-Li, Mg-Al-Zn

01.04.07 – Физика твердого тела

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

Исаев Н. В.

кандидат физ.-мат. наук,

старший научный сотрудник

Харьков – 2015

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	7
РАЗДЕЛ 1. МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИКРИСТАЛЛОВ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИПД (ОБЗОР)	13
1.1. Основы технологии интенсивной пластической деформации (ИПД)	13
1.1.1. Равноканальное угловое прессование (РКУП)	14
1.1.2. Равноканальная угловая гидроэкструзия (РУГЭ).....	15
1.2. Микроструктура ИПД- материалов.....	16
1.2.1. Средний размер зерна и средняя плотность дислокаций.....	17
1.2.2. Текстура.....	22
1.2.3. Другие особенности структуры.....	24
1.3. Пластическая деформация ИПД – поликристаллов.....	25
1.3.1. Влияние микроструктуры на напряжение течения.....	25
1.3.2. Влияние температуры на напряжение течения	27
1.3.3. Скоростная чувствительность напряжения течения....	30
1.3.4. Деформационное упрочнение и устойчивость при растяжении.....	34
1.3.5. Неустойчивая (скачкообразная) пластическая деформация при низких температурах.....	39
Выводы к Разделу 1	46
РАЗДЕЛ 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА	47
2.1. Объекты исследования и способы их получения.....	47
2.1.1. Технически чистый Al.....	48
2.1.2. Твердый раствор Al-Li.....	49
2.1.3. Сплав Mg-Al-Zn.....	51
2.2. Изучение микроструктуры ультрамелкозернистых (УМЗ) поликристаллов.....	52

2.2.1. Технически чистый Al	52
2.2.2. Твердый раствор Al-Li	53
2.2.3. Сплав Mg-Al-Zn	54
2.3. Изучение низкотемпературной пластической деформации.....	55
2.3.1. Низкотемпературные деформационные установки.....	55
2.3.2. Основные параметры пластичности и прочности	60
2.3.3. Деформация при температуре 0,5 К с промежуточным отжигом.....	61
РАЗДЕЛ 3. ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	
УМЗ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ Al, Al-Li, Mg-Al-Zn В ИНТЕРВАЛЕ	
ТЕМПЕРАТУР 4,2 - 350 К.....	
3.1. Технически чистый Al.....	63
3.1.1 Кривые растяжения	63
3.1.2 Температурные зависимости предела текучести.....	65
3.1.3 Скоростная чувствительность напряжения течения.....	67
3.1.4 Анализ результатов эксперимента.....	68
3.2 Твердый раствор Al-Li.....	76
3.2.1 Микроструктура после комбинированной гидроэкструзии	76
3.2.2 Кривые растяжения.....	81
3.2.3 Температурные зависимости параметров кривых растяжения.....	82
3.2.4. Скоростная чувствительность напряжения течения.....	84
3.2.5 Анализ результатов эксперимента	85
3.3. Сплав Mg-Al-Zn.....	92
3.3.1. Микроструктура.....	92
3.3.2. Кривые растяжения	93
3.3.3. Температурные зависимости предела текучести.....	96

3.3.4. Скорость деформационного упрочнения.....	99
3.3.5. Скоростная чувствительность напряжения течения	101
Выводы к Разделу 3.....	104
РАЗДЕЛ 4. ЛОКАЛИЗАЦИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	
ПРИ РАСТЯЖЕНИИ УМЗ Al И Al-Li	107
4.1. Распределение пластической деформации вдоль образца.....	107
4.2. Численная оценка однородности распределения.....	110
4.3. Распределение микротвердости вдоль образца.....	113
4.4. Поверхность разрушения.....	114
4.5. Равномерная деформация. Эксперимент.....	115
4.6. Анализ экспериментальных данных.....	117
Выводы к Разделу 4.....	124
РАЗДЕЛ 5. МИКРОСТРУКТУРА И ПЛАСТИЧЕСКАЯ	
ДЕФОРМАЦИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ Al-Li ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ	
0,5 К.....	126
5.1. Микроструктура поликристаллов до и после отжига.....	126
5.2. Деформационное упрочнение и скачкообразная деформация.....	127
5.3. Анализ результатов эксперимента.....	134
5.3.1. Напряжение течения.....	134
5.3.2. Амплитуда и статистика скачкообразной деформации..	136
Выводы к Разделу 5.....	141
ВЫВОДЫ.....	142
Список литературы.....	145

СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

- σ_0 – предел текучести поликристалла
- σ – деформирующее напряжение поликристалла
- σ_{tr} – истинное напряжение течения поликристалла
- σ_{max} – максимальное напряжение (предел прочности)
- $\Delta\sigma$ – скачок деформирующего напряжения при низкотемпературной скачкообразной деформации
- ε – пластическая деформация
- ε_u – равномерная пластическая деформация
- ε_{tr} – истинная деформация
- $\dot{\varepsilon}$ – скорость пластической деформации
- ε_{max} – максимальная пластическая деформация
- e_{Σ} – эквивалентная деформация при ИПД
- ε_i – локальная пластическая деформация i -того участка образца
- θ – коэффициент деформационного упрочнения
- m – параметр скоростной чувствительности напряжения течения
- x_i – координата i -того участка образца
- 2θ – угол рассеяния рентгеновских лучей
- a – параметр решетки
- c – атомная концентрация примеси
- L – размер области когерентного рассеяния
- $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ – средняя микродеформация
- ρ_L – плотность дислокаций в границах кристаллитов
- ρ_{ε} – плотность хаотичных дислокаций внутри области когерентного рассеяния
- ρ – средняя рентгеновская плотность дислокаций
- d – средний размер зерна
- ν – коэффициент вариации
- μ – модуль сдвига

M – фактор Тейлора

ν_p – коэффициент Пуассона

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ИПД – интенсивная пластическая деформация

УМЗ – ультрамелкозернистый

КЗ – крупнозернистый

SC (*squeeze casting*) – литье под давлением

SPD (*severe plastic deformation*) – интенсивная пластическая деформация

РКУП – равноканальное угловое прессование

РУГЭ – равноканальная угловая гидроэкструзия

ГЭ – прямая гидроэкструзия

ОКР – область когерентного рассеяния

НТСД – низкотемпературная скачкообразная деформация

ДУ – деформационное упрочнение

ГЗ – границы зерна

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Изучение дислокационных механизмов пластической деформации металлов и сплавов в зависимости от их микроструктуры является одной из актуальных задач современной физики твердого тела. В настоящее время установлено, что механическое поведение поликристаллов под действием внешней силы определяется средним размером зерна, а также процессами зарождения, размножения и перестройки дислокаций в ходе пластической деформации. Так, упрочнение ГЦК металлов и сплавов обусловлено, прежде всего, накоплением дислокаций при пересечении дислокаций «леса», а также их взаимодействием с границами субзерен и зерен. При этом 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. Средняя плотность дислокаций и средний размер зерна 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 заданного изменения микроструктуры поликристаллов является интенсивная пластическая деформация (ИПД). В результате измельчения зерна, которое сопровождается образованием неравновесных границ с большими углами разориентации и ростом средней плотности дислокаций, поликристаллические материалы, подвергнутые ИПД, приобретают полезные физико-механические свойства для решения прикладных задач. С другой стороны, в силу особенностей своей микроструктуры ИПД-поликристаллы представляют большой интерес в качестве новых объектов для изучения физических механизмов пластической деформации.

В последнее время удалось установить, что в области комнатной температуры пластическая деформация объемных микро- и ультрамикрозернистых (УМЗ) ГЦК-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, а кинетика дислокационных процессов зависит от скорости деформации и температуры.

Для эффективного изучения механизмов пластической деформации с различной энергией активации особое значение приобретают экспериментальные исследования в максимально широком интервале температур, включая область низких и сверхнизких (ниже 1 К) температур. В этой области температур могут быть подавлены диффузионные процессы, что позволяет изучать дислокационные механизмы пластической деформации с различной энергией активации. Таким образом, соответствующие экспериментальные данные для УМЗ и КЗ поликристаллов и их сравнительный анализ могут служить эффективным методом получения новых сведений о низкотемпературных (НТ) механизмах пластической деформации кристаллических материалов.

Основными критериями при выборе материала, используемого в технике при криогенных температурах, являются малый удельный вес, высокие прочность и пластичность. Сочетание этих свойств в Al и его сплавах делают эти материалы востребованными для применения в криогенной технике, авиакосмической и других отраслях промышленности. Однако, перспектива конструкционного использования этих материалов после ИПД (в микро и нанокристаллическом состоянии) определяется степенью изученности особенностей их поведения в условиях низких и сверхнизких температур.

Связь работы с научными темами. Диссертационная работа выполнена в Физико-техническом институте низких температур имени Б. И. Веркина НАН Украины в рамках тематических планов по ведомственным тематикам: “Нові закономірності і механізми непружної деформації твердих тіл в умовах помірного та глибокого охолодження” (№ госрегистрации 0107U000943, срок выполнения 2007-2011 гг.); “Фізико-механічні властивості нанокристалічних, ультрадрібнозернистих та аморфних твердих тіл в умовах низьких та наднизьких температур” (№ госрегистрации 0112U002638, срок выполнения 2002-2014 гг.).

Целью работы является изучение влияния микроструктуры, сформировавшейся в результате ИПД, на механические свойства поликристаллов чистого Al и сплавов Al-Li и Mg-Al-Zn при их пластической деформации в интервале низких и сверхнизких температур.

Для достижения поставленной цели решались такие задачи:

1. Установление влияния микроструктуры, сформированной в результате ИПД, на пластическую деформацию поликристаллов Al при растяжении в интервале температур 4,2-295 К. Влияние размера зерна и температуры на скоростную чувствительность напряжения течения.

2. Определение влияния различных методов ИПД на прочность и пластичность микрозернистых поликристаллов Al-Li и Mg-Al, деформированных растяжением в интервале температур 4,2 – 350 К. Влияние размера зерна и текстуры на прочность и пластичность поликристаллов с ГЦК и ГПУ решетками.

3. Определение влияния микроструктуры и температуры на равномерную пластическую деформацию при растяжении микрозернистых поликристаллов Al и Al-Li в интервале температур 4,2-350 К.

4. Исследование особенностей деформационного упрочнения и низкотемпературной скачкообразной деформации в поликристаллах Al-Li с различной микроструктурой, деформированных растяжением при сверхнизкой температуре.

Объектом исследования являются закономерности пластической деформации микрзернистых поликристаллов при низких температурах.

Предмет исследования – влияние микроструктуры, сформировавшейся в результате ИПД, на дислокационные механизмы низкотемпературной пластической деформации.

Метод исследования – рентгено-структурный анализ кристаллических материалов, трансмиссионная и сканирующая электронная, оптическая микроскопия, активная деформация растяжением с постоянной скоростью в широком интервале низких температур (включая 0,5 К), с использованием следующих охлаждающих жидкостей: N, ^4He , ^3He .

Научная новизна полученных результатов.

1. Впервые установлено, что низкотемпературная пластическая деформация ультрамелкозернистых поликристаллов Al и Al-Li с ростом температуры определяется последовательной активацией механизмов пересечения дислокаций «леса», поперечного скольжения дислокаций и зернограничного проскальзывания. Пороговые температуры активация поперечного скольжения дислокаций (77 К) и зернограничного проскальзывания (140 К) в ультрамелкозернистом Al в 1,5-2 раза ниже, чем в крупнозернистом поликристалле.

2. Показано, что низкотемпературный предел текучести ультрамелкозернистых поликристаллов с ГЦК (Al-Li) и ГПУ (Mg-Al-Zn) решетками определяется средним размером зерна, средней плотностью дислокаций и текстурой. Упрочнение кристаллов за счет измельчения зерна при интенсивной пластической деформации сопровождается разупрочнением за счет усиления текстуры, благоприятной для легкого скольжения дислокаций.

3. Впервые установлено, что при низких температурах величина равномерной пластической деформации поликристаллов Al и Al-Li зависит от величины коэффициента аннигиляции дислокаций, предела текучести и коэффициента деформационного упрочнения. Уменьшение пластичности

ультрамелкозернистых поликристаллов по сравнению с крупнозернистыми обусловлено увеличением их предела текучести и уменьшением скорости деформационного упрочнения из-за увеличения плотности границ зерен и дислокаций в результате ИПД.

4. Показано, что амплитуда и статистика скачков напряжения при низкотемпературной скачкообразной деформации поликристаллов Al-Li зависят от микроструктуры. Уменьшение средней плотности дислокаций и рост зерна при отжиге вызывают уменьшение амплитуды скачкообразной деформации и изменение характера распределения скачков напряжения по амплитуде. Корреляция между средней амплитудой скачков напряжения, средним коэффициентом деформационного упрочнения поликристалла и средней плотностью дислокаций указывает на дислокационную природу скачкообразной деформации: коллективное движение дислокационных лавин, масштаб которых определяется микроструктурой кристалла.

Научное и практическое значение полученных результатов.

Полученные в ходе исследования результаты будут способствовать развитию теоретических представлений о природе низкотемпературных особенностей пластической деформации некоторых материалов с ГЦК-структурой, обусловленных их структурными неоднородностями. Решение поставленной задачи позволяет получить новые сведения о низкотемпературных процессах пластической деформации металлов и сплавов, используемых в качестве конструкционных материалов в криогенных приборах и устройствах.

Личный вклад соискателя заключается в активном участии в планировании, постановке задачи, подготовке и проведении экспериментов. В диссертационной работе приводятся результаты комплексных исследований, выполненных автором совместно с отечественными и зарубежными учеными. Анализ, обсуждение и интерпретация всех полученных результатов, написание статей осуществлялось совместно с научным руководителем и соавторами. К самостоятельной работе автора относятся проведение эксперимента, обработка данных, доклады на

конференциях, а также формулировка основных научных выводов, приведенных в диссертационной работе. Таким образом, личный вклад диссертанта является определяющим.

Апробация результатов диссертации. Материалы диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих международных конференциях: 9-а та 11-а Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах (Харків, 2009, 2013); межд. науч. – техн. конф. «Низкотемпературная прочность» (Киев, 2010); I - VI intern. Conf. for Young Scientists. «Low temperature physics» (Kharkiv, 2010-2015); 51 международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Харьков, 2011); XXII International Congress and General Assembly International Union of Crystallography (Madrid, Spain, 2011); межд. науч. конф. «DFMN» (Москва, Россия, 2011, 2013); 27th European Crystallography Meeting (Bergen, Norway, 2012); межд. науч. конф. «XX Петербургские чтения по проблемам прочности» (Санкт-Петербург, Россия 2012); межд. науч. конф. «Высокие давления. Фундаментальные и прикладные аспекты» (Судак, 2012); International research and practice conference «Nanotechnology and nanomaterials» (Bukovel, Ukraine, 2013); III межд. науч. – техн. конф. «Функциональные и конструкционные поликристаллы» (Донецк, 2013).

Публикации. Главные результаты диссертационной работы опубликованы в 5 статьях в специализированных научных журналах, 18 докладах в сборниках тезисов на международных конференциях.

Структура диссертации. Диссертация состоит из пяти глав, заключения и списка цитируемой литературы. Диссертация включает 157 страниц печатного текста, 70 рисунков и 5 таблиц. Список использованных литературных источников состоит из 127 трудов.

РАЗДЕЛ 1

МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИКРИСТАЛЛОВ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИПД (ОБЗОР)

В обзоре научных публикаций о микроструктуре, пластичности и прочности микрозернистых материалов ограничимся исследованиями легких металлов и сплавов с плотноупакованной решеткой, подвергнутых интенсивной пластической деформации путем равноканального углового прессования (РКУП) или путем комбинации прямой и угловой гидроэкструзии. Указанные технологии ИПД, наиболее распространенные в настоящее время, позволяют получать поликристаллы с малым размером зерна, высокой долей большеугловых границ зерен, высокими внутренними напряжениями вследствие искажений кристаллической решетки, высокой плотностью дислокаций, ориентационной и морфологической текстурой. Поликристаллы с такой микроструктурой, как правило, отличаются повышенной прочностью по сравнению с исходными крупнозернистыми поликристаллами, а также обладают рядом других физических свойств, имеющих большое прикладное значение. Кроме того, глубоко модифицированная микроструктура материалов, подвергнутых ИПД, представляет интерес для фундаментальных исследований, в частности, при изучении дислокационных механизмов пластической деформации.

1.1. Основы технологии интенсивной пластической деформации

Задачей ИПД является формирование нано-, субмикро-, микроструктур (структур зеренного типа с большой разориентацией ГЗ) в массивных металлических образцах при относительно низких температурах путем очень больших деформаций в условиях высоких приложенных давлений [1-4]. Как правило, сформировавшиеся зерна (фрагменты) имеют специфическую субструктуру, связанную с присутствием решеточных и зернограницных дислокаций и дисклинаций, наличием больших упругих искажений кристаллической решетки, вследствие чего области когерентного рассеяния, измеренные рентгеновскими методами, обычно составляют менее

100 нм [2-3]. Заготовки из материалов, обработанные методами ИПД, обладают сравнительно низкой пористостью, а их большие геометрические размеры позволяют проводить тщательные исследования механических и физических свойств.

1.1.1. Равноканальное угловое прессование (РКУП). В настоящее время РКУП является наиболее широко используемым методом ИПД [2]. Принцип и схема РКУП показаны на рис. 1.1 и 2.1. Образец, имеющий форму прутка круглого или квадратного сечения, прессуется в матрице через сопрягающиеся под определенным углом каналы. Используют четыре основных маршрута прессования: маршрут *A* — без вращения заготовки, маршруты *B_A* и *B_C*, предполагающие вращение заготовки вокруг ее продольной оси (позволяет задействовать различные системы скольжения [5]) на 90° в разных либо одном направлении, соответственно, и маршрут *C*, предполагающий вращение на 180° . Считается [5-6], что реализация маршрута *B_C* (с углом пересечения каналов $\Phi = 90^\circ$) является наиболее эффективной для формирования однородных УМЗ структур, состоящих из равноосных зерен с высокими углами разориентации. Поскольку размеры заготовки в поперечном сечении не изменяются, для достижения высоких степеней деформации прессование может производиться многократно.

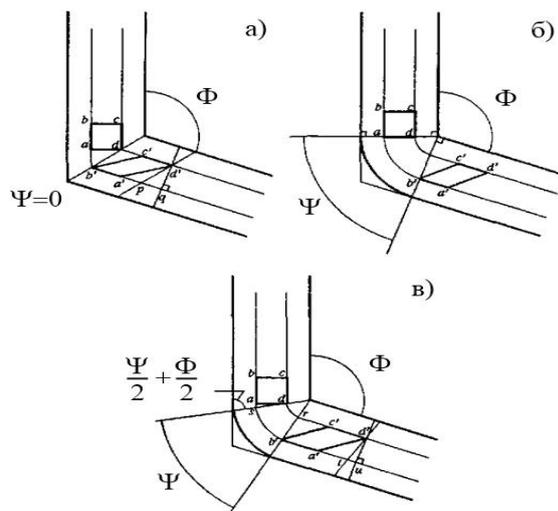


Рис.1.1. Схемы РКУП: а — $\Psi = 0^\circ$; б — $\Psi = \pi - \Phi$; в — Ψ лежит между $\Psi = 0^\circ$ и $\Psi = \pi - \Phi$ [7].

Эквивалентная деформация e_{Σ} , которая реализуется в процессе РКУП, определяется соотношением угла сопряжения каналов Φ и угла внешнего сопряжения Ψ [6]. Как правило, за один проход заготовки накопленная деформация e_{Σ} составляет величину порядка 1—1,16.

В процессе ИПД при комнатной температуре заготовка существенно нагревается, что приводит к активации процессов релаксации (рекристаллизации) микроструктуры, особенно существенной для легкоплавких материалов. Это ограничивает возможности получения методом РКУП поликристаллов алюминия и его сплавов с размером зерна менее 100 нм.

ИПД поликристаллов с ГПУ структурой (например, Mg и его сплавов) часто проводится при повышенных температурах, благодаря чему в дополнение к базисному скольжению активируются вторичные системы скольжения. Активация множественного скольжения решает проблему пластичности Mg и его сплавов при РКУП, что позволяет получать поликристаллы с различным размером зерна [8-11].

1.1.2. Равноканальная угловая гидроэкструзия. Одной из причин, ограничивающих широкое применение РКУП, является высокое давление прессования, особенно с увеличением длины заготовки. Давление прессования можно снизить за счет уменьшения потерь на трение заготовки в матрице. Это реализуется в методе равноканальной угловой гидроэкструзии (РУГЭ) [12]. Метод РУГЭ позволяет уменьшить относительную площадь контакта заготовки с инструментом во входном канале, поэтому относительная длина заготовки l может превышать десять диаметров d и ограничивается только размерами контейнера. В случае РКУП величина $l/d \sim 3$. Схемы РУГЭ с одной и двумя зонами сдвига показаны на рис. 1.2. Заготовка выдавливается из контейнера жидкостью, сжатой до высокого давления, которое, однако, существенно ниже, чем при РКУП.

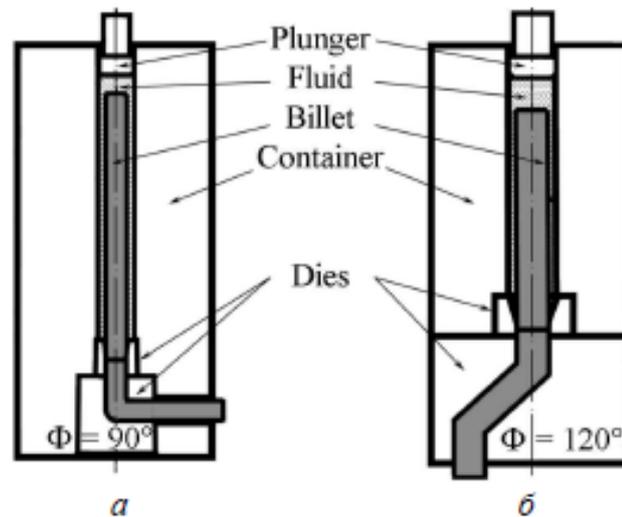


Рис. 1.2. Схемы угловой гидроэкструзии с одной (а) и двумя (б) зонами сдвига [13].

Как и в случае РКУП, при многократной РУГЭ измельчение зерна ограничивается процессами динамического возврата и рекристаллизации. Для повышения плотности деформационных (накопленных) дефектов применяется низкотемпературная квазигидроэкструзия при всестороннем обжатии (барокриодеформирование) [14-15]. Метод позволяет получать мелкодисперсную структуру с большой плотностью дефектов даже в материалах, которые при низких температурах обладают малой пластичностью.

1.2. Микроструктура ИПД- материалов.

Микроструктура материалов, подвергнутых ИПД, зависит от применяемого метода, количества проходов, режима обработки, фазового состава и исходного состояния заготовки. Основными характеристиками микроструктуры являются средний размер зерна, распределение зерен по размерам, разориентация границ зерен, наличие субзерен, плотность дислокаций и их распределение в объеме. Как правило, эти характеристики меняются одновременно, поэтому для их изучения применяются комплексные исследования с использованием трансмиссионной и сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и других методов структурного анализа.

1.2.1. Средний размер зерна и средняя плотность дислокаций. Как уже отмечалось, для объектов, исследованных в данной работе, а именно, для алюминия, твердых растворов на его основе, а также для магниевых сплавов стандартная технология РКУП позволяет получить средний размер зерна не менее $d \sim 200\text{--}300$ нм [2]. Влияние количества проходов и маршрута прессования на микроструктуру этих материалов, изученное в работах [16–18], иллюстрируют рис. 1.3 и 1.4. Так, в [18] методом ТЭМ показано, что после одного прохода в заготовке А1 формируются малоугловые ячейки в виде деформационных полос (рис. 1.3. (а)), т.е. образуется структура с вытянутыми субзернами. Увеличение числа проходов до четырех обеспечивает постепенное превращение субзеренных границ в большеугловые (зеренные) границы, но это происходит только при маршруте В (рис. 1.3. (б)), а при маршрутах А (рис. 1.3. (в)) и С (рис. 1.3. (г)) структура остается преимущественно субзеренной с малыми углами разориентации. В случае реализации четырех проходов по любому из маршрутов РКУП средний размер субзерен и зерен в А1 колеблется в интервале от 0,5 до 1,5 мкм.

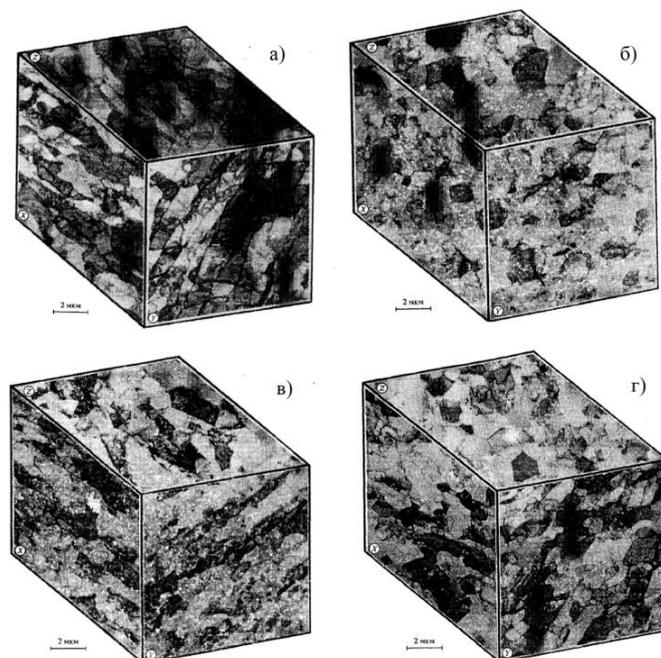


Рис. 1.3. Микроструктура чистого А1 после: а) – одного прохода РКУП, б) – после 4 проходов по маршруту В, в) – после 4 проходов по маршруту А, г) – после четырех проходов по маршруту С [18].

Увеличение числа проходов прессования магниевое сплава приводит к аналогичному результату (см. рис.1.4): форма зерен постепенно становится равноосной, а их средний размер уменьшается и после семи проходов составляет $d \sim 2,5$ мкм.

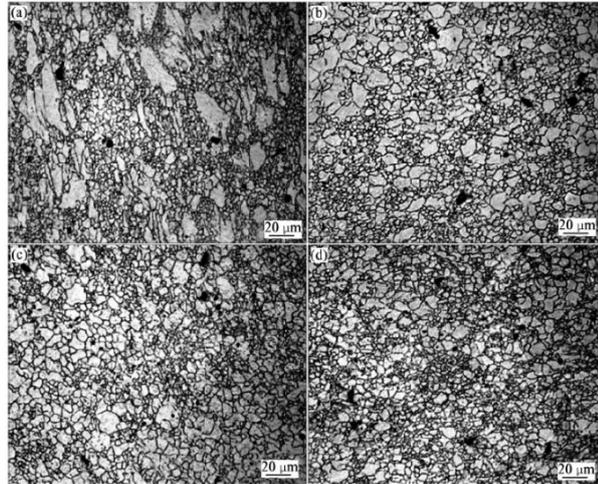


Рис. 1.4. Эволюция структуры магниевое сплава AZ31 после РКУП:
а) – 1 проход, б) – 3 прохода, в) – 5 проходов, г) – 7 проходов [17].

Измельчение зерна при ИПД сопровождается изменением природы границ между структурными доменами. В процессе эволюции микроструктуры малоугловые границы субзерен преобразуются в большеугловые границы зерен в результате пространственного перераспределения дислокаций в пользу границ. Схему эволюции структуры поликристалла при интенсивной (гигантской) пластической деформации можно представить, как показано на рис. 1.5 из работы [19]. В результате ИПД расстояние между большеугловыми границами d становится равным или меньше размера субзерен w с малоугловыми границами. В случае КЗ поликристаллов дислокации распределены внутри субзерен, а в случае ИПД-поликристаллов плотность дислокаций вблизи большеугловых границ выше, чем в теле зерна.

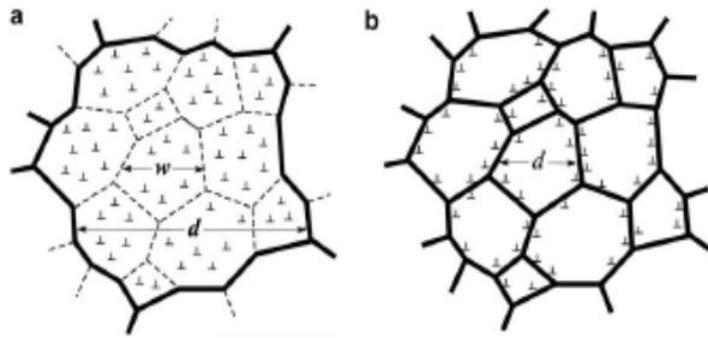


Рис. 1.5. Структура (а) КЗ материала с субзеренной структурой внутри зерна и (б) УМЗ материал [19] (\perp - дислокации; тонкие пунктирные линии - малоугловые границы; толстые сплошные линии – границы с большим углом разориентации).

Прямые доказательства увеличения доли большеугловых границ, которое сопровождается ростом внутренних напряжений и упругих искажений кристаллической решетки, были получены в работах [2, 20-21] методами ТЕМ. Так, в [2] при исследовании ИПД-алюминия наблюдались три типа зерен. В малых зернах ($d < 100$ нм) решеточные дислокации практически отсутствовали, в зернах среднего размера (200-300 нм) наблюдались отдельные хаотически расположенные дислокации, а в больших зернах (400-500 нм) зафиксировано формирование дислокационных стенок и субзерен. При этом характерная величина средней плотности дислокаций ρ в материале после ИПД увеличивалась до $(1-10) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в отличие от отожженного алюминия, где $\rho \approx 2,4 \times 10^{11} \text{ м}^{-2}$ [22].

Аналогичные оценки средней плотности дислокаций были получены в работе [23] при анализе данных рентгеновской дифрактометрии (X-Ray diffraction - XRD). Как видно на рис. 1.6., с увеличением числа проходов РКУП средняя плотность дислокаций ρ в чистом алюминии увеличивалась до $2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, а в сплаве Al-3%Mg достигала $20 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. При этом характерный размер области когерентного рассеяния (ОКР), характеризующий размер кристаллитов, уменьшался до 0,25 мкм в Al и до 0,1 мкм в сплаве. Различия в параметрах микроструктуры чистого металла и сплава при одинаковой

степени РКУП авторы объясняют влиянием растворенного магния в алюминии на замедление процессов возврата после ИПД [23].

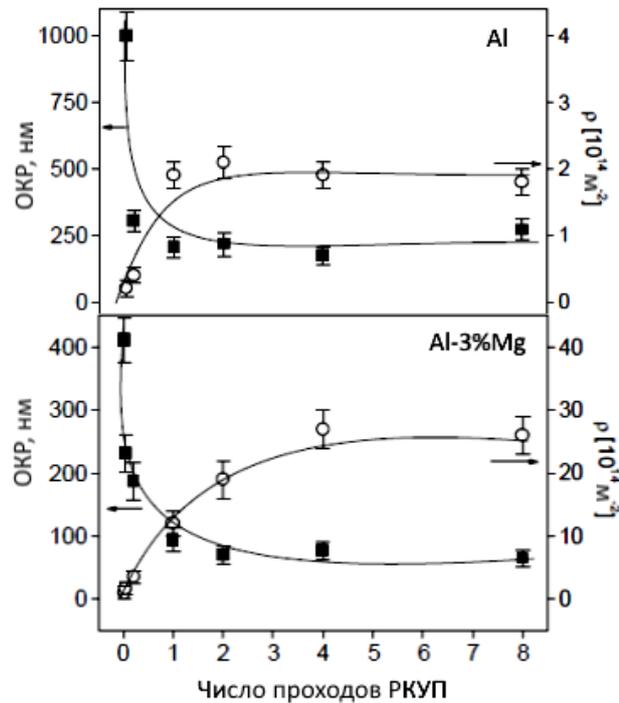


Рис. 1.6. Средний размер кристаллита (ОКР) – сплошные квадраты и плотность дислокаций ρ – светлые кружки в зависимости от числа проходов РКУП для чистого алюминия и сплава Al-3%Mg [23].

Такое предположение подтверждается в работах [2, 24] данными о влиянии примесей и второй фазы на структуру сплава Al-Mg после ИПД. Показано, что при добавлении в Al от 1 до 3 вес. % Mg получаемый размер зерен значительно уменьшается [24]. Однако легирование приводит к необходимости увеличения числа проходов при РКУП для достижения однородной структуры с равноосными доменами. По мнению авторов это связано с уменьшением подвижности дислокаций и понижением скорости возврата в присутствии атомов примеси.

Более существенное влияние на эти процессы оказывают частицы второй фазы. При наличии в матрице сплава более прочных частиц второй фазы в процессе ИПД миграция границ зерен замедляется, кроме того, может происходить дробление и даже растворение частиц вследствие механического легирования, что может приводить к образованию

пересыщенного твердого раствора. В результате средний размер зерна после ИПД становится меньше, чем в чистом металле [2].

Следует отметить важное для алюминия и его сплавов обстоятельство: оценки размера зерна методами ТЭМ, как правило, в несколько раз превосходят данные о размере кристаллитов, полученные методами рентгеновской дифрактометрии. Это может быть связано с фрагментированием относительно крупных структурных элементов (с размерами > 100 нм) на более мелкие (например, формированием внутри кристаллита субзерен), которые могут быть разориентированы на достаточно малые углы ($< 1 - 2^\circ$), что усложняет их выявление методом ТЭМ [23, 25]. Поэтому для получения полной картины микроструктуры необходимо использовать методы ТЭМ и рентгеновской дифракции.

Как показано выше, принципиальной особенностью алюминиевых сплавов является то, что независимо от их состава получить устойчивую микроструктуру поликристалла с размером зерна менее 200-300 нм традиционными методами ИПД не удастся. Возможные причины этого рассматривались в работах [26-28]. В работе [28] изучали зависимости размеров дислокационных ячеек Λ от размера зерен d на примере чистого Al, деформированного до 20% при разных температурах. В работах [26-27] с помощью обработки данных [28] были построены зависимости $\Lambda - d^{1/2}$ для разных температур (см. рис.1.7).

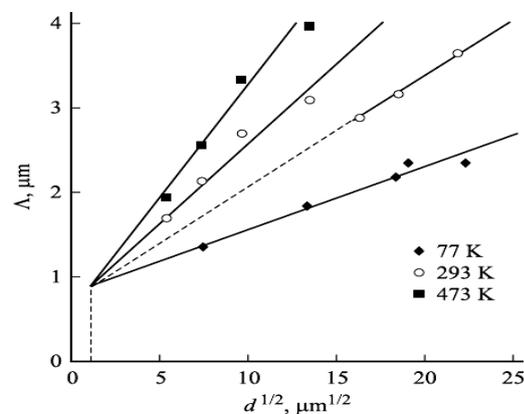


Рис. 1.7. Зависимость размера дислокационных ячеек от размера зерен в Al 99,98% [26, 28].

Как видно на рис. 1.7., прямые пересекаются в одной точке, которая соответствует величине зерна 1 мкм и критическому размеру ячейки 0.9 мкм. Это свидетельствует о том, что размер зерна порядка 1 мкм в алюминии является критическим: при меньших размерах зерен в алюминии не образуется ячеистая дислокационная структура, которая может трансформироваться в микрозеренную структуру при ИПД.

1.2.2. Текстура. Одним из важнейших результатов влияния ИПД на микроструктуру поликристалла является формирование ориентационной текстуры [1, 11, 29], изучение которой требует, как правило, специальных методов исследования. Так, в работе [20] для изучения структуры и текстуры поликристаллов Al полученных путем комбинированной деформации РКУП с последующей прокаткой использовался метод рассеяния электронов EBSD. Было обнаружено, что при переходе от РКУП к прокатке кристаллографическая текстура усиливается.

В работе [30] для изучения текстуры анализировали соотношения интенсивностей дифракционных отражений в алюминии в зависимости от количества проходов РКУП. Установлено, что после одного прохода РКУП в поликристалле образуется слабая текстура, а именно часть зерен с кристаллографическим направлением $\langle 110 \rangle$ [16] ориентирована преимущественно по нормали к боковой поверхности образца. После 4 проходов РКУП текстура ослабевает, а после 8 проходов практически исчезает. Существенное увеличение интенсивности отражений (111) с увеличением количества проходов РКУП иллюстрирует рис. 1.8.

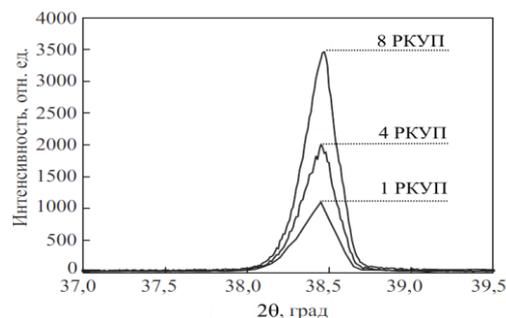


Рис. 1.8. Интенсивность дифракционного максимума (111) в зависимости от числа проходов РКУП в алюминии [30].

Похожая ситуация наблюдается в работе [10] для магниевого сплава, полученного методами прямой и угловой гидроэкструзии (ГЭ). После прямой ГЭ базисные плоскости выстраиваются поперек оси экструзии, что видно по смещению рентгеновских пиков на дифракционной картине (вдоль и поперек оси экструзии), представленной на рис. 1.9. После угловой ГЭ текстура меняет направление и становится благоприятной для базисного скольжения дислокаций.

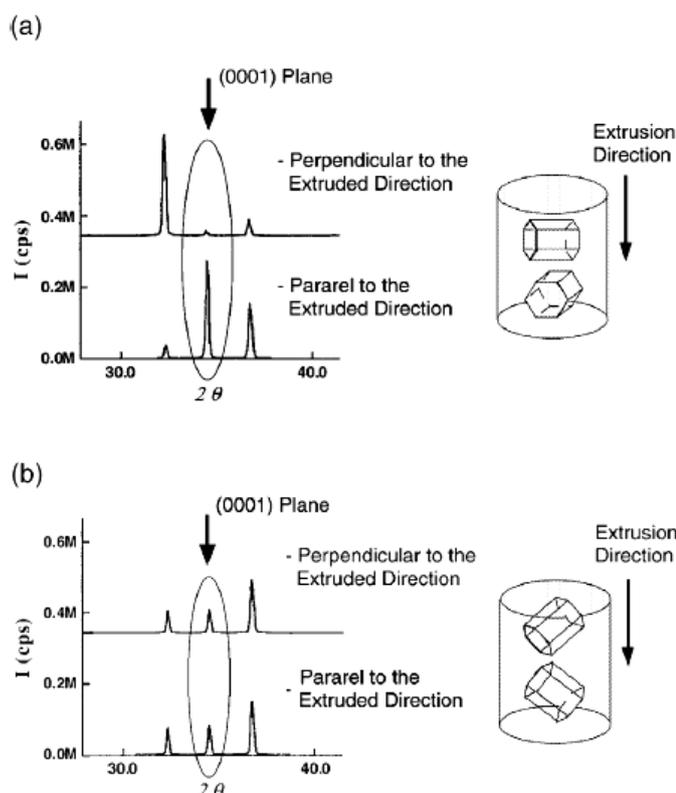


Рис. 1.9. X-Ray дифракционный спектр для сплава Mg-Al: а) – после прямой ГЭ, б) – после угловой ГЭ. Вдоль и поперек оси экструзии [10].

Микроструктурные исследования магниевых сплавов, обработанных горячей прокаткой, указывают на то, что последующая обработка РКУП разрушает базисную кристаллографическую текстуру, характерную для горячекатаных магниевых сплавов, а зерна становятся равноосными [11].

1.2.3. Другие особенности структуры.

Кроме размера, формы зерен и текстуры, важной характеристикой УМЗ материала, является структура границ зерен. После ИПД ГЗ становятся неравновесными, содержат многочисленные зернограницные дефекты, плотность которых можно варьировать специальной термомеханической обработкой или отжигом [1]. Методами ТЭМ прямого разрешения и отражения обратных электронов получены доказательства влияния многократного РКУП (больших накопленных деформаций $\epsilon_{\Sigma} \geq 6 - 8$) при температурах ниже $0,3T_{пл}$ на долю неравновесных ГЗ [20, 31]. На рис. 1.10 приведены соответствующие данные об уменьшении размера зерна и увеличении углов разориентации зерен в зависимости от количества проходов ИПД.

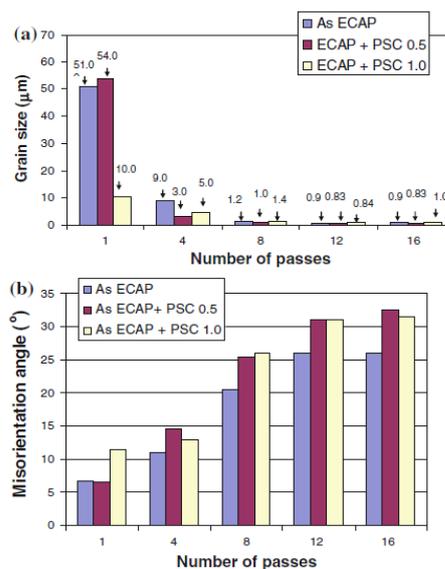


Рис. 1.10. Данные для алюминиевого сплава 1050, приготовленного путем РКУП (ЕСАР), РКУП+прокатка (ЕСАР+PSC) до $\epsilon_{\Sigma} \approx 0,5$ и 1.0: а) – средний размер зерен, б) – степень разориентации зёрен [20].

Интересный результат был получен в [32], где наглядно показано, что при отжиге до температур начала роста зерен, дислокации перемещаются из объема зерна к области вблизи ГЗ. Поэтому даже если общая плотность дислокаций при отжиге понижается, их локальная плотность на ГЗ может возрасти, тем самым увеличивая неравновесность границы. Это может

способствовать зернограничному проскальзыванию в процессе деформации при комнатной температуре.

1.3. Пластическая деформация ИПД – поликристаллов

В настоящее время установлено, что в области комнатной температуры пластическая деформация объемных ИПД-материалов в значительной степени сохраняет дислокационный характер, присущий обычным крупнозернистым материалам, однако механизмы зарождения, скольжения и аннигиляции дислокаций приобретают ряд особенностей, обусловленных ролью большеугловых границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций [26, 33-35]. Прежде всего, с увеличением плотности дислокаций ρ и уменьшением среднего размера зерен d в результате ИПД существенно изменяется характерная длина свободного пробега дислокаций, которая влияет на эволюцию дислокационной структуры при последующей деформации. Кроме того, в условиях высокой плотности дефектов, образовавшихся в процессе ИПД, усиливается роль диффузионно-динамических процессов релаксации, прежде всего, в границах зерен. В результате этого не только предел текучести микрозернистого поликристалла, но и скорость его деформационного упрочнения и, как следствие, пластичность могут существенно отличаться от соответствующих характеристик обычного крупнозернистого поликристалла.

В значительно меньшей степени физические механизмы пластической деформации микрозернистых металлов и сплавов исследованы в области низких температур. Учитывая тему данной работы, обзору основных результатов низкотемпературных исследований уделяется особое внимание.

1.3.1. Влияние микроструктуры на напряжение течения. В общем случае изменение предела текучести σ_y поликристалла вследствие изменения среднего размера его зерен в результате ИПД или отжига описывается эмпирическим соотношением Холла-Петча (ХП) [36-37]

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2} \quad (1.2)$$

где σ_0 – предел текучести монокристалла, K_y – коэффициент Холла-Петча. Согласно модели ХП границы зерен выступают в качестве барьеров для плоских скоплений дислокаций, вызывая концентрацию напряжений и активизацию дислокационных источников в соседних зернах. Таким образом, соотношение (1.2) описывает эстафетный механизм передачи скольжения между соседними зернами и, как правило, хорошо согласуется с экспериментом в интервале зерен $d \geq 50$ нм. В качестве иллюстрации, на рис. 1.10. представлены данные из работы [30] о напряжении течения σ чистого Al при изменении размера зерна d в интервале 50 – 0,5 мкм. Для измельчения зерна использовался метод РКУП при комнатной температуре, а деформацию растяжением проводили при температурах 295, 77 и 4,2 К. Видно, что даже при низких температурах данные эксперимента соответствуют соотношению (1.2), если в качестве σ_0 принять значения 12-17 МПа, характерные для монокристаллов алюминия в изученном интервале температур [38]. Авторы отмечают, что соотношение (1.2) выполняется не только для предела текучести σ_y , но и для напряжения течения, соответствующего $\varepsilon = 0,1$, но при более высоких значениях к-та K_y .

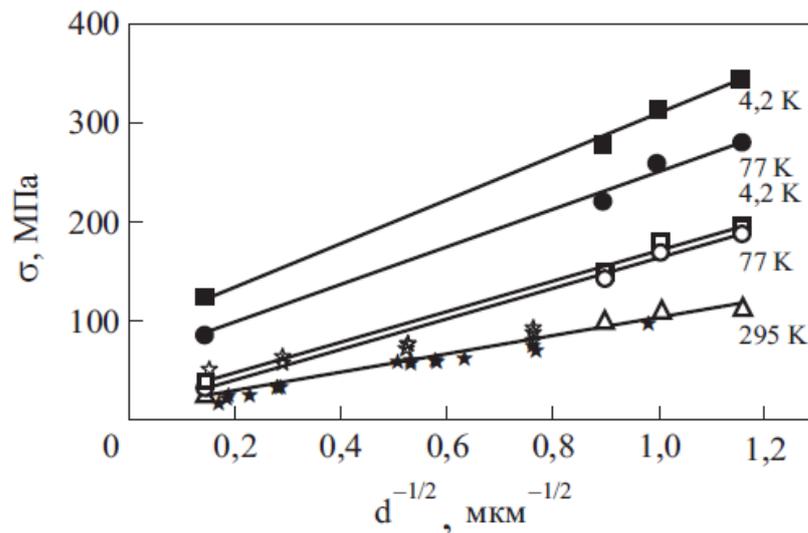


Рис. 1.11. Влияние размера зерна d на напряжение течения σ [30]. Светлые символы – условный предел текучести σ_y ; темные символы – напряжение при деформации $\varepsilon = 0,1$; звездочки - данные [38].

Кроме того, как видно на рис. 1.11, коэффициент Холла-Петча K_y зависит от температуры: при 295 К значение $K_y = 91 \text{ МПа}\cdot\text{мкм}^{1/2}$ соответствует промежуточным значениям, полученным в работах [39] и [38] ($\sim 74 \text{ МПа}\cdot\text{мкм}^{1/2}$ и $\sim 110 \text{ МПа}\cdot\text{мкм}^{1/2}$ соответственно); при 77 К коэффициент возрастает до $153 \text{ МПа}\cdot\text{мкм}^{1/2}$, а при 4,2 К - до $156 \text{ МПа}\cdot\text{мкм}^{1/2}$. Вклад деформационного упрочнения при $\varepsilon = 0,1$ в напряжение σ и его влияние на коэффициент K_y указывают на то, что в механизме ХП существенную роль могут играть границы зерен в качестве источников дислокаций. Зависимость $K_y(T)$ рассматривалась как следствие аннигиляции дислокаций в границах зерен, скорость которой уменьшается с температурой [26, 40-41].

При пластической деформации ГЦК металлов рост деформирующего напряжения, обусловленный увеличением средней плотности дислокаций, как правило, хорошо описывается эмпирическим соотношением Тейлора [42]:

$$\sigma_\mu = \sigma_0 + M\alpha\mu b\rho^{1/2}, \quad (1.3)$$

где σ_0 – напряжение трения, M – фактор Тейлора, α – константа взаимодействия дислокаций (порядка 0,3-0,5 [43]), μ – модуль сдвига, b – длина вектора Бюргерса, ρ – средняя плотность дислокаций, которая может достигать $\sim 10^{15} - 10^{16} \text{ м}^{-2}$. Уравнение (1.3) справедливо и в случае неравномерного распределения дислокаций (ячеистая структура), однако константа α принимает эффективные значения [26]. Параметры σ_0 , α , μ , входящие в (1.3), зависят от температуры.

1.3.2. Влияние температуры на напряжение течения. В отличие от других видов пластической деформации процедура ИПД вызывает одновременно значительные изменения как среднего размера зерна, так и средней плотности дислокаций (см. раздел 1.2). В связи с этим, деформирующее напряжение, измеряемое в экспериментах по дальнейшей пластической деформации ИПД поликристаллов, часто представляют в виде

$$\sigma = \sigma_d + \sigma_\mu + \sigma^*, \quad (1.4)$$

где слагаемые σ_d и σ_μ - внутренние (атермические) напряжения, создаваемые дальнедействующими препятствиями для скользящих дислокаций, а σ^* - эффективное напряжение, обусловленное короткодействующими препятствиями. Напряжение σ_d связано с границами зерен и зависит от d (1.2), а напряжение σ_μ определяется средней плотностью дислокаций ρ (1.3). Считается, что слагаемые σ_d и σ_μ слабо зависят от температуры, прежде всего, в меру температурной зависимости модуля сдвига, а температурная зависимость $\sigma(T)$ определяется в (1.4) компонентой σ^* . Можно предположить, что при низких температурах, где $\sigma^* \geq 0$, различия свойств обычных крупнозернистых и мелкозернистых поликристаллов связаны с разным соотношением внутренних и эффективных напряжений. Экспериментальные исследования зависимостей $\sigma(T)$ для мелкозернистых поликристаллов Al и его сплавов ограничиваются, в основном, температурой кипения жидкого азота, поэтому целесообразно расширить этот интервал в сторону низких температур и сравнить параметры термически активированного движения дислокаций в крупно- и мелкозернистых поликристаллах.

Как правило, для описания кинетики пластической деформации при термофлуктуационном движении дислокаций через систему однотипных короткодействующих препятствий используется уравнение Аррениуса:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\{-H(\sigma^*)/kT\} \quad (1.5)$$

где предэкспоненциальный множитель $\dot{\varepsilon}_0$ - зависит от частоты попыток преодоления барьера и не зависит от σ^* и T ; 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 [44]:

$$H(\sigma^*) = H_0[1 - (\sigma^*/\sigma_c)^p]^q \quad (1.6)$$

где H_0 – энтальпия активации в отсутствие приложенного напряжения, σ_c – пороговое напряжение, необходимое для преодоления препятствия при 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 соотношений (1.5) и (1.6) можно получить явные зависимости σ^* и $(\partial\sigma^*/\partial\ln\dot{\varepsilon})_T$ от температуры:

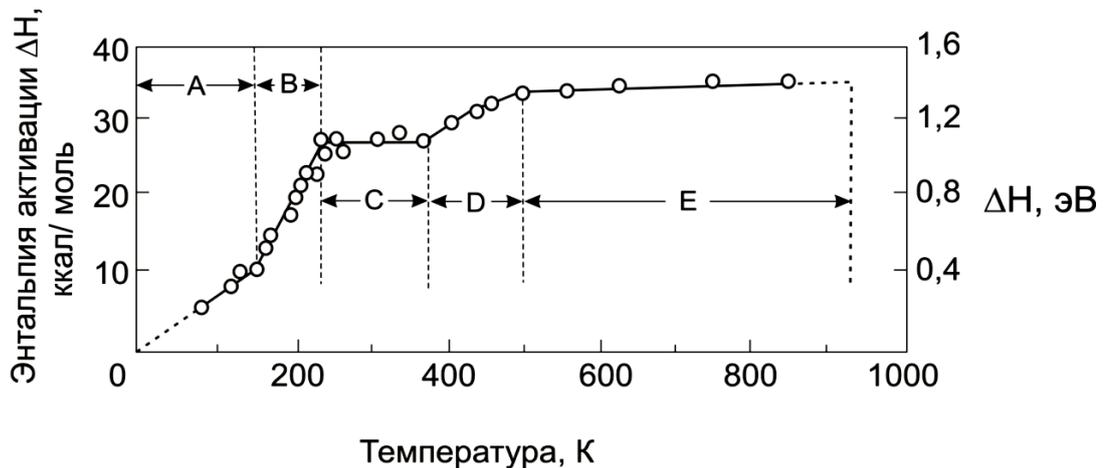
$$\sigma^* = \sigma_c [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{1/p}, \quad (1.7)$$

$$(\partial\sigma^*/\partial\ln\dot{\varepsilon})_T = \sigma_c(pqA)^{-1} (T/T_0)^{1/q} [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{(1-p)/p} \quad (1.8)$$

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

Как показано в [44-45], путем сравнения выражений (1.7) и (1.8) с данными экспериментов можно подобрать оптимальные значения параметров локальных барьеров. Ключевыми параметрами являются пороговая температура T_0 , выше которой $\sigma^* = 0$, и связанная с ней энтальпия активации H_0 , которая характеризует «мощность» барьера и позволяет судить о контролирующем механизме пластической деформации.

Одна из первых попыток в этом направлении была сделана в работе [47], где авторы изучали энтальпию активации ползучести монокристаллов алюминия. Увеличение энтальпии активации ползучести с повышением температуры, показанное на рис. 1.12, авторы объяснили активацией различных механизмов пластической деформации. Так, при $T \leq 150$ К ползучесть алюминия контролируется пересечением дислокаций «леса» (область А) с характерной энергией активации $\sim 0,3 - 0,4$ эВ, а при $T \geq 150$ К происходит постепенный переход от механизма пересечения к механизму поперечного скольжения дислокаций (область В) с характерной энергией активации $\sim 0,5 - 1,0$ эВ. Выше 400 К в процесс включаются высокотемпературные механизмы ползучести.



- A - пересечение дислокаций
- B - переход от пересечения дислокаций к поперечному скольжению
- C - поперечное скольжение
- D - движение винтовых дислокаций со ступеньками
- E - переползание дислокаций

Рис. 1.12. Температурная зависимость энтальпии активации ползучести чистого алюминия [46].

Дальнейшие исследования показали, что полученные в [46] оценки энтальпии активации для монокристаллов Al при низких температурах мало отличаются от данных для крупнозернистых поликристаллов Al и твердых растворов на его основе [47]. Однако, для поликристаллов с микроструктурой оценки пороговой температуры T_0 , энтальпии активации H_0 и других параметров в (1.5) и (1.6.) отсутствуют. Одна из причин – значительная неидентичность микроструктуры ИПД-образцов по сравнению с монокристаллами и отожденными (крупнозернистыми) поликристаллами, которая затрудняет прецизионные измерения, необходимые для сравнения экспериментальных результатов с выражениями (1.7) и (1.8).

1.3.3. Скоростная чувствительность напряжения течения.

Дополнительную информацию, необходимую для определения механизма пластической деформации в заданном интервале температур, позволяют получить эксперименты по циклированию скорости деформации $\dot{\epsilon}$ вдоль деформационной кривой. Для этого при фиксированной температуре регистрируют приращение деформирующего напряжения $\Delta\sigma$ в результате

приращения $\Delta \dot{\epsilon}$. Для ГЦК металлов полученные данные, построенные в координатах Хаазена $(\Delta \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon})_T - \sigma$ [44], как правило, аппроксимируются прямыми (в области напряжений, где выполняется закон Коттрелла-Стокса [43]) с тангенсом угла наклона m , зависящим от температуры. После экстраполяции в точку $\sigma = \sigma_0$ данных при различных температурах определяют температурную зависимость величины $(\Delta \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon})_T$, которую, согласно процедуре анализа в [45], сравнивают с выражением (1.8), считая, что $\Delta \sigma \approx \Delta \sigma^*$. В последнее время при анализе скоростной чувствительности напряжения используют логарифмический параметр $m = (\Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon})_T$, который фактически соответствует отношению выражения (1.7) к выражению (1.8). Считается, что за счет логарифма этот параметр меньше зависит от экспериментальных погрешностей, особенно существенных для массивных образцов, подвергнутых ИПД. Влияние микроструктуры на температурную зависимость скоростной чувствительности алюминия иллюстрирует рис. 1.13. из работы [48].

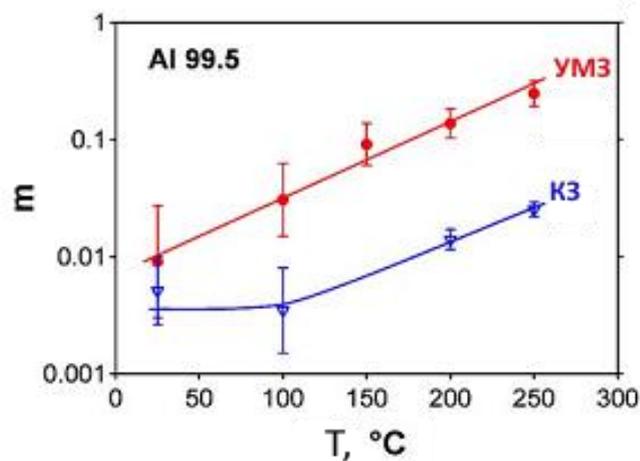


Рис. 1.13. Температурная зависимость скоростной чувствительности напряжения течения для крупнозернистого (КЗ) и ультрамелкозернистого (УМЗ) алюминия [48].

Высокие значения m для ультрамикрозернистых поликристаллов по сравнению с крупнозернистыми авторы [48] объясняют влиянием межзеренного проскальзывания, которое остается эффективным даже при

комнатной температуре. Экспериментальные подтверждения такой гипотезы получены в работе [49], где изучали поверхность металла (Al 99,99%) вблизи ямки индентора. На рис. 1.14 в случае УМЗ поликристалла (после РКУП $d = 1,2$ мкм) наблюдаются границы микрозерен, развернутых вследствие пластической деформации материала под индентором. На поверхности крупнозернистого образца ($d = 190$ мкм) наблюдаются только полосы скольжения.

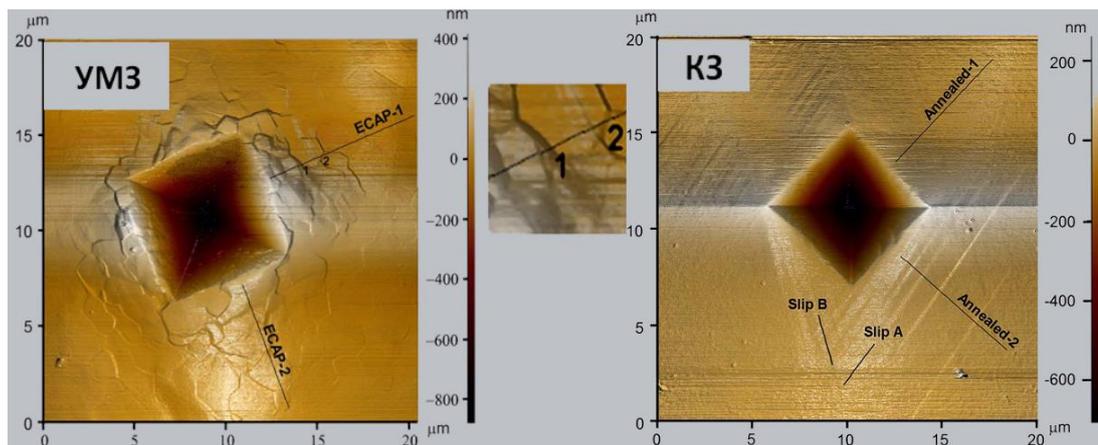


Рис. 1.14. Микрофотография поверхности алюминия после РКУП и после отжига при 673 К в месте индентирования [49].

Эксперименты по измерению скоростной чувствительности напряжения течения позволяют с помощью выражения (1.8) оценить активационный объем $V = kT \Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma$, характерный для данного механизма пластической деформации. Как известно, в обычных ГЦК поликристаллах при комнатной температуре $V = 10^3 b^3$. Авторы [50] сравнили эту величину с данными для микрозернистого алюминия при температурах 295 и 77 К. Как видно на рис. 1.15, вблизи предела текучести характерные величины V для микрозернистого материала (а) существенно меньше, чем для крупнозернистого (б). Другое отличие состоит в том, что по мере деформации УМЗ (UFG) образца активационный объем меняется слабо, тогда как в случае КЗ (CG) образца его изменение значительно.

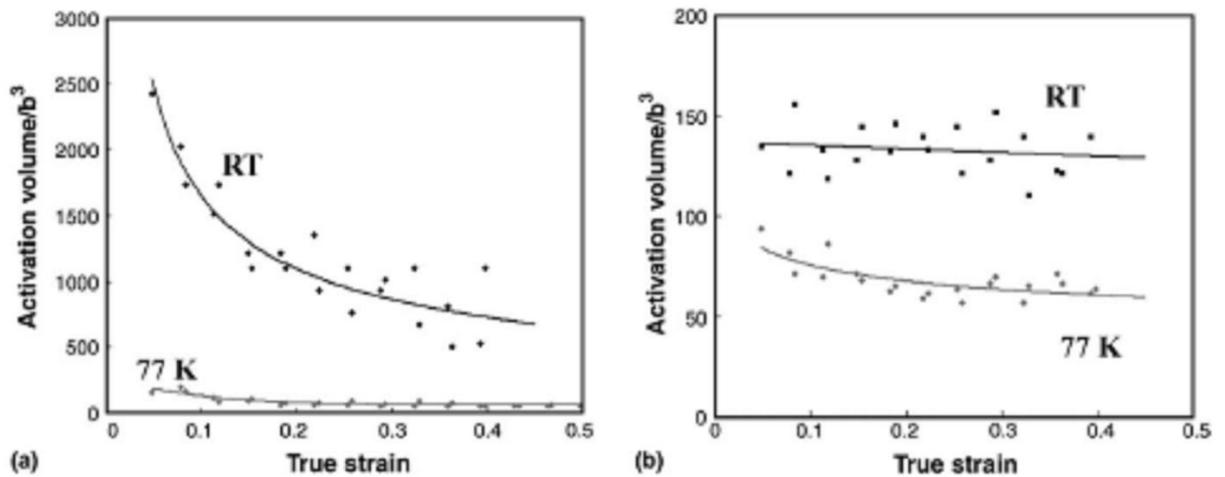


Рис.1.15. Изменение активационного объема с деформацией (a) – КЗ и (b) – УМЗ алюминия при 77 К и комнатной температуре [50].

Поскольку в чистых ГЦК металлах величина V определяется средним расстоянием между дислокациями «леса» (локальные препятствия), полученные в [50] результаты указывают на высокую плотность дислокаций «леса» в микрозернистом алюминии (после ИПД), которая при дальнейшей пластической деформации растяжением меняется слабо. Сравнивая данные на рис. 1.15, b (для УМЗ образцов), можно заметить, что зависимость $V(\epsilon)$ при 295 К слабее, чем при 77 К. Эта особенность, которую авторы не обсуждают, может быть связана с тем, что средняя плотность дислокаций, достигнутая в процессе ИПД алюминия при комнатной температуре, не является предельной и может увеличиваться при низкотемпературной деформации, приводя к уменьшению активационного объема. Для подтверждения такого предположения целесообразно расширить температурный диапазон исследований в сторону низких температур, используя для оценки активационного объема параметр $m = (\Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon}) = kT/V\sigma$. Самостоятельный интерес вызывает вопрос о том, как исходная микроструктура, сформированная при ИПД, влияет на скорость накопления дислокаций и, как следствие, на скорость деформационного упрочнения при дальнейшей деформации микрозернистого поликристалла.

1.3.4. Деформационное упрочнение и устойчивость при растяжении. Широкое технологическое применение микро- и нанокристаллических металлов, подвергнутых ИПД, ограничивается тем, что рост их прочности в результате измельчения зерна сопровождается уменьшением скорости деформационного упрочнения (ДУ) и потерей пластичности при растяжении [33, 65]. Так, на рис. 1.16 видно, что с уменьшением размера зерна технически чистого алюминия до $d < 1\text{ мкм}$ локализация пластической деформации в виде шейки при $T = 293\text{ К}$ происходит уже вблизи предела текучести [39]. Отметим, что в этом интервале размеров зерна проявляются критические особенности перестройки микроструктуры алюминия при ИПД (см. раздел 2.1).

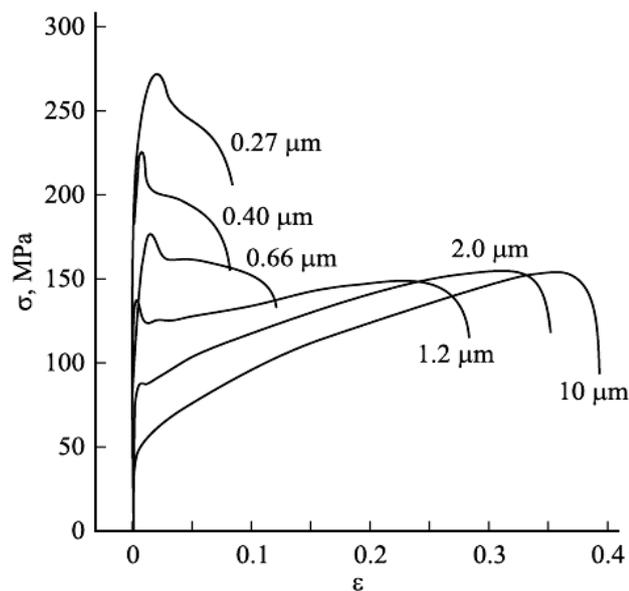


Рис. 1.16. Кривые растяжения Al 99,3% с различным средним размером зерна (цифры у кривых), $T = 295\text{ К}$ [39].

Экспериментальные доказательства влияния размера зерна на коэффициент деформационного упрочнения и пластичность алюминия, деформированного при низких температурах, иллюстрирует рис. 1.17 [38]. Видно, что при $d < 0,5\text{ мкм}$ скорость деформационного упрочнения и пластичность уменьшаются, проявляется неустойчивость в виде зуба текучести.

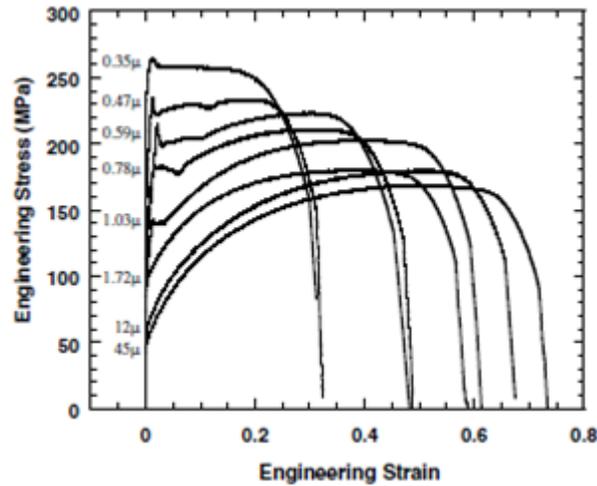


Рис. 1.17. Кривые растяжения Al 99,5% с различным средним размером зерна (цифры у кривых), $T = 77$ К [38].

Известно, что локализация деформации в виде шейки происходит, когда скорость деформационного упрочнения при растяжении перестает компенсировать рост напряжения вследствие уменьшения поперечного сечения образца, т.е. нарушается известный критерий, основанный на теореме устойчивости Considère [51]

$$\left(\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_{\dot{\varepsilon}} = \sigma \quad (1.9)$$

где σ - истинное напряжение, ε - истинная деформация. Согласно (1.9), уменьшение пластичности микроструктурного поликристалла (после ИПД) может быть обусловлено как ростом его прочности (см. раздел 1.3.1), так и уменьшением коэффициента деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$. Величину равномерной деформации ε_u (до начала ее локализации в виде шейки), которая рассматривается в качестве характеристики пластичности, можно оценить графически как точку пересечения кривых $\sigma(\varepsilon)$ и $\theta(\varepsilon)$. Результаты таких оценок при двух температурах для алюминия представлены на рис. 1.18 а,б. Если при 295 К однородное удлинение образца с размером зерна 1 мкм падает до нескольких процентов, то при 77 К эта величина сохраняется на уровне 20-30%.

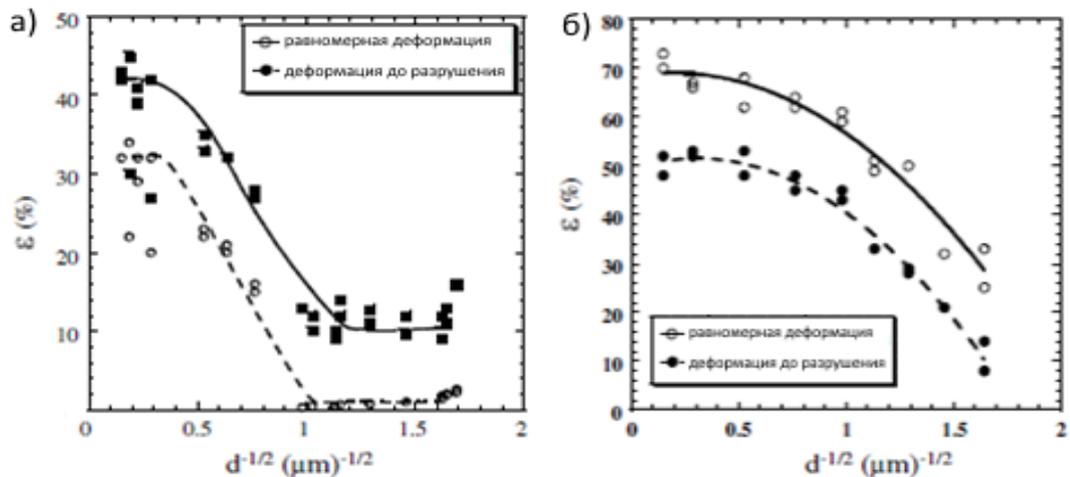


Рис. 1.18. Зависимости величины равномерной деформации и деформации до разрушения от размера зерна Al 99,5%: (а) – при комнатной температуре; (б) – при 77 К [38].

Экспериментальные исследования, посвященные способам увеличения пластичности ИПД-материалов, т.е. улучшения соотношения прочность/пластичность проводились, в основном, при повышенных гомологических температурах. Было установлено, что эффективными факторами роста пластичности без существенной потери прочности, являются: бимодальное распределение зерен по размерам [1], при котором мелкие зерна обеспечивают прочность, а крупные – пластичность кристалла; зернограничное проскальзывание, признаком которого служит высокая скоростная чувствительность напряжения течения и связанное с этим формирование тонких полос скольжения, препятствующих формированию грубых полос [52]; легирование различными элементами и формирование их сегрегаций у границ зерен [53], препятствующих динамической рекристаллизации. В этих случаях на поверхности деформированного образца наблюдались тонкие, сравнительно длинные полосы скольжения, равномерно распределенные по рабочей части. Аналогичная картина тонких полос скольжения, как правило, наблюдается на поверхности обычных ГЦК поликристаллов, деформированных при низких температурах [54]. Это объясняется тем, что с понижением температуры уменьшается вероятность

двойного поперечного скольжения винтовых дислокаций и связанной с ним локализации сдвига в одной из полос, что препятствует зарождению шейки. Поскольку термически активируемый механизм поперечного скольжения требует образования перетяжки между частичными дислокациями, влияние температуры особо существенно в металлах с высокой энергией дефекта упаковки (малым расстоянием между частичными дислокациями), таких как алюминий. Однако детальные исследования зависимости $\varepsilon_u(T)$ для микрозернистых материалов при температурах ниже 77 К не проводились. Целесообразность таких исследований, согласно (1.9), напрямую связана с изучением влияния температуры и исходной микроструктуры на скорость деформационного упрочнения поликристалла.

В модели деформационного упрочнения ГЦК металлов [43] на основе феноменологических представлений параболическая зависимость $\sigma(\varepsilon)$ при низких и умеренных температурах объясняется балансом процессов накопления дислокаций при их взаимодействии с «лесом» и аннигиляции дислокаций путем поперечного скольжения. В рамках данной модели скорость деформационного упрочнения определяется соотношением:

$$\theta = \theta_0 - \theta_r(T, \dot{\varepsilon}) \quad (1.10)$$

где θ_0 – упрочнение, обусловленное накоплением дислокаций, а θ_r – определяет скорость динамического возврата и зависит от температуры и скорости деформации. Таким образом, поперечное скольжение рассматривается в качестве одного из механизмов аннигиляции дислокаций на стадии динамического отдыха, который вызывает уменьшение скорости деформационного упрочнения и, как следствие, локализацию деформации и разрушение образца.

Связь структурных факторов, таких как размер зерна, легирование, энергия дефекта упаковки с эволюцией плотности дислокаций $\rho(\varepsilon)$ и формой кривой растяжения для металлов и сплавов с ГЦК-решеткой

проанализирована в [26, 55, 56] путем решения кинетических уравнений для средней плотности дислокаций.

Уравнение, которое описывает изменение средней плотности дислокаций с ростом сдвиговой деформации $\gamma = M\varepsilon$, в условиях одноосного растяжения или сжатия, имеет вид:

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \left(\frac{\beta}{bd} + \frac{1}{b\lambda_m} + k_f \rho^{1/2} \right) - \left(k_a \rho + \frac{\rho}{t_d} \right) \quad (1.11)$$

где β/bd – определяет скорость накопления дислокаций вследствие наличия ГЗ, λ_m – расстояние свободного пробега между актами двойного поперечного скольжения, $k_f = \delta_f/b$ – коэффициент, определяющий интенсивность размножения дислокаций на дислокациях леса, $k_a = h_a/b$ – коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций, t_d – характерное время аннигиляции краевых дислокаций в границах зерен, β – некоторый коэффициент [26].

В частном случае при низких температурах и не слишком мелком зерне уравнение (1.11) имеет вид:

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = k_f \rho^{1/2} - k_a \rho \quad (1.12)$$

В случае, когда первое слагаемое описывает процесс размножения дислокаций на дислокациях леса, а второе слагаемое определяет скорость аннигиляции винтовых участков дислокационных петель, решение уравнения (1.12) имеет вид:

$$\rho^{1/2} = \rho_0^{1/2} \exp\left(-\frac{k_a(\gamma - \gamma_0)}{2}\right) + \frac{k_f}{k_a} \left(1 - \exp\left(-\frac{k_a(\gamma - \gamma_0)}{2}\right)\right) \quad (1.13)$$

Подстановка (1.13) в (1.3) позволяет получить выражение для напряжения течения и определить коэффициент деформационного упрочнения θ

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{1}{2} m k_a (\sigma_3 - \sigma_0) \exp\left(-\frac{1}{2} m k_a \varepsilon\right) \quad (1.14)$$

где $\sigma_0 = m\alpha\mu(\beta_0 b/d)^{1/2}$, $\sigma_3 = m\alpha\mu(bk_f/k_a)$ определяются начальной и конечной плотностью дислокаций, а также размером зерна. [26]. Поскольку $\sigma_0 \sim d^{-1/2}$, то с измельчением зерна θ снижается, а при $\sigma_0 > \sigma_3$ коэффициент θ становится отрицательным. С помощью (1.14) можно проанализировать влияние микроструктуры на прочность и пластичность поликристалла, если известно влияние температуры на скорость аннигиляции дислокаций. Эксперименты в широком диапазоне размеров зерна, необходимые для такого анализа, ранее не проводились.

1.3.5. Неустойчивая (скачкообразная) пластическая деформация при низких температурах. Одной из особенностей пластической деформации при низких температурах является ее скачкообразный характер. При деформации с постоянной скоростью и температурах ниже ~ 10 К эта особенность выражается в макроскопических скачках (срывах) нагрузки на образце, наблюдаемых в условиях деформационного двойникования, деформационного полиморфизма, образования трещин, а также дислокационного скольжения. Данное явление ранее наблюдалось в целом ряде металлов и сплавов с различной микроструктурой и получило название низкотемпературная скачкообразная деформация (НТСД). Обзор экспериментальных, модельных и теоретических исследований, посвященных развитию НТСД, главным образом, в монокристаллах и КЗ поликристаллах, сделан в [57].

Исследования последних лет позволили выделить основные условия эксперимента, влияющие на развитие НТСД, и определить их пороговые характеристики для целого ряда металлов, прежде всего, температурно-скоростную область, в которой наблюдалось это явления. При умеренной скорости растяжения алюминия, как видно на рис. 1.19, НТСД развивается при температурах ниже 4,2 К и только после некоторой критической деформации. При этом скачки напряжения чередуются с продолжительными участками плавной деформации, а средняя амплитуда скачка увеличивается с деформацией.

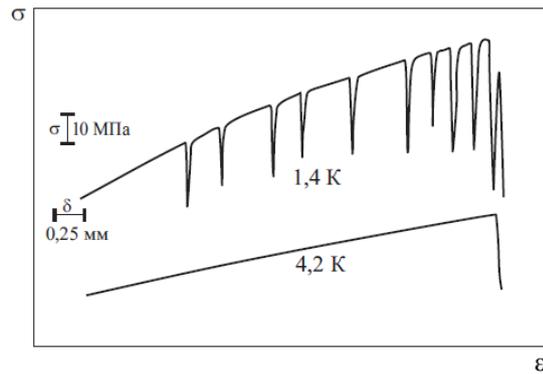


Рис. 1.19. Участки кривых растяжения поликристаллов алюминия чистотой 99,5% при двух температурах [57] .

Для понимания природы НТСД важными являются исследования материалов с разной микроструктурой. В работах [57-58] была детально изучена роль границ зерен. Как показано на рис. 1.20, при переходе от монокристалла к поликристаллам алюминия и уменьшении размера зерен до 50 мкм скачкообразная деформация становится менее развитой, частота скачков уменьшается, а их средняя амплитуда увеличивается.

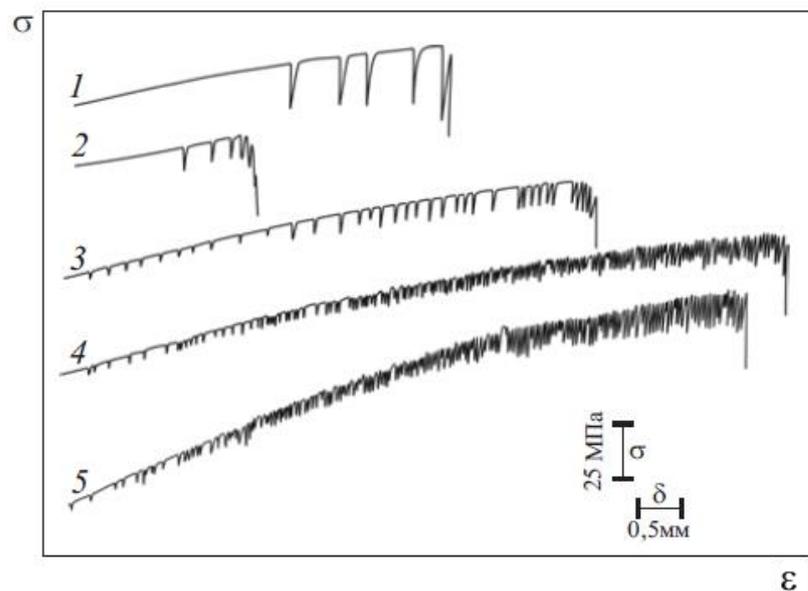


Рис. 1.20. Участки кривых растяжения алюминия (99,5%) при $T = 1,4—1,6$ К. 1, 2, 3 — поликристаллы со средним диаметром зерна соответственно 0,05; 0,5; 5 мм; 4 — бикристалл; 5 — монокристалл [57].

НТСД является предметом многочисленных экспериментальных и теоретических исследований, в которых высказывалось несколько гипотез относительно природы этого явления. Исторически первым было высказано предположение, что природа низкотемпературных скачков связана с низкотемпературными особенностями динамики дислокационных скоплений. *Дислокационная* концепция НТСД основана на представлениях о деформационном упрочнении [59] и решающей роли дислокационных скоплений вблизи барьеров, образующихся в результате предварительной деформации. Считается, что в голове скопления напряжение, пропорциональное числу дислокаций в скоплении, достигает величины теоретической прочности на сдвиг. Прорыв или разрушение барьера означает катастрофический процесс спонтанного зарождения подвижных дислокаций, нарушение баланса между скоростью деформации и скоростью штока и падение (сброс) нагрузки. Авторы [60] считают, что при низких температурах движение скопления ограничено тем, что его образуют, в основном, краевые дислокации, которые не могут покинуть скопление путем поперечного скольжения. Такие локальные катастрофические события могут вызвать цепную реакцию соседних скоплений дислокаций. В результате лавинообразного процесса первоначально микроскопическое событие приводит к макроскопическим последствиям в виде локализации деформации (в полосе скольжения) и скачку нагрузки на деформационной кривой. К сожалению, данная концепция носит качественный характер и не подкреплена детальной аналитической моделью, что не позволяет указать причину и механизм кооперативного движения скоплений, каждое из которых, по оценкам, включает не более 20-30 дислокаций, т.е. не может обеспечить наблюдаемые в эксперименте амплитуды скачков напряжения. Во время деформации образца растяжением при низкой температуре скачки нагрузки сопровождаются акустическим эффектом.

Другая гипотеза, *тепловая*, основана на представлении о низкотемпературной скачкообразной деформации как о проявлении

термомеханической неустойчивости. При очень низких температурах теплоемкость и теплопроводность кристалла малы, поэтому любой быстро диссипативный процесс (например, пластическая деформация) сопровождается локальным выделением тепла, увеличением температуры и соответствующим снижением напряжения течения. Таким образом, в основе гипотезы лежит предположение о термически активированном механизме пластической деформации, откуда следует, что $\partial\sigma/\partial T < 0$. Условия неустойчивости определяются соотношением теплового разупрочнения и деформационного упрочнения образца с учетом его теплообмена с окружающей средой и характеристик деформационной машины. Соответствующие критерии термомеханической неустойчивости, кинетика напряжений при скачке, а также роль внешних условий исследованы в работе [61] методами машинного моделирования. Однако в дальнейшем количественные оценки показали, что, например, для алюминия, деформированного при температуре окружающей среды 0,44 К, величина локального разогрева недостаточна для выполнения условия $\partial\sigma/\partial T < 0$ [62]. Кроме того, доказательства доминирующей роли термофлуктуационного движения дислокаций при сверхнизких температурах, где наблюдалась НТСД, отсутствуют.

В работе [63] с помощью высокочувствительного тензодатчика, расположенного вблизи образца, было установлено, что падение напряжения предшествует повышению температуры, т.е. термодинамический ответ является вторичным по отношению к механическому эффекту. Падение напряжения в результате катастрофического увеличения скорости пластической деформации объяснялось сложным процессом, началом которого является разрядка дислокационных скоплений. Сделано предположение, что часть дислокаций преодолевает препятствия силовым образом, часть – за счет инерционных эффектов. Затем на процессы лавинообразного скольжения накладываются процессы разогрева, которые могут в разной степени влиять на процесс скольжения.

В настоящее время считается, что НТСД определяется совокупностью дислокационных и тепловых процессов. В ГЦК кристаллах роль триггера этих процессов могут играть дислокационные скопления, которые образуются в плоскости скольжения на стадии II перед мощными барьерами (например, сидячей дислокацией Ломер-Коттрелла) [64]. При достаточно высоких напряжениях и тоже высокой температуре скопления краевых дислокаций способны разрушить, а винтовых - обойти удерживающие их препятствия путем поперечного скольжения, при этом дислокации противоположных знаков могут аннигилировать (стадия III). Налагаясь на продолжающийся процесс упрочнения, эти явления ведут к снижению средней скорости ДУ, т.е. динамическому отдыху.

Исследования кинетики скачка напряжения показали, что в условиях низкой энергии тепловых флуктуаций и при достаточно высокой плотности барьеров цепная реакция приводит к локальному размножению и лавинообразному движению большого числа дислокаций, т.е. к локальному сдвигу решетки. Возникающий при таком движении локальный разогрев и распределение теплового фронта могут стимулировать и коррелировать дальнейшие деформационные процессы [63, 65]. Экспериментальные данные, указывающие на взаимосвязь тепловых и динамических дислокационных процессов в развитии НТСД, представлены на рис. 1.21 [66].

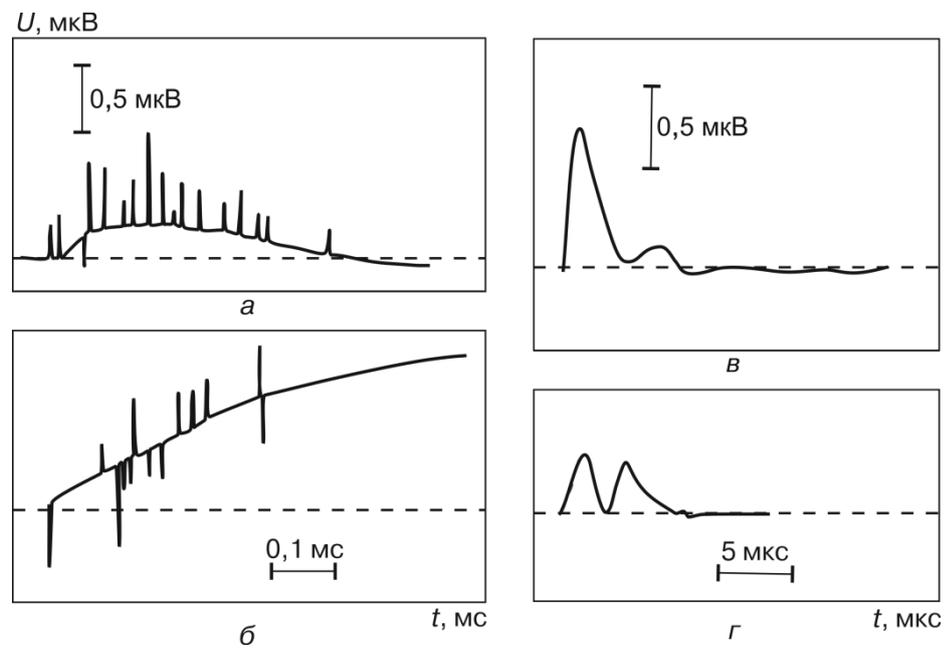


Рис. 1.21. Микросекундные электрические импульсы, регистрируемые на фоне миллисекундных импульсов в моменты глубоких скачков нагрузки (*а,б*); одиночные микросекундные импульсы, наблюдаемые при небольших ($\sim 10^{-5}$ — 10^{-4}) скачках нагрузки (*в,г*) [66].

Изучая электрические импульсы, сопровождавшие НТСД в монокристаллах алюминия и ниобия, авторы пришли к выводу, что параметры этих импульсов связаны как с термоэдс при тепловом возбуждении кристалла (миллисекундные импульсы), так и с увлечением электронов проводимости носителями деформации, т.е. динамикой дислокаций и их скоплений (микросекундные импульсы). В дальнейшем анализ статистики электрических импульсов, времен и амплитуд скачков нагрузки позволил авторам предположить, что поведение дислокационной системы при НТСД аналогично эволюции интерактивной системы, стремящейся достичь критического состояния путем самоорганизации [67]. Эта гипотеза была развита в работах [68-69], где авторы сравнивали скачки нагрузки и акустической эмиссии для разной скорости пластической деформации поликристалла Al-3\%Mg при комнатной температуре (эффект Портевена-Лешателье). Как показал анализ, статистика изученных

параметров определяется степенью синхронизации лавинообразных дислокационно-динамических процессов. При наличии только слабых барьеров синхронизация мала, а распределение скачков нагрузки по амплитуде описывается степенным законом. В присутствии сильных барьеров (выделения второй фазы) синхронизация усиливается, и вместо степенного наблюдается распределение с максимумом, который соответствует наиболее вероятной амплитуде скачка напряжения.

В большинстве указанных исследований НТСД наблюдается только после предварительной деформации до некоторого критического значения, что объясняется накоплением критической плотности деформационных дефектов и рассматривается как условие достаточной степени неустойчивости дислокационной системы и достаточной мощности лавинообразных процессов для того, чтобы скачок напряжения можно было зарегистрировать в макроскопическом эксперименте [63, 65, 70]. Отсюда следует, что дислокационная природа ДУ (см. раздел 1.3.4.) и НТСД предполагает тесную связь этих явлений с дефектной структурой кристалла и ее эволюцией в зависимости от исходной микроструктуры, в частности, от начальной плотности дислокаций и среднего размера зерна, ограничивающих длину свободного пробега дислокаций при дальнейшей деформации.

В связи с этим для понимания физической природы ДУ и НТСД целесообразно экспериментальное изучение этих явлений в различных структурных состояниях, используя в качестве способа модификации микроструктуры методы ИПД [2, 33]. Условием эффективности таких исследований в случае Al и его сплавов является максимально низкая температура (ниже 4,2 К), при которой эти материалы обладают значительным резервом равномерного удлинения, позволяющим изучать изменение скорости ДУ, а также масштаб и статистику НТСД в зависимости от деформации.

Выводы к разделу 1.

На основании обзора литературных данных можно сделать следующие выводы, связанные с новизной и актуальностью задач, предусмотренных темой работы.

1. Поликристаллы металлов и сплавов с микроструктурой, сформировавшейся в результате ИПД, представляют собой новый объект для изучения дислокационных механизмов пластической деформации, действующих в условиях малого зерна и высокой плотности дислокаций.
2. Экспериментальные исследования температурных зависимостей характеристик прочности и пластичности микрозернистых поликристаллов Al и его сплавов ограничиваются, в основном, температурой кипения жидкого азота, поэтому целесообразно расширить этот интервал в сторону низких температур, оценить параметры термически активированного движения дислокаций и сравнить их с данными для крупнозернистых поликристаллов. Низкотемпературные эксперименты в широком диапазоне размеров зерна, необходимые для такого анализа, ранее не проводились.
3. Изучить влияние текстуры, возникающей после ИПД различными методами, на низкотемпературные прочность и пластичность микрозернистых ГЦК кристаллов (алюминия и его сплавов), сравнив эти данные с текстурой ГПУ кристаллов (Mg-Al-Zn) с УМЗ структурой.
4. Отдельный интерес вызывает вопрос о влиянии исходной микроструктуры, сформированной при ИПД, на процессы накопления и аннигиляции дислокаций, определяющие скорость деформационного упрочнения и резерв пластичности микрозернистого поликристалла при низких температурах. Изучение локализации пластической деформации при растяжении в зависимости от размера зерна и температуры ранее не проводилось.
5. Экспериментальное исследование влияния микроструктуры, полученной при ИПД, на развитие низкотемпературной скачкообразной деформации, масштаб и статистику НТСД позволит получить новые сведения о природе явления, которое детально в данных объектах не изучалось.

РАЗДЕЛ 2

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Объекты исследования и способы их получения

Объектами в данном исследовании служили легкие плотноупакованные ультрамелкозернистые поликристаллы, полученные путем интенсивной пластической деформации (ИПД): чистого Al технической чистоты 99,5%, бинарного сплава Al-Li и магниевого сплава системы Mg-Al-Zn.

Выбор данных материалов объектами исследования был обусловлен следующими соображениями:

1. В результате ИПД за счет увеличения плотности дислокаций и измельчения зерна до микро- и наноразмеров прочность металлов и сплавов существенно увеличивается, хотя их пластичность уменьшается по сравнению с крупнозернистыми поликристаллами [5].
2. Интерес к УМЗ Al и сплавам Al-Li и Mg-Al-Zn обусловлен тем, что одним из перспективных направлений, развиваемых сегодня, является разработка особо прочных мелкозернистых материалов (на основе алюминия и магния). Такие материалы отличаются сочетанием низкой плотности и высокой прочности, и предназначены для энергетики, автомобильной и авиационно-космической промышленности [1, 72].
3. Будучи сверхпроводником, алюминий, является важным объектом для изучения физических механизмов низкотемпературной пластической деформации, определяющих ряд ее особенностей, обнаруженных ранее у моно- и поликристаллов с обычным размером зерна [62,73].

Металлы и сплавы с микро- и наноструктурой, помимо технологического, представляют большой интерес в качестве объектов изучения механизмов движения дислокаций в условиях высокой плотности эффективных препятствий. В последнее время было установлено, что в области комнатной температуры пластическая деформация объемных ИПД-материалов в значительной степени сохраняет дислокационный характер,

присущий обычным крупнозернистым материалам, однако механизмы зарождения, скольжения и аннигиляции дислокаций приобретают ряд особенностей, обусловленных ролью большеугловых границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций [26, 33-35].

До настоящего времени механические свойства УМЗ алюминия и его сплавов 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 [74], а его склонность к деформационному упрочнению уменьшается, что приводит к сокращению области однородной деформации вследствие потери устойчивости [38, 50, 74-75]. В качестве стабилизирующего фактора рассматривается повышение скоростной чувствительности напряжения течения УМЗ алюминия и его сплавов [48-49, 52, 76-77], малость которой при высоких температурах объясняется диффузионными процессами в границах зерен.

Для изучения кинетики дислокационных процессов большое значение приобретают исследования в широком интервале температур, включая область низких температур [30, 38, 50, 71, 75, 78-82], в которой диффузионные процессы могут быть подавлены. Ниже комнатной температуры, пластичность алюминия с УМЗ структурой изучена сравнительно мало. 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.

2.1.1. Технически чистый Al. Исходные заготовки алюминия имели размеры 30×10×10 мм. Измельчение зерна осуществлялось при комнатной температуре путем 4-8 проходов равноканального углового прессования по маршруту B_C с поворотом образца на 90° вокруг продольной оси.

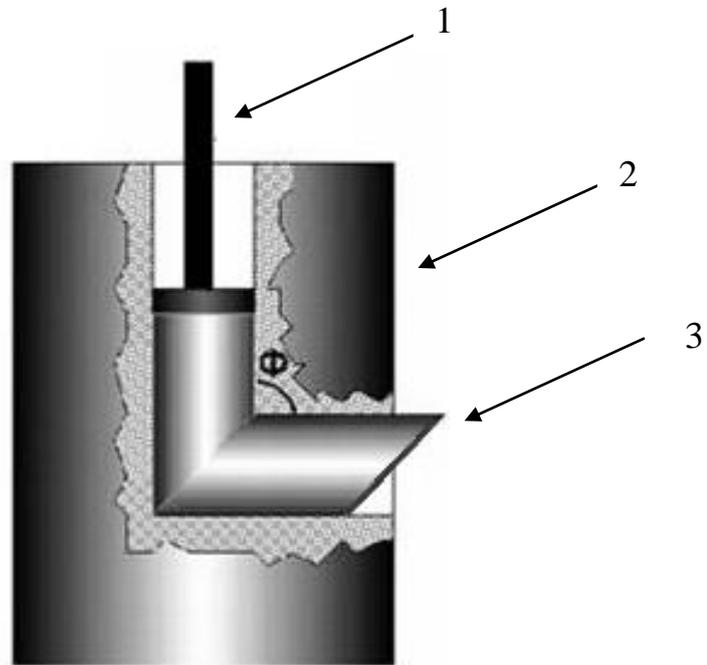


Рис. 2.1. Схема равноканального углового прессования: 1 – пуансон, 2 – матрица, 3 – заготовка.

После РКУП и естественного старения в течение нескольких недель из заготовок механическим фрезерованием и электроимпульсной резкой получали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца после травления и механической полировки составляли $10 \times 3,1 \times 0,9$ мм.

Для сравнения исследовались крупнозернистые поликристаллы алюминия той же чистоты и формы, вырезанные из проката и отожженные при 450 К в течение 2 ч (далее КЗ Al) [30, 78].

2.1.2. Твердый раствор Al-Li. Объект исследования – бинарный сплав Al-3,8 ат. (1 вес.%) Li с равновесным содержанием лития. Исходный материал: литые заготовки поликристаллов диаметром 59 мм с размером зерна порядка 300 мкм после гомогенизирующего отжига при температуре 530°C в течение 5 часов и закалки в ледяную воду.

Для изменения микроструктуры использовали один из современных методов интенсивной пластической деформации - комбинацию прямой (ГЭ) и равноканальной угловой гидроэкструзии (РУГЭ).

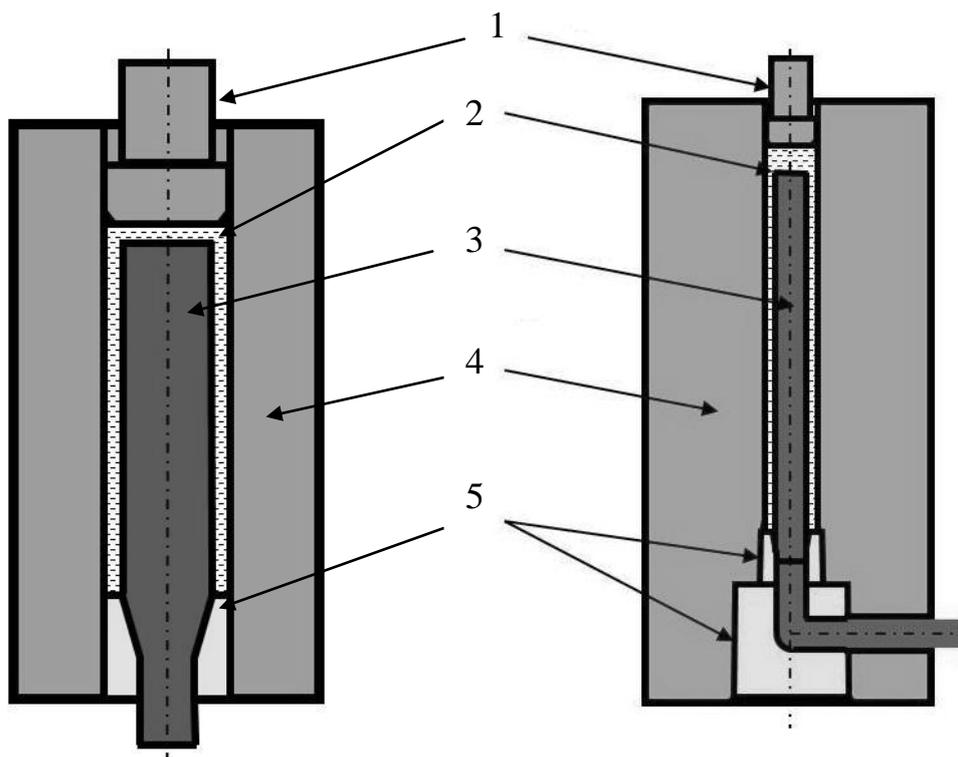


Рис. 2.2. Схема прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии:
1 – пунжер, 2 – жидкость, 3 – заготовка, 4 – контейнер, 5 – матрицы.

При прямой ГЭ и РУГЭ выдавливание заготовок из контейнера осуществлялось через деформирующую матрицу жидкостью, сжатой до высокого давления (рис. 2.2). В случае равноканальной угловой гидроэкструзии заготовки от двух до четырех раз проходили по маршрутам В и С через каналы деформирующей матрицы, пересекавшиеся под углом 90° . Теоретические основы и технологические характеристики комбинированной гидроэкструзии изложены в [12, 83-84]. В данной работе на первом этапе исходный диаметр заготовки уменьшали до 19 мм путем прямой ГЭ. Далее полученные заготовки деформировали по четырем схемам, включавшим различные комбинации прямой ГЭ и РУГЭ. Конечный диаметр заготовок составлял 13 мм. Условные обозначения заготовок, схемы ИПД и суммарная накопленная эквивалентная пластическая деформация ϵ_Σ приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1.

Предыстория заготовок поликристалла Al-3,8 ат. % Li

Заготовка	Схема ИПД	Полная деформ. e_{Σ}
C1	ГЭ x 4	2,68
C2	ГЭ x 4 + УГЭ (90 ⁰) x 4	7,28
C3	ГЭ x 3 + УГЭ (180 ⁰) x 2 + ГЭ + УГЭ x 4	9,58
C4	ГЭ x 3 + УГЭ (90 ⁰) x 4 + ГЭ + УГЭ x 4	11,88

С помощью электроискровой резки и штамповки из заготовок были получены плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца после травления и механической полировки составляли 15×3×0,9 мм. До испытаний на растяжение образца хранились при комнатной температуре в течение нескольких недель. Обозначения образцов далее соответствуют обозначениям заготовок. Для сравнения исследовались свойства крупнозернистого поликристалла (далее C0).

2.1.3. Сплав Mg-Al-Zn. В работе исследован сплав с номинальным составом Mg - 2,7 ат. (3 вес.) % Al - 0,4 ат. (1 вес.) % Zn (AZ31 согласно международной классификации) в двух различных структурных состояниях, которые зависели от способа их приготовления. Исходным материалом служили заготовки, полученные путем литья под давлением (squeeze casting — SC). Конечное состояние структуры сплава формировалось в результате многоступенчатой горячей прокатки при температуре 370 °С с 85-процентным уменьшением толщины заготовки, а затем интенсивной пластической деформации (severe plastic deformation — SPD) путем четырехкратного РКУП (схема приведена на рис. 2.1) при температуре 200 °С по маршруту В_С (поворот заготовки на 90° при каждом проходе).

Методика приготовления сплава, его химический состав и микроструктура в исходном литом состоянии (SC) и после прокатки и прессования (SPD), а также механические свойства сплава при комнатной температуре и выше ранее были детально изучены в работах [8, 85-86].

Из SC и SPD заготовок, имевших одинаковое сечение 10 x 10 мм, с помощью фрезы и электроискровой резки получали плоские образцы в форме двойной лопатки с размерами рабочей части между захватами 1x3x10 мм. Ось SPD образца была параллельна оси прокатки и прессования.

2.2. Изучение микроструктуры ультрамелкозернистых (УМЗ) поликристаллов

2.2.1. Технически чистый Al. Структура образцов, полученная после 8 проходов равноканального углового прессования изучалась в [30] методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) (рис. 2.3) и рентгеновской дифрактометрии (XRD).



Рис. 2.3. Микрофотография структуры алюминия (полученная ТЕМ) после 8 проходов РКУП.

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 °С. Исследования структуры методом

ТЕМ проводили с помощью электронного микроскопа Philips CM200 при напряжении 200 кВ.

Подробности изучения структуры образцов алюминия методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской дифрактометрии (XRD) после РКУП описаны в [30, 87]. По данным ТЕМ после РКУП средний размер зерна в УМЗ поликристалле составлял 0,7-1,0 мкм. Исходные крупнозернистые (КЗ) поликристаллы алюминия имели средний размер зерна ~ 40-50 мкм после отжига при 350 К в течение 1 ч.

Рентгеноструктурный анализ образцов в работе [30] производили методом дифракции рентгеновских лучей (XRD) в фильтрованном $\text{Cu-K}\alpha$ излучении с последующей компьютерной регистрацией и обработкой информации. Параметры структуры, такие как размер области когерентного рассеяния L и уровень средних микродеформаций $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, оценивали методом аппроксимации по уширению дифракционных максимумов, путем анализа интенсивности, формы профилей и ширины дифракционных отражений в соответствии с [88].

Данные о среднем размере областей когерентного рассеяния (ОКР), полученные в результате обработки графиков Холла, а также оценки плотности дислокаций в стенках кристаллитов ρ_L и плотности случайным образом распределенных дислокаций внутри ОКР ρ_ε приведены в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Характеристики микроструктуры образцов УМЗ и КЗ Al

Образец	d , мкм	L , мкм	ρ_L , 10^{14} м^{-2}	ρ_ε , 10^{12} м^{-2}
УМЗ	~ 1,0	0,14	1,53	1,4
КЗ	~50	3,5 [86]	—	0,24

Примечание: d — средний размер зерна; L — размер области когерентного рассеяния; ρ_L — плотность дислокаций в границах кристаллитов; ρ_ε — плотность хаотичных дислокаций внутри области когерентного рассеяния.

2.2.2. Твердый раствор Al-Li. Микроструктуру плоских КЗ (C0) и УМЗ (C1-C4) образцов, изучали методами оптической, ТЕМ и растровой

(SEM) микроскопии, а также методом XRD (результаты исследований приведены в разделе 3.2).

Поверхность для оптических исследований, параллельную оси образца и направлению экструзии приготавливали путем механической полировки, последовательного химического травления в растворах HNO_3 (1)+ HCl (3) и NaOH (15%) и электрохимической полировки в реактиве на основе фосфорной кислоты (240 мл H_3PO_4 , 15 г CrO_3 , 60 мл H_2O) при 72°C и плотности тока 10 A/дм^2 . Исследования поверхности проводили в оптическом микроскопе МИМ-7 в косом поляризованном свете с разрешением до 1 мкм. Размеры зерен оценивали методом секущих по данным для 150 – 250 зерен.

Для трансмиссионной микроскопии (микроскоп ЭМ-125 при напряжении 125 кВ) образцы утоняли путем травления в растворе NaOH (15%) и электролитической полировки в реактиве (240 мл H_3PO_4 , 15 г CrO_3 , 120 мл H_2O) при температурах $35\text{--}55^\circ\text{C}$. Поверхность образцов после химического травления в растворах HNO_3 (1)+ HCl (3) и NaOH (15%) исследовали с помощью SEM микроскопа JSM-6390 LV.

Рентгеновские исследования проводили непосредственно на плоских образцах для растяжения. Съемку на отражение проводили в плоскости, параллельной оси растяжения (методом $\theta\text{--}2\theta$) в фильтрованном Cu-K_α излучении с компьютерной обработкой данных. Анализировали интенсивность, форму и ширину дифракционных отражений [88], определяли размеры областей когерентного рассеяния L (по графикам Холла), уровень средних микродеформаций ε , параметр решетки a (методом наименьших квадратов по шести отражениям), а также соотношение интегральных интенсивностей основных дифракционных отражений.

2.2.3. Сплав Mg-Al-Zn. По данным оптической и электронной микроскопии, SC поликристалл имеет дендритную микроструктуру, состоящую из крупных зерен размером от 150 до 450 мкм [8]. Средний размер зерна составляет ~250 мкм. В результате горячей прокатки и четырех проходов

РКУП по маршруту V_C в микроструктуре сплава формируются почти равноосные зерна со средним размером $\sim 2,5$ мкм, разделенные равновесными большеугловыми границами [8]. Внутри зерен наблюдается высокая по сравнению с исходным состоянием плотность дислокаций, часть которых образует малоугловые стенки. На этапе прессования в SPD материале формируется текстура с преимущественной ориентацией базисной плоскости под углом -45° к направлению прессования (рис. 2.4).

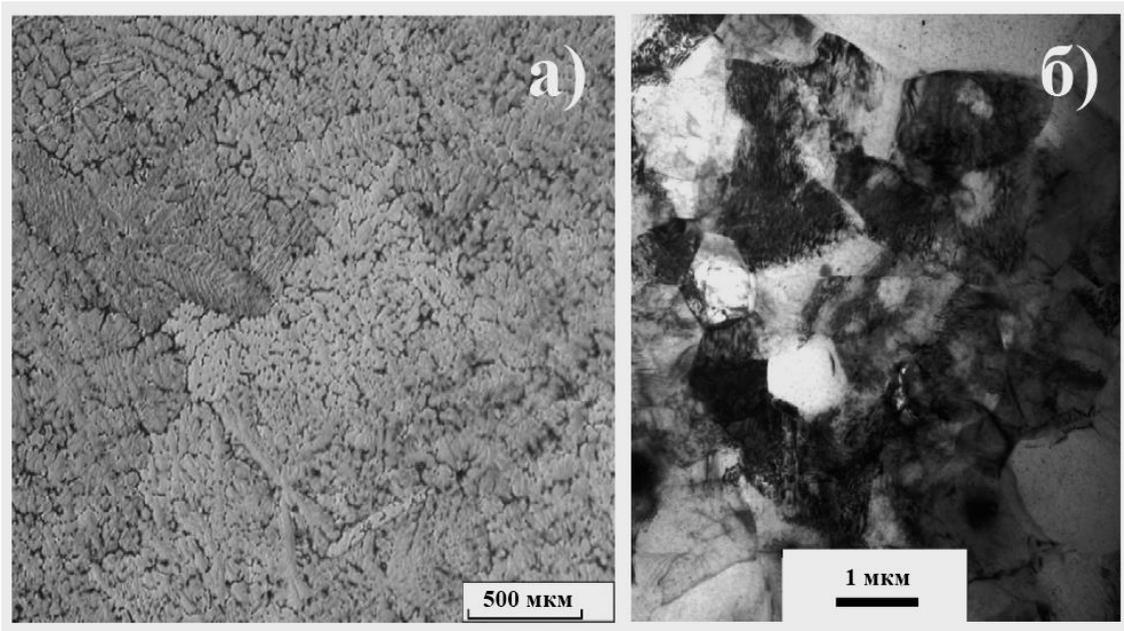


Рис. 2.4. Микроструктура SC – (а) и SPD – (б) поликристаллов сплава системы Mg-Al-Zn [8].

Микроструктуру плоских образцов для растяжения, вырезанных из исходных SC и SPD заготовок, дополнительно контролировали методом XRD путем съемки вдоль и поперек оси образца стандартным методом (θ - 2θ). Изучали отношения интегральных интенсивностей отражений (10.0), (00.2) и (10.1) вдоль и поперек оси образцов с SC и SPD микроструктурой.

2.3. Изучение низкотемпературной пластической деформации

2.3.1. Низкотемпературные деформационные установки. Изучение механических свойств в интервале температур 4,2 – 350 К осуществляли на низкотемпературной деформационной установке (рис. 2.5).

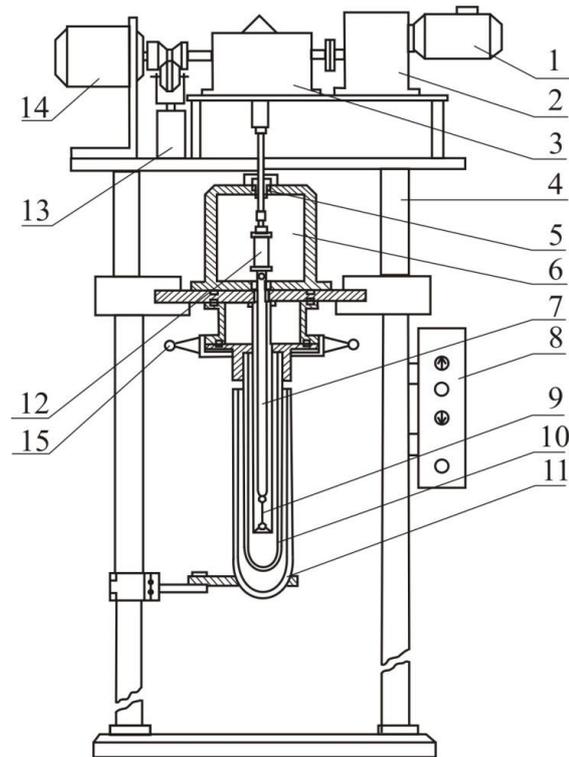


Рис. 2.5. Схема низкотемпературной деформационной установки:

1 - электродвигатель, 2 - шестеренчатый редуктор, 3 - червячный редуктор, 4 – колонны установки, 5 - плунжерная пара, 6 – камера динамометра, 7 - шток, 8 - блок управления деформацией, 9 - образец, 10 - гелиевый дьюар, 11 - азотный дьюар, 12 - динамометр, 13 - электромуфта, 14 - скоростной двигатель, 15- кольцо.

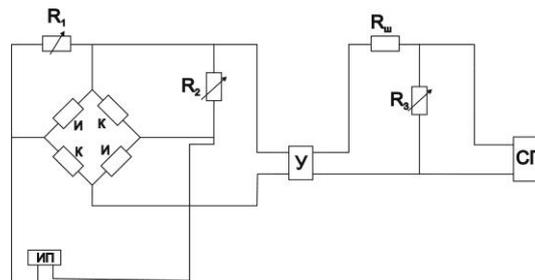


Рис. 2.6. Принципиальная схема измерения нагрузки:

И, К – измерительные и компенсационные тензодатчики, ИП – источник питания, У – усилитель постоянного тока Ф116/1, СП – измерительный самопишущий прибор КСП-4, $R_{ш} - 200 \text{ Ом}$.

Техника деформирования и термостатирования с использованием деформационной установки с ^4He -криостатом подробно описана в работе [89].

Техника деформирования при субкельвиновых температурах с использованием деформационной установки с ^3He -криостатом описана в [90].

Установка для деформирования растяжением при субкельвиновых температур состоит из четырех систем: а) криостатной системы с вакуумными коммуникациями, приборами для измерения давления в разных частях установки, вакуумными насосами для вакуумирования системы, ее отдельных частей и откачки паров ^4He и ^3He ; б) деформационной системы; в) системы регистрации; г) системы сверхпроводящего соленоида, с помощью которого изменяется электронное состояние образца.

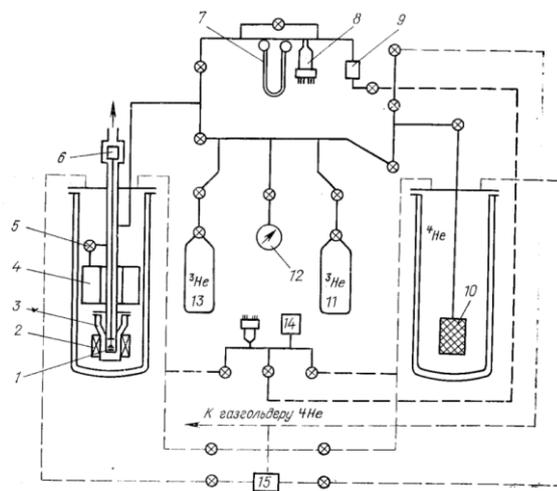


Рис. 2.7. Принципиальная схема оборудования для изучения пластической деформации до температур 0,4 К:

1 – образец; 2 – сверхпроводящий соленоид; 3 – дьюар для ^3He ; 4 – основной адсорбционный насос; 5 – низкотемпературный вентиль, регулирующий скорость откачки ^3He ; 6 – динамометр; 7 – манометр, для измерения давления насыщенных паров ^3He ; 8 – термопарная вакуумметрическая лампа ^4He ; 9 – адсорбционный насос измерительного манометра; 10 – вспомогательный адсорбционный насос; 11, 13 – баллоны для хранения ^3He ; 12 – манометр; 14 – форвакуумный насос для откачки системы; 15 – форвакуумный насос для откачки паров над жидким ^4He .

Принципиальная схема установки (без деформационной и регистрирующей части) приведена на рис. 2.7. В схеме криостата использована трехступенчатая система охлаждения с использованием малого количества жидкого ^3He . Для эффективного охлаждения деформируемый образец помещен непосредственно в хладагент - ^3He , откачиваемый размещенным над ^3He криостатом адсорбционным насосом. Криостат ^3He решен в виде металлического дьюара, присоединяемого с помощью фланцев, что существенно упрощает смену образцов.

На рисунке 2.8 показана схема основного криостата (без азотного дьюара). Нижняя часть деформирующего устройства с образцом 18 помещена в небольшой дьюар 15 для ^3He , на внешней части которого укреплен сверхпроводящий соленоид 16. Вакуумная рубашка дьюара герметизирована и заполнена ^4He до давления ~ 1 мм рт. ст. (10^2 Па), что облегчает предварительное охлаждение образца, захватов и деформирующего устройства. При понижении температуры в дьюаре с ^4He давление в рубашке понижается за счет адсорбирования активированным углем, находящегося на дне рубашки.

Для деформирования при самой низкой полученной температуре была принята следующая последовательность операций. Основной криостат охлаждался снаружи жидким азотом 1,5-2 ч, после чего в течение часа охлаждался изнутри продувкой холодного гелия. Затем производилась заливка ^4He и откачка до температуры 2 К (ниже λ -точки). Последнее необходимо для проверки герметичности уплотнения дьюара с ^3He в самых жестких условиях. В случае герметичности дьюар 15 соединялся с баллонами, где хранился газообразный ^3He , и начиналась конденсация, которая контролировалась манометром. За время конденсации в результате продолжающейся откачки ^4He температура во внешнем гелиевом дьюаре понижалась до 1,5 К. В этих условиях криостат выдерживался 10-20 мин. Так как в процессе предварительных операций уровень ^4He сильно понижался, производилась дополнительная заливка ^4He .

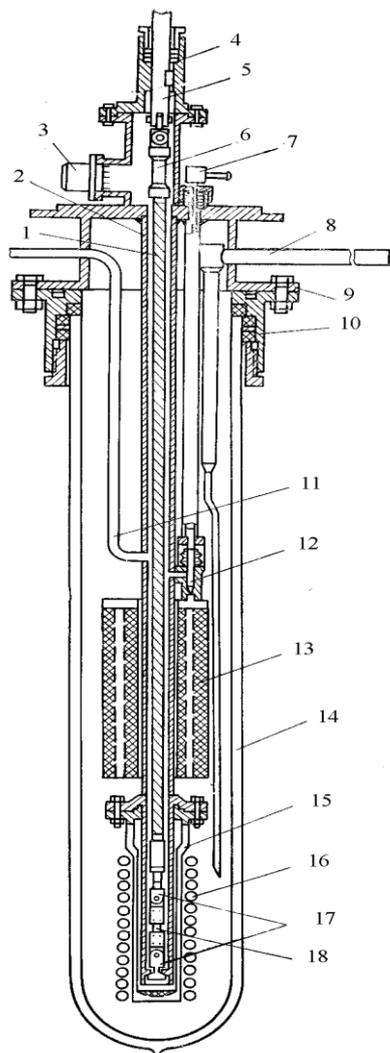


Рис. 2.8. Схема основного криостата:

1 – тянущий шток; 2 – опорная труба; 3 – вакуумный ввод; 4 – сальниковое уплотнение; 5 – шток, передающий усилие от редуктора; 6 – динамометр; 7 – рукоятка низкотемпературного вентиля; 8 – переливалка для ^4He ; 9 – капка; 10 – муфта крепления дьюара; 11 – линия подвода ^3He и измерения упругости пара; 12 – низкотемпературный сильфонный вентиль; 13 – адсорбционный насос ^3He ; 14 – дьюар для ^4He (вторая ступень охлаждения); 15 – дьюар для ^3He (третья ступень охлаждения); 16 – сверхпроводящий соленоид; 17 – захваты; 18 – образец.

Измерение температуры производилось по давлению паров над жидким ^3He , которое измерялось с помощью U-образного манометра,

заполненного дибутиловым эфиром фталевой кислоты $C_6H_5(COO_4H_9)_2$, имеющим плотность $\approx 1,05 \text{ г/см}^3$. Рабочая длина манометра (65 см) позволяла измерять температуру ^3He до 1,5 К. С учетом максимальной поправки на давление в нерабочем колене манометра минимальная температура деформации достигала $0,44 \pm 0,02 \text{ К}$. С увеличением температуры точность измерения существенно повышалась.

После достижения стационарного режима производилась деформация образца. По окончании эксперимента криостат отогревали, испарившийся ^3He собирали в баллоны для хранения. Описанная установка позволяет поддерживать минимальную температуру в течении 3 ч в процессе деформирования со скоростью $1 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Расход охлаждающей жидкости на один эксперимент составлял 20 л жидкого He, 30 л жидкого N.

2.3.2. Основные параметры пластичности и прочности.

Механические свойства КЗ и УМЗ поликристаллов Al и Al-Li изучали в интервале температур 0,5 - 350 К. При деформации растяжением с начальной скоростью $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в установках с ^4He - и ^3He -криостатами регистрировали нагрузку на образце и продолжительность растяжения. Из полученных данных на диаграмме растяжения рассчитывали «истинное напряжение σ — истинная деформация ε ».

Определяли основные параметры кривой растяжения: $\sigma_{0,2}$ — условный предел текучести, σ_m — максимальное напряжение, ε_u — максимальная равномерная деформация (погрешность графической оценки ε_u составляла $\pm 0,03$), ε_m — максимальное удлинение, $\theta \equiv d\sigma/d\varepsilon$ — коэффициент деформационного упрочнения.

Так же в ходе растяжения скорость деформации $\dot{\varepsilon}$ изменяли в десять раз от 10^{-5} до 10^{-4} с^{-1} , регистрировали скачки нагрузки и рассчитывали скачки деформирующего напряжения $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\varepsilon}$ в зависимости от напряжения σ . Полученные данные использовали при термоактивационном анализе пластической деформации.

Методом микротвердости определяли локальное упрочнение образца после растяжения при фиксированной температуре. Микротвердость по Викерсу измеряли на недеформированном (лопатка) и деформированном участках образца при комнатной температуре с помощью стандартного устройства ПМТ-3 при нагрузке 1,0 Н и времени индентирования 10 с.

С помощью растрового микроскопа JSM-6390 LV получали и сравнивали фрактограммы поверхности разрыва поликристаллов, деформированных при различных температурах.

Изучали влияние температуры T испытания, среднего размера зерна d и степени деформации на величину равномерного удлинения образца. Для этого перед деформацией вдоль оси растяжения образцов наносили метки с шагом 427 мкм (см. рис. 2.9).



Рис.2.9. Вид образца после деформации, с нанесенными метками.

Изменение координат меток в результате деформации наблюдали в оптическом микроскопе и по смещению меток оценивали относительную деформацию ε_i каждого отдельного участка на рабочей части образца (изменение расстояния между метками) по формуле:

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta l_i}{l_i}, \quad (2.1)$$

где l_i – начальная длина i – го участка;

Δl_i – удлинение i – го участка.

2.3.3. Деформация при температуре 0,5 К с промежуточным отжигом. Для изучения влияния микроструктуры на скорость деформационного упрочнения, амплитуду и статистику низкотемпературной скачкообразной деформации (НТСД) эксперименты проводились в

деформационной установке с криостатом для жидкого He^3 при сверхнизкой температуре 0,5 К (см. рис.2.8).

По кривым $\sigma - \varepsilon$ рассчитывали средний коэффициент деформационного упрочнения $\theta \equiv d\sigma/d\varepsilon$, амплитуду скачка напряжения $\Delta\sigma/\sigma$, где σ - напряжение течения в момент скачка. Сравнивали гистограммы амплитуд скачков напряжения для поликристаллов с различной микроструктурой.

С этой целью часть УМЗ образцов разгружали после некоторой промежуточной деформации, отжигали при двух различных температурах, а затем вновь деформировали при 0,5 К до разрушения.

Микроструктуру образцов до и после отжига контролировали с помощью трансмиссионной микроскопии и X-RAY дифрактометрии. Полученные данные использовали для оценки размера зерна и средней плотности дислокаций в зависимости от степени и деформации при 0,5 К и режима отжига.

РАЗДЕЛ 3

ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ УМЗ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ Al, Al-Li, Mg-Al-Zn В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 4,2 - 350 К

Раздел посвящен экспериментальному исследованию низкотемпературной пластической деформации поликристаллов, предварительно подвергнутых интенсивной пластической деформации (ИПД) при комнатной температуре с целью получения ультрамелкозернистой структуры. Изучается влияние среднего размера зерна, плотности дислокаций и текстуры ИПД-поликристаллов на их механические характеристики при растяжении с постоянной скоростью.

3.1 Технически чистый Al

Изучены механические свойства поликристаллов алюминия (99,5%), полученных методом РКУП при комнатной температуре (см. Раздел 2). Образцы со средним размером зерна 0,7-1,0 мкм (УМЗ), а также крупнозернистые образцы со средним размером зерна ~ 40-50 мкм после отжига при 350 К в течение 1 часа (КЗ) деформировали растяжением с начальной скоростью $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ с}^{-1}$.

3.1.1 Кривые растяжения. На рис.3.1 представлены диаграммы одноосного растяжения УМЗ (рис. 3.1 (а)) и КЗ (рис. 3.1 (б)) поликристаллов алюминия в координатах истинное напряжение $\sigma_{ист}$ - истинная деформация $\epsilon_{ист}$. При фиксированной температуре УМЗ поликристаллы деформируются при более высоком уровне напряжений, но с меньшей скоростью упрочнения, чем КЗ образца. 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 Al увеличиваются.

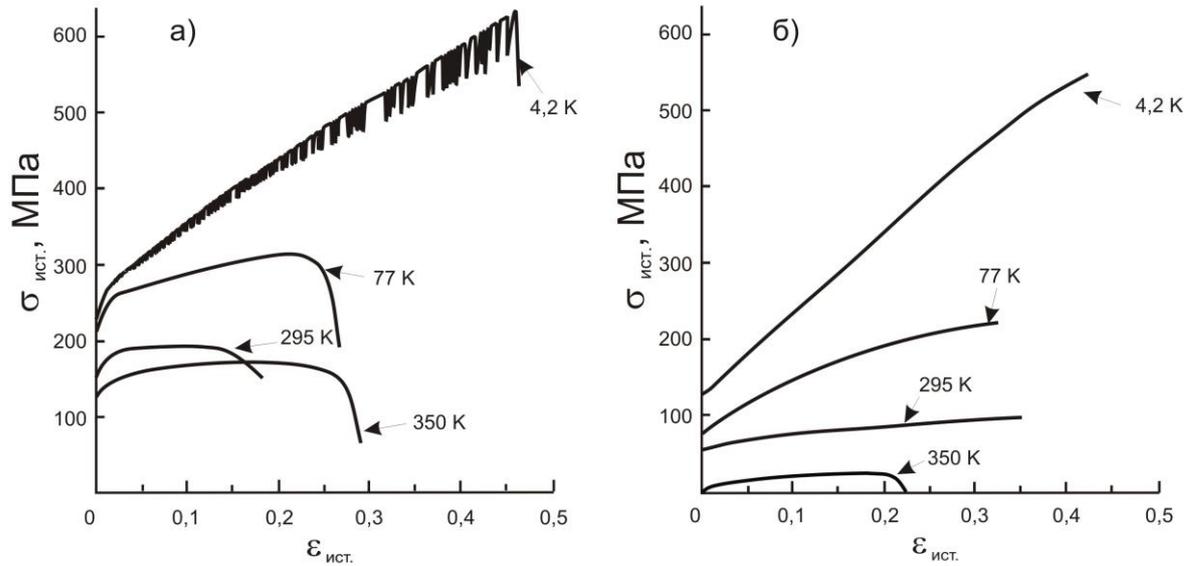


Рис. 3.1. Диаграммы растяжения в координатах истинное напряжение $\sigma_{ист}$ - истинная деформация $\varepsilon_{ист}$: а) - для УМЗ алюминия; б) - для КЗ алюминия, деформированных при температурах 4,2 К, 77 К, 295 К и 350 К.

Влияние размера зерна d и температуры испытания T на коэффициент деформационного упрочнения $\theta \equiv d\sigma/d\varepsilon$ иллюстрирует рис.3.2.

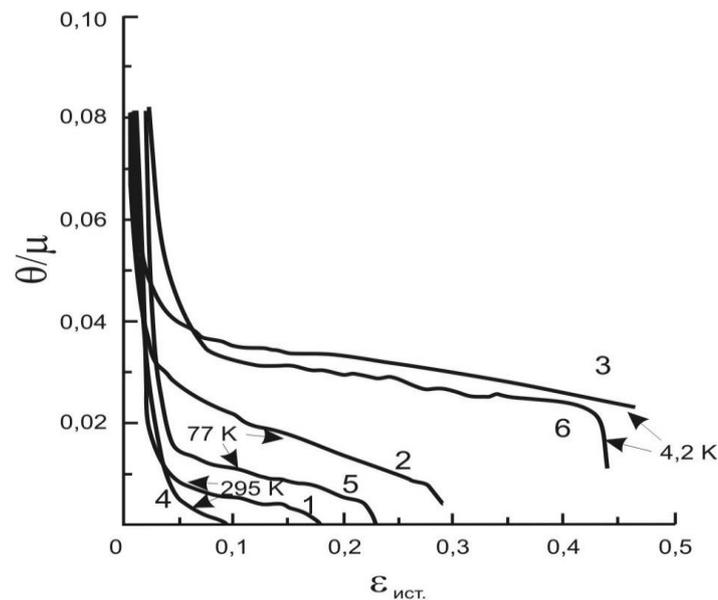


Рис. 3.2. Коэффициент деформационного упрочнения θ / μ (μ - модуль сдвига) в зависимости от деформации $\varepsilon_{ист}$: 1, 2, 3 - для КЗ алюминия; 4, 5, 6 - для УМЗ алюминия.

Величина θ быстро уменьшается с деформацией до некоторого значения, зависящего от d и T . В области «плато» коэффициент θ тем выше, чем ниже температура, но при всех T выполняется неравенство $\theta^{\text{УМЗ}} < \theta^{\text{КЗ}}$. При температуре 4,2 К величина $\theta^{\text{УМЗ}}$ определялась по огибающей, т.к. деформация УМЗ алюминия, в отличие от КЗ, становится нестабильной (скачкообразной). Амплитуда скачков напряжения увеличивается с деформацией (см. рис. 3.1), а на кривой σ - ε наблюдаются участки плавного течения. Ранее в [57] низкотемпературная скачкообразная деформация (НТСД) наблюдалась в моно- и КЗ поликристаллах алюминия, однако измельчение зерна приводило к исчезновению этого эффекта. Более подробно НТСД изучается в разделе 5.

3.1.2 Температурные зависимости предела текучести. Влияние размера зерна и температуры на прочность алюминия иллюстрируют рис. 3.3 и 3.4, где представлены температурные зависимости условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ и предела прочности σ_{max} . 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 крупнозернистого материала составляет 150 - 180 К, а для мелкозернистого 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. Температурная чувствительность предела прочности σ_{max} (рис. 3.4) наблюдается во всем изученном интервале температур, причем $\sigma_{\text{max}}^{\text{УМЗ}} > \sigma_{\text{max}}^{\text{КЗ}}$.

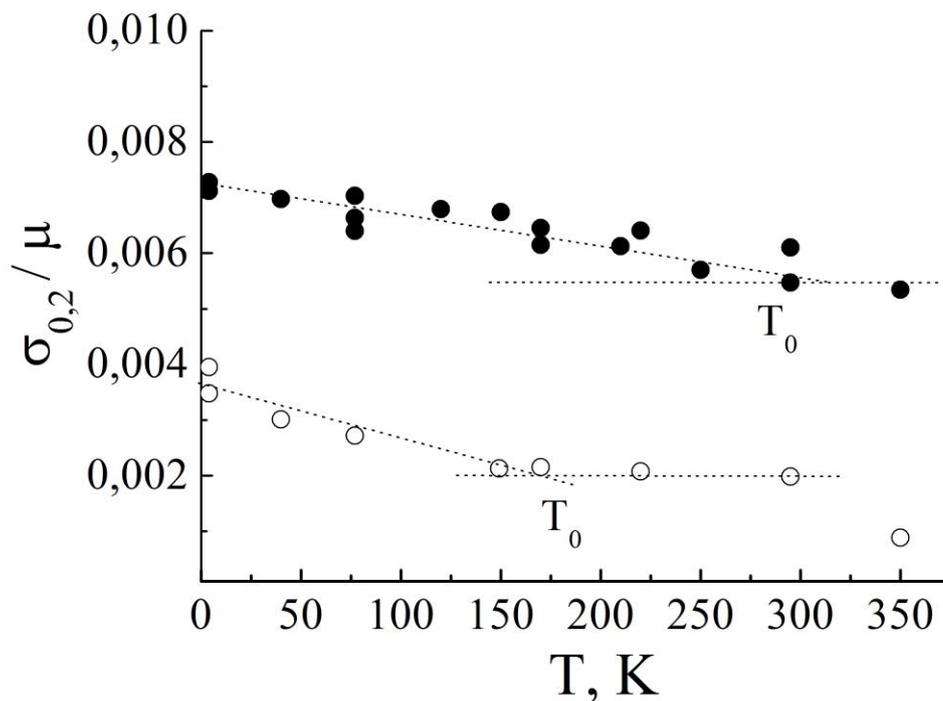


Рис. 3.3. Зависимость условного предела текучести нормированного на модуль сдвига $\sigma_{0,2}/\mu$ от температуры: \circ - для КЗ алюминия; \bullet - для УМЗ алюминия. T_0 – пороговая температура термоактивации .

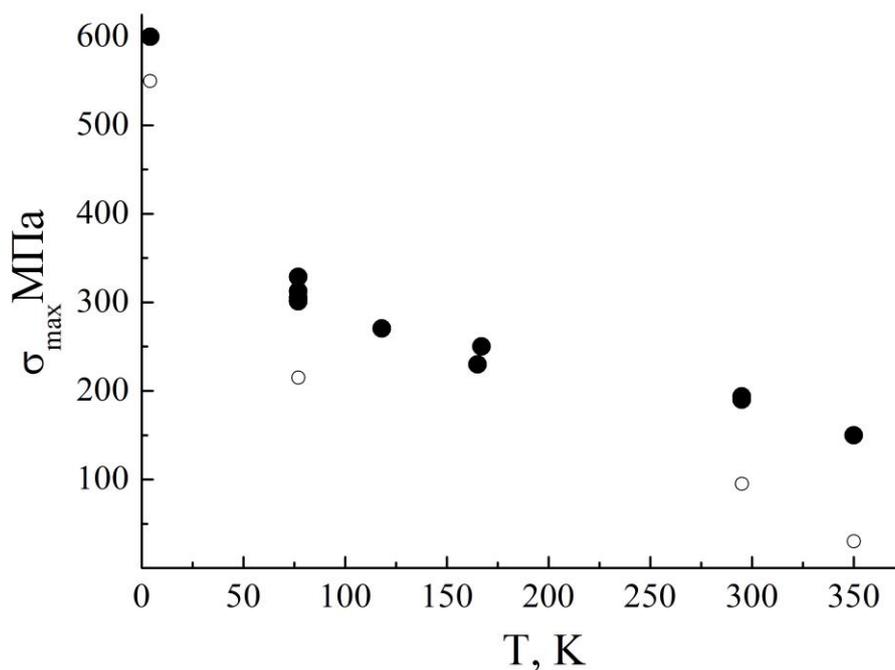


Рис. 3.4. Зависимость истинного значения предела прочности σ_{max} от температуры: \circ - для КЗ алюминия; \bullet - для УМЗ алюминия.

3.1.3 Скоростная чувствительность напряжения течения. Данные об изменении деформирующего напряжения при десятикратном изменении скорости деформации вдоль кривой растяжения (см. раздел 2.4) представлены на рис. 3.5. При фиксированной температуре на зависимостях скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$ от σ для КЗ (рис. 3.5 (а)) и УМЗ (рис. 3.5 (б)) поликристаллов выделяются участки, где $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$ линейно увеличивается с напряжением.

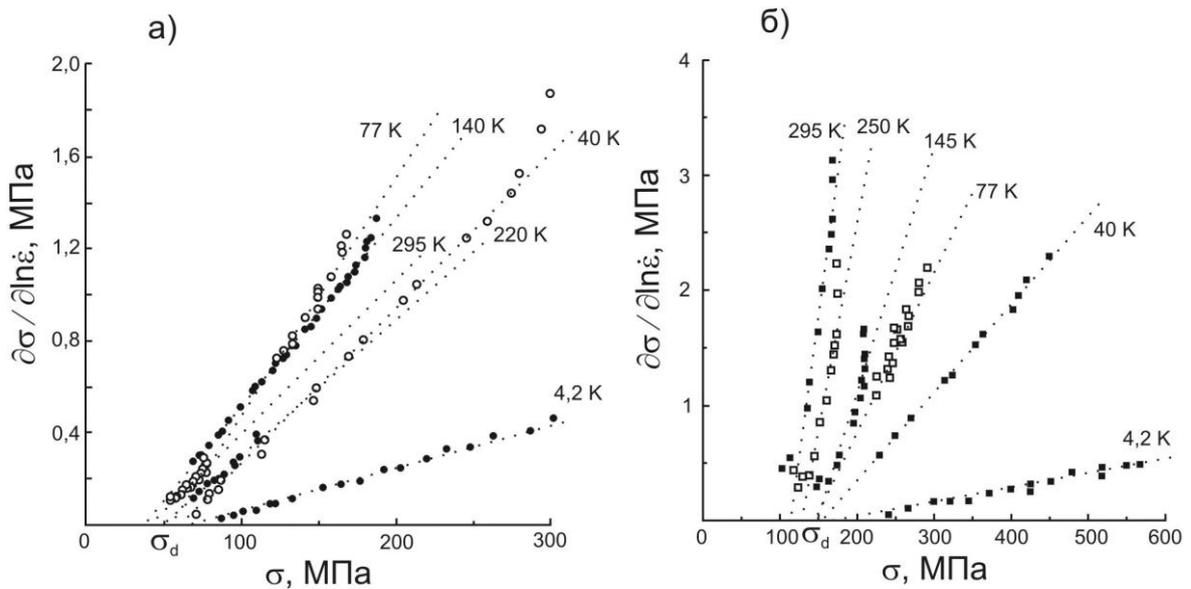


Рис. 3.5. Зависимость скоростной чувствительности напряжения течения $(\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon})_T$ от деформирующего напряжения σ для КЗ (а) и УМЗ (б) алюминия. Цифрами указана температура деформации. Прямые линии соответствуют закону Коттрелла-Стокса. σ_d – средняя величина напряжения при экстраполяции прямых до пересечения с осью абсцисс.

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. 3.5 (б)). Тангенс угла наклона прямых m и среднее напряжение σ_d , соответствующее области их пересечения с горизонтальной осью, зависит от размера зерна. Величина m в случае КЗ материала максимальна при промежуточных температурах, а в случае УМЗ - монотонно увеличивается с температурой. В интервале $4,2 < T < 40$ К m слабо зависит от размера зерна. При $T > 40$ К величина m для УМЗ материала

выше, чем КЗ. Средняя величина σ_d составляет 45-65 МПа для КЗ (рис.3.4 (а)) и 110-150 МПа для УМЗ материала (рис. 3.5 (б)). Отметим, что чем выше температура деформации и меньше зерно, тем меньше коэффициент упрочнения (рис.3.2) и выше погрешность определения m и σ_d .

3.1.4 Анализ результатов эксперимента. При обсуждении результатов эксперимента будем исходить из того, что скорость деформационного упрочнения ГЦК металлов определяется суперпозицией механизмов накопления дислокаций в ходе деформации и их аннигиляции в процессе динамического возврата [43]. В этой модели форма кривой $\sigma(\varepsilon)$ и коэффициент деформационного упрочнения $\theta=d\sigma/d\varepsilon$ зависят от гомологической температуры T/T_m , где T_m – температура плавления, а также свойств кристаллической решетки.

Считается, что в результате уменьшения размера зерна d в УМЗ материалах увеличивается роль границ зерен как дальнедействующих барьеров, источников и стоков дислокаций (см., например, [26, 33, 91]). 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 данном случае параболическая зависимость $\sigma(\varepsilon)$, наблюдаемая при комнатной температуре (см. на рис. 3.1), объясняется высокой скоростью динамического возврата вследствие высокой энергии дефекта упаковки и сравнительно низкой температуры плавления алюминия. В алюминии неравенство $\theta^{\text{УМЗ}} < \theta^{\text{КЗ}}$ выполняется даже при понижении T до 77 К (см. рисунок 3.2). При очень низких температурах диффузионно-динамические процессы перестройки дислокаций в алюминии замедляются, поэтому измельчение зерна до субмикронных размеров существенно не отражается на величине θ . При температуре 4,2 К кривые $\sigma(\varepsilon)$ для КЗ и УМЗ алюминия (см. рис. 3.1) 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.

При обсуждении влияния d и T на скоростную чувствительность напряжения течения в А1 воспользуемся линейной аппроксимацией экспериментальных данных, приведенных на рис. 3.5. При фиксированной T наклон прямых, определяемый выражением

$$m \equiv (\sigma - \sigma_d)^{-1} [\partial \sigma - \sigma_d / \partial \ln \dot{\epsilon}]_T = const, \quad (3.1)$$

благодаря логарифмической производной мало чувствителен к погрешностям эксперимента. Выражение (3.1) 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 [92]). Для большинства ГЦК металлов этот закон нарушается при переходе к стадии III параболического разупрочнения [93-94]. Можно предположить, что отклонения от линейной зависимости (см. рис. 3.5) в виде увеличения скоростной чувствительности напряжения КЗ и УМЗ алюминия обусловлены усилением динамического возврата при достаточно высоких напряжениях и температуре.

Отклонения от линейности в области малых напряжений $\sigma \approx \sigma_d$ наблюдались только в УМЗ структуре в ограниченном интервале T (см. рис. 3.5 (б)). Учитывая высокую скорость упрочнения в этом интервале напряжений (см. рис. 3.2), слабая зависимость $\partial \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}$ от σ (по сравнению с линейным законом) может быть связана с низкой начальной плотностью дислокаций внутри зерна и, следовательно, высокой начальной скоростью их накопления в УМЗ структуре. При этом, учитывая низкий уровень напряжений, малый наклон m соответствует уменьшению роли динамического возврата [43, 93].

Влияние температуры на параметр m скоростной чувствительности напряжения течения иллюстрирует рис. 3.6.

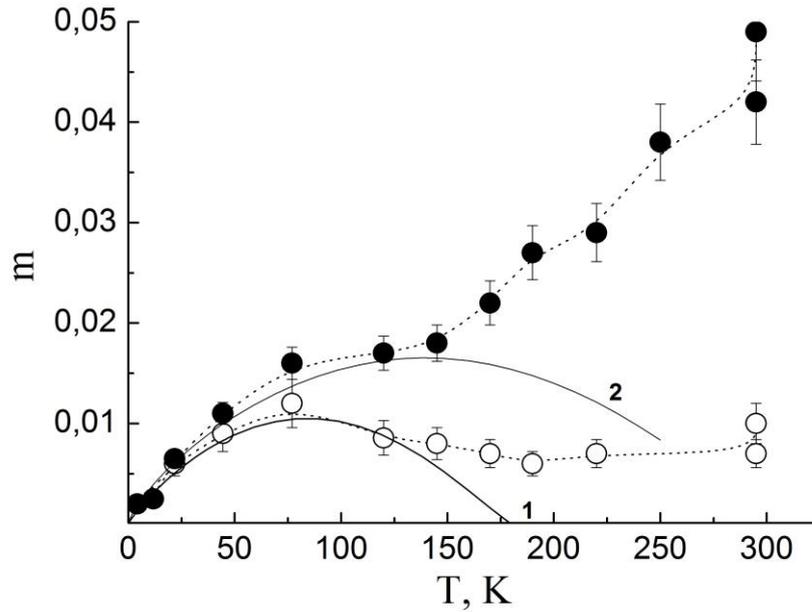


Рис. 3.6. Зависимости параметра скоростной чувствительности m от температуры T : ○ - для КЗ; ● - для УМЗ алюминия. Сплошные линии соответствуют выражению (3.2) для КЗ (1) и УМЗ (2) алюминия при указанных в тексте значениях параметров.

В интервале $4,2 < T < 40$ К параметр m монотонно увеличивается с T , независимо от размера зерна d . При этом форма кривой $\sigma(\varepsilon)$ и коэффициент деформационного упрочнения θ также слабо зависят от d (рис. 3.1, 3.2). Можно предположить, что в этом интервале температур пластическая деформация УМЗ и КЗ Al обусловлена единым термоактивированным механизмом скольжения дислокаций. Согласно [43] основным механизмом данного типа в ГЦК металлах считается пересечение дислокаций «леса».

В области температур $T > 77$ 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 $m = 0,016 - 0,018$. При дальнейшем повышении T зависимость $m(T)$ для КЗ структуры остается слабой, а в случае УМЗ структуры параметр m монотонно возрастает до 0,042 - 0,049. 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 Al. Для проверки предположения воспользуемся процедурой термоактивационного анализа [44-45], основанной на термофлуктуационном уравнении Аррениуса (1.5) и выражении для энергии активации (1.6).

Учитывая, что напряжение течения, измеряемое в эксперименте, представляется в виде (1.4), подстановка (1.7) и (1.8) в (3.1), 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:

$$m = (pqA)^{-1} (T/T_0)^{1/q} [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{(1-p)/p} \{ \sigma_{\mu}/\sigma_c + [1 - (T/T_0)^{1/q}]^{1/p} \}^{-1} \quad (3.2)$$

Выражение (3.2) соответствует случаю, когда термически активированное пересечение дислокаций «леса» является единственным термоактивируемым механизмом пластической деформации. В этом случае с увеличением температуры параметр m сначала увеличивается до максимума при $T_{max} = p^q T_0$, а затем уменьшается до нуля при $T = T_0$ [45].

Используя выражение (3.2), для описания экспериментальных данных были подобраны оптимальные и физически обоснованные значения параметров: $p = 0.45$, $q = 1.15$, $A = 18$, $\sigma_{\mu}/\sigma_c = 2.2$, $T_0 = 180$ К (см. рис. 3.6 (кривая 1)). Как видно, выражение (3.2) 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 [43-44]. Значение параметра σ_{μ}/σ_c несколько выше, чем отношение внутренней и эффективной составляющих предела текучести, которое можно оценить путем экстраполяции данных на рис. 3.3, где $\sigma_{0,2}(T_0)\mu(0)/\sigma_{0,2}(0)\mu(T_0)$ составляет приблизительно 0,6, откуда с учетом (3.1) и (3.2) получим $\sigma_{\mu}/\sigma_c \approx 1,5$. Однако из-за разброса данных точность такой оценки невелика. В работе [95] отношение напряжений течения в Al, 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 Al в [43]. 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.3.3). Соответствующая гомологическая температура $T_0/T_m \approx 0,2$ характерна для интервала, где диффузионные процессы слабо влияют на скольжение дислокаций [43-44]. Теоретический максимум $m(T)$ согласно (3.2) составляет значение $T = 76$ К, что хорошо согласуется с экспериментом (см. рис. 3.6).

Учитывая связь T_0 с энтальпией активации при пересечении короткодействующих препятствий, из соотношения (1.6) 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 [46], где ползучесть контролируется пересечением дислокаций леса (см. рис. 1.11). Пользуясь данными $m(T)$ можно оценить активационный объем пластической деформации, который определяется соотношением $V = kT / m\sigma$. При низких температурах V составляет $\sim (500 \div 700)b^3$ (см. рис. 3.7). Эта величина, согласно [95], также характерна для процесса перерезания призматических петель движущимися дислокациями в Al.

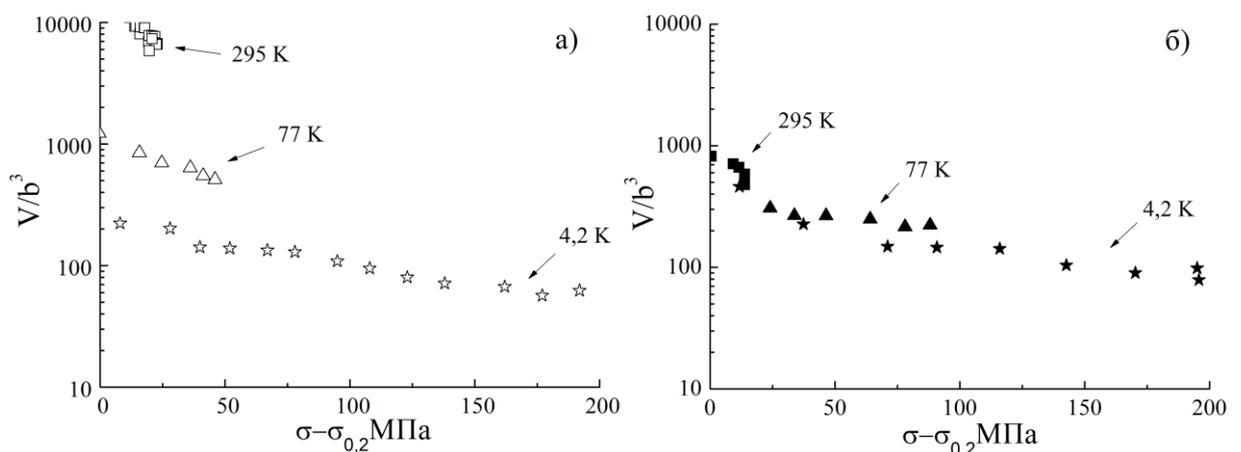


Рис. 3.7. Активационный объем V/b^3 в зависимости от приведенного напряжения течения $(\sigma - \sigma_{0,2})$: а) – для КЗ алюминия; б) – для УМЗ алюминия.

Таким образом, численные оценки показывают, что скоростная чувствительность напряжения течения КЗ и УМЗ Al при низких температурах обусловлена термоактивированным пересечением дислокаций леса. Важно отметить, что чем мельче зерно, тем ниже температура, до которой выражение (3.2) согласуется с экспериментом.

Отклонение экспериментальных зависимостей $m(T)$ от теоретической зависимости (3.2) 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 Al с ростом T [46]. В интервале 170 - 250 К энтальпия активации достигает $\sim 1,0$ эВ, что авторы объясняют переходом от пересечения дислокаций к поперечному скольжению. В работе [95] 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.

Обнаруженные отклонения экспериментальных зависимостей от линейного закона (см. рис. 3.5), (увеличение m на III стадии деформации), возможно, связаны с усилением роли динамического возврата вследствие поперечного скольжения дислокаций [93-94]. Таким образом, для КЗ Al в интервале 120 - 295 К повышенные экспериментальные значения параметра m по сравнению с теоретическими в (3.2) 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. 3.5 (б)). Другим признаком эффективности поперечного скольжения может служить величина активационного объема пластической деформации (см. рис. 3.7), которая по нашим оценкам для УМЗ алюминия в указанном интервале температур составляет $V \approx (200 - 400) b^3$. Эта величина ниже, чем $(500 \div 700) b^3$ 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 [50]. В пользу сделанного предположения свидетельствуют также результаты, полученные в [46], согласно которым переход от перерезания к поперечному скольжению дислокаций в алюминии сопровождается увеличением средней «мощности» термоактивируемого препятствия. На основании (1.6) в нашем случае это можно рассматривать как причину увеличения пороговой температуры T_0 на зависимости $\sigma_0(T)$ для УМЗ алюминия (см. рис. 3.3). Кривая 2 (на рис. 3.6), построенная согласно выражению (3.2) при $T_0 = 295$ К и $p = 0.5$, $q = 1.25$, $A = 17$, $\sigma_d/\sigma_c = 1.5$, 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 [46]. 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 Al качественно отличаются тем, что измельчение зерна приводит к значительному увеличению параметра m . Принимая во внимание низкую скорость деформационного упрочнения в этом интервале T (см. рис. 3.2), 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 [26, 35, 91, 96], однако нельзя исключать, что значительное

увеличение m и усиление зависимости $m(T)$ в области высоких T обусловлено дополнительными процессами диффузионно-динамической перестройки дислокационной структуры в условиях, когда длина свободного пробега дислокации определяется средним расстоянием между большеугловыми границами зерен. В качестве возможного механизма рассматривается зернограничное (ЗГ) проскальзывание в материале с неравновесными границами зерен, где избыточные дислокации способны двигаться вдоль границ, внося дополнительный вклад в пластическую деформацию [35]. Влияние зернограничного проскальзывания на пластичность Al, подвергнутого РКУП, наблюдалось в [49] 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 ЗГ диффузии в алюминии. В работе [52] развитием зернограничного скольжения и ЗГ диффузии объясняется высокая скоростная чувствительность напряжения течения Al сплава с размером зерна $\sim 0,2-0,4$ мкм. При низкой скорости деформации комнатная T , по мнению авторов, является достаточной для активации ЗГ проскальзывания, которое стимулирует образование микрополос сдвига. Образование микрополос препятствует дальнейшей макролокализации деформации и способствует увеличению пластичности материала. Влияние ЗГ диффузии и аннигиляции дислокаций в границах зерна на скоростную чувствительность напряжения течения рассмотрено в [96] 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 T . Существует модель [97] пластической деформации алюминиевого сплава, которая объясняет зависимость напряжения течения от скорости деформации в области малых скоростей механизмом ЗГ 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 [76].

3.2 Твердый раствор Al-Li

Изучены поликристаллы твердого раствора Al-3,8 ат.% Li, полученные путем комбинированной прямой (ГЭ) и равноканальной угловой гидроэкструзии (РУГЭ). В зависимости от схемы комбинированной гидроэкструзии образцы, отличавшиеся величиной накопленной деформации и микроструктурой, обозначены символами С1-С4.

3.2.1 Микроструктура после комбинированной гидроэкструзии.

Микроструктуру образцов С1-С4 изучали методами оптической, трансмиссионной (ТЕМ) и растровой (SEM) микроскопии, а также рентгеновской дифракции (XRD).

На рис. 3.8. представлены микрофотографии плоской поверхности сплава Al-Li параллельной направлению гидроэкструзии по схемам С1 и С3. Микроструктура С1 (рис. 3.8 (а)) неоднородна, состоит из полос мелких зерен размером $d \approx 1 - 8$ мкм, вытянутых вдоль направления экструзии, и полос крупных зерен $d \approx 10 - 20$ мкм. Микроструктура С3 более однородна (рис. 3.8 (б)), на поверхности наблюдаются в основном зерна $d \approx 1 - 4$ мкм почти равноосной формы, а также отдельные зерна размером не более 8 мкм.

Как показал анализ микрофотографий, микроструктура С2 подобна С1 и отличается тем, что на большей части поверхности наблюдаются зерна $d \approx 1 - 6$ мкм, а также крупные зерна размером не более 12 мкм.

Микроструктура С4 подобна С3 и отличается тем, что на большей части поверхности наблюдаются зерна $d \approx 1 - 4$ мкм, а также малое количество зерен размером не более 6 мкм. Кроме того, значительная часть поверхности С4 в отличие от С3 занята зернами размером $d \approx 1$ мкм и менее, которые плохо разрешаются в оптическом микроскопе. Влияние схемы ИПД на однородность структуры сплава иллюстрируют диаграммы распределения зерен по размерам, показанные на рис. 3.9 для образцов С1, С4.

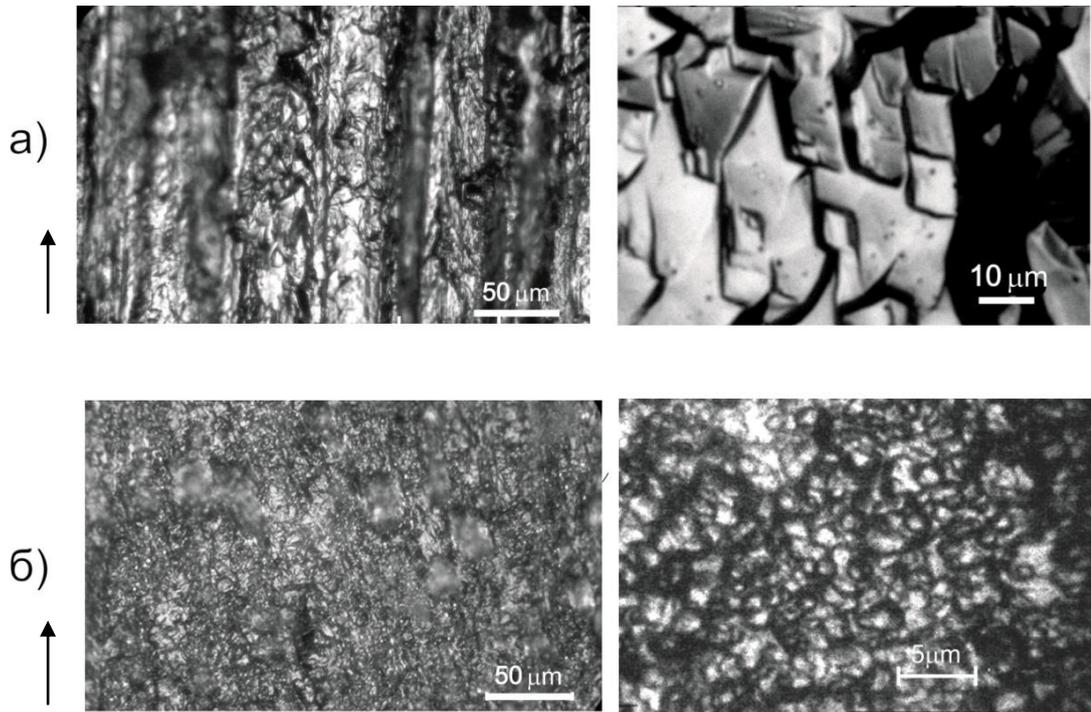


Рис. 3.8. Микрофотографии поверхности сплава Al – 3,8 ат. % Li после ИПД путем гидроэкструзии по схемам: C1 - (а), C4 – (б); направление экструзии показано стрелкой.

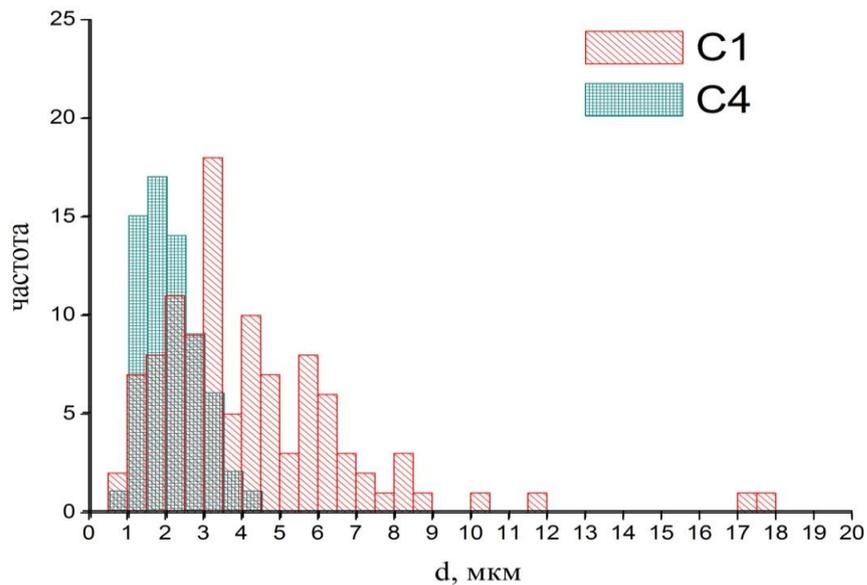


Рис. 3.9. Распределение зерен по размерам в УМЗ поликристаллах Al – 3,8 ат. % Li после ИПД по схемам (C1) и (C4).

Наличие субмикронных зерен в микроструктуре C4 иллюстрируют микрофотографии на рис. 3.10, полученные с помощью трансмиссионной (а) и растровой (б) микроскопии. Средний размер зерен исходного отожженного поликристалла Al-Li (C0) составлял $d \approx 300$ мкм.

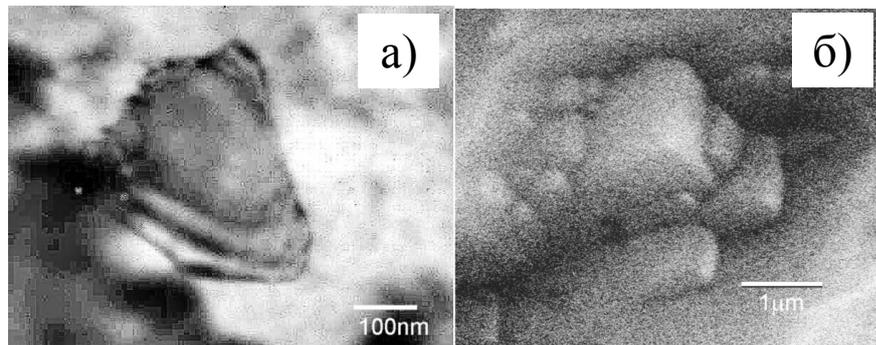


Рис. 3.10. Микрофотография зерен в сплаве Al – 3,8 ат. % Li после комбинированной гидроэкструзии по схеме С4: (а) – трансмиссионная микроскопия, (б) – растровая микроскопия.

Таким образом, по мере увеличения эквивалентной пластической деформации e_{Σ} при гидроэкструзии по схемам С1-С4 средний размер зерна поликристаллов Al-Li уменьшается. Применение схем С3, С4 приводит к более однородному распределению зерен по размерам, чем применение схем С1, С2.

Рентгеновская дифракция изучалась непосредственно на плоских образцах для растяжения. Съемка на отражение в плоскости, параллельной оси растяжения, и анализ дифрактограмм проводились по методике, описанной в разделе 2.2.

Дифрактограммы УМЗ поликристаллов Al-Li для разных схем ИПД представлены на рис. 3.11. Характеристики микроструктуры Al-Li, полученные в результате анализа интенсивности и уширения дифракционных отражений, приведены в таблице 3.1. Период кристаллической решетки a образца С1 (после прямой ГЭ) существенно увеличивается по сравнению с исходным отожженным образцом С0 [98]. По мере ИПД с ростом эквивалентной деформации e_{Σ} (образцы С2-С4) параметр a вновь уменьшается до исходного значения. Аналогичная зависимость параметра a от e_{Σ} ранее наблюдалось для чистого Al [30]. Согласно [99-100] одна из причин сжатия решетки при деформации (например ИПД) - накопление в структуре вакансий и их комплексов.

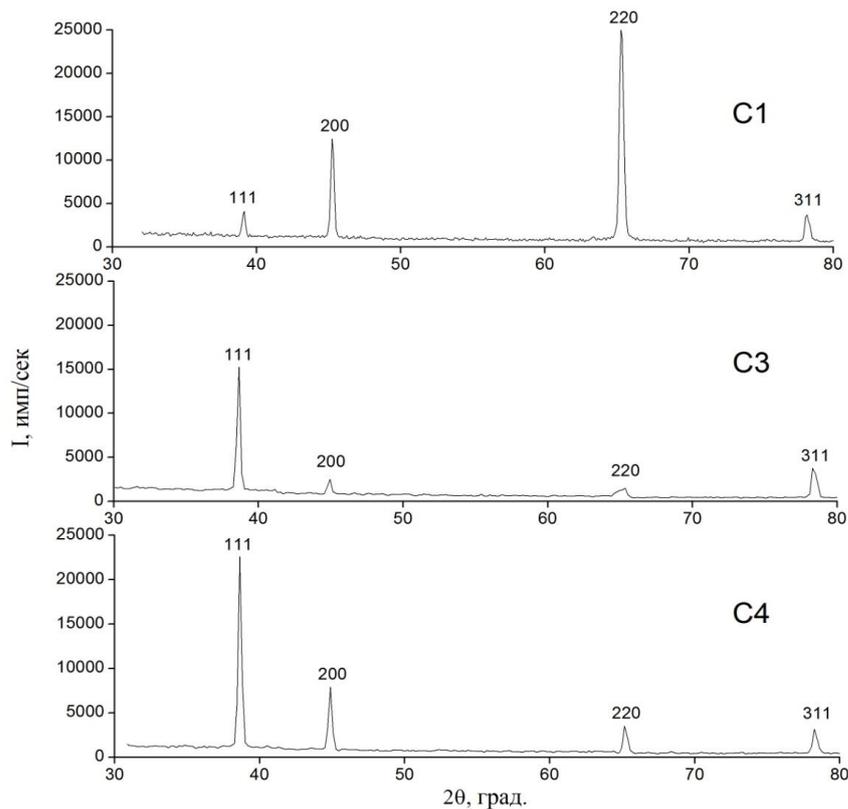


Рис. 3.11. Дифрактограммы УМЗ поликристаллов Al-Li полученные вдоль оси растяжения.

Таблица 3.1

Рентгеновские характеристики структуры

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

Для образцов C1-C4 область когерентного рассеяния $L = 25-50$ нм заметно меньше, чем для крупнозернистого поликристалла C0 [98], что согласуется с измельчением зерна при гидроэкструзии. Полученные оценки L соответствуют высокой плотности дислокаций в границах зерен $\rho_L \approx (1-2) \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ [22], при этом величина L более чем на порядок меньше размера зерна по данным микроскопии, что является типичным для микрокристаллической структуры алюминия и его сплавов [2, 26].

Величина микродеформации ε для образцов С1-С2 значительно меньше, чем для исходного недеформированного образца С0 [98]. Для образцов С3, С4 этот параметр как минимум на порядок меньше, чем для С1, С2, поэтому надежность его оценки ограничена погрешностью расчетов. Приведенные оценки ε для образцов С1, С2 соответствуют рентгеновской плотности хаотичных дислокаций внутри зерна $\rho_\varepsilon \approx 10^{12} \text{ м}^{-2}$ [22]. Уменьшение параметров L и ε для микрзернистых образцов по сравнению с крупнозернистым указывает на увеличение в результате гидроэкструзии общей плотности дефектов и их перераспределение в пользу границ зерен.

Из таблицы 3.1 видно, что отношение $I_{(111)}/\Sigma I$, где $I_{(111)}$ – интегральная интенсивность отражений (111), ΣI – суммарная интенсивность четырех максимальных отражений, зависит от схемы ИПД. Для плоскости плотной упаковки в алюминии характерная величина $I_{(111)}/\Sigma I$ составляет $\approx 0,5$ [22]. Для образцов С1 (после прямой ГЭ) это отношение уменьшается и составляет $\approx 0,1$. Для образцов С2-С4 (комбинированная гидроэкструзия) отношения $I_{(111)}/\Sigma I$ постепенно увеличивается до исходного значения в недеформированном образце С0. Наблюдаемое изменение соотношения интенсивностей можно рассматривать как признак ориентационной текстуры, когда в результате прямой ГЭ значительная часть зерен с направлением $\langle 111 \rangle$ ориентируется вдоль направления ГЭ (параллельно плоскости съемки). Комбинированная гидроэкструзия по схемам С2-С4 способствует ослаблению ориентационной текстуры. Качественно эти результаты согласуются с результатами анализа полюсных фигур в плоскости перпендикулярной направлению экструзии Al-Li, полученными ранее в $\langle 101 \rangle$, где показано, что объемная доля текстуры с компонентой $\langle 111 \rangle$ после прямой ГЭ составляет более 50%, а в результате РУГЭ уменьшается до 10%. Таким образом, комбинированная гидроэкструзия по схеме С4 ведет к минимальной текстуре (см. табл. 3.1)

3.2.2 Кривые растяжения. Кривые растяжения сплава Al-Li, подвергнутого ИПД путем гидроэкструзии по схемам С1-С4, приведены на рис. 3.12 в координатах «истинное напряжение σ - истинная деформация ε ».

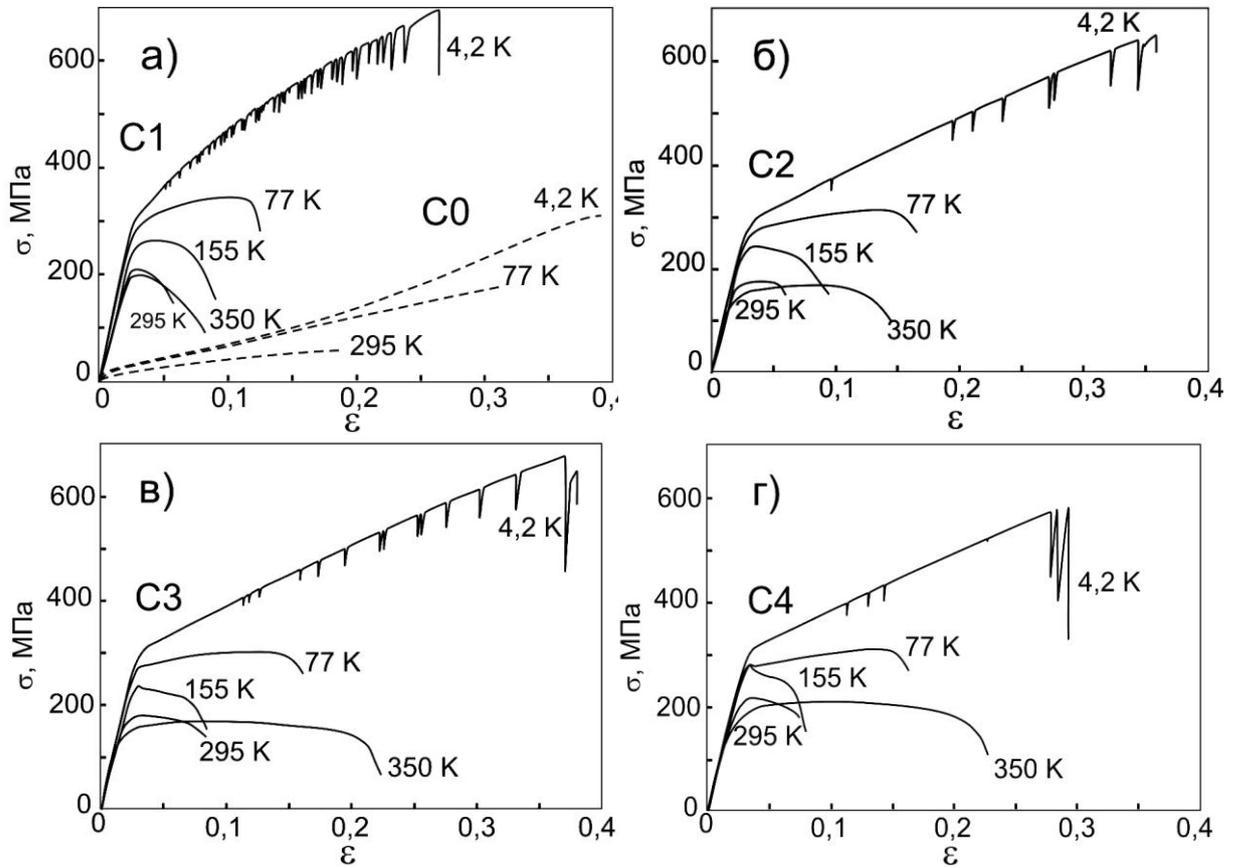


Рис 3.12. Кривые растяжения «истинное напряжение σ – истинная деформация ε » ИПД-Al-Li: С1 (а), С2 (б), С3 (в), С4 (г). Пунктирные кривые соответствуют исходному отожженному сплаву С0 (а) [47].

Видно, что форма кривых сильно зависит от температуры: чем выше температура, тем ниже напряжение течения и меньше пластическая деформация до разрушения образца. При фиксированной температуре напряжение течения образцов С1-С4 значительно выше, а пластичность - значительно ниже, чем у исходного КЗ образца С0 (см. рис. 3.12 (а)).

При температуре 4,2 К деформация образцов С1-С4 становится скачкообразной, в отличие от КЗ образца С0, деформированного при той же скорости. Плотность скачков напряжения уменьшается с увеличением эквивалентной деформации ε_2 от образца С1 (рис. 3.12 (а)) до образца С4

(рис. 3.12 (г)). При температуре 155 и 77 К на кривых растяжения С3, С4 наблюдается слабая неустойчивость в виде зуба текучести, которая не регистрируется на кривых С1, С2.

3.2.3 Температурные зависимости параметров кривых растяжения. Показано (рис. 3.13), что с уменьшением температуры условный предел текучести $\sigma_{0,2}$ образцов монотонно увеличивается от 135-180 МПа при 350 К до 292 - 304 МПа при 4,2 К (рис. 3.13 (а)). Наклон $d\sigma_{0,2}/dT$ для микрокристаллических образцов С1-С4 слабо зависит от температуры и схемы ИПД, но он значительно больше, чем для КЗ образца С0.

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

Пределы текучести образцов С1 ($e_{\Sigma} = 2,68$) и С4 ($e_{\Sigma} = 11,88$) в интервале $T = 77 - 350$ К примерно одинаковы и больше, чем у образцов С2 ($e_{\Sigma} = 7,28$) и С3 ($e_{\Sigma} = 9,58$) (см. рис. 3.13. (а)). Таким образом, величина $\sigma_{0,2}$ при фиксированной T немонотонно зависит от эквивалентной пластической деформации e_{Σ} (см. табл. 2.1). Учитывая, что с увеличением e_{Σ} уменьшается d , этот результат противоречит соотношению Холла-Петча $\sigma_{0,2} \sim d^{1/2}$.

Максимальное напряжение течения σ_m образцов С1-С4 сильно зависит от температуры (рис. 3.13 (б)) и сравнительно слабо от схемы ИПД: σ_m составляет 180-215 МПа при 295 К и 570-695 МПа при 4,2 К. Отметим, что приведенные значения слабо отличаются от данных для чистого А1, после ИПД (см. рис. 3.4) [30], но существенно больше, чем для КЗ образца С0 [47]. При температуре 4,2 К образцы С1-С4 обладают высокой пластичностью, близкой к пластичности крупнозернистого материала С0 (рис. 3.13, (в)).

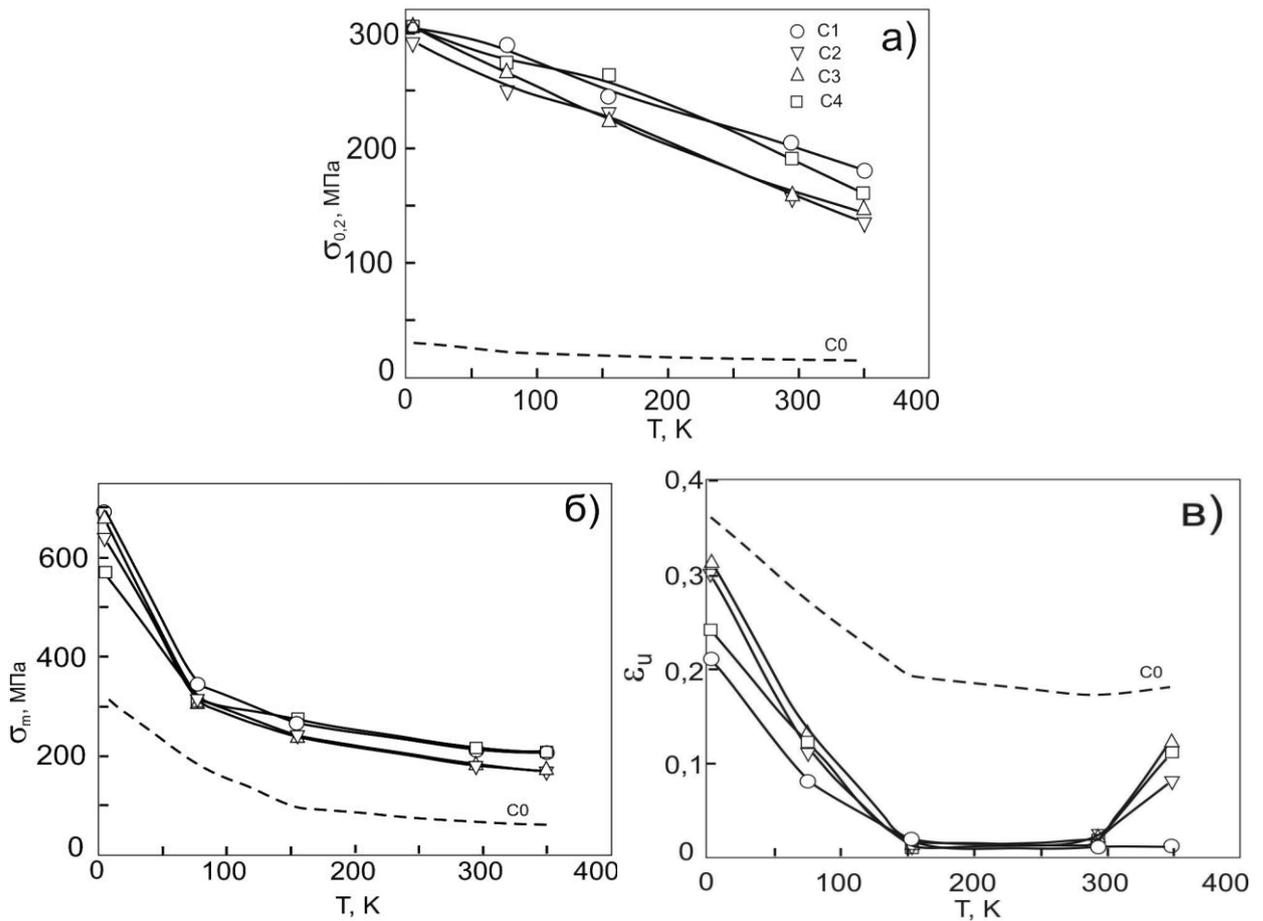


Рис. 3.13. Температурные зависимости: условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ (а), предела прочности σ_m (б) и равномерной деформации ϵ_u (в) УМЗ Al-Li после комбинированной гидроэкструзии: C1 (\circ), C2 (∇), C3 (\triangle), C4 (\square). Пунктирные кривые соответствуют крупнозернистому образцу C0 [47].

Увеличение температуры до комнатной приводит к уменьшению пластичности, особенно в случае УМЗ материалов. Среди УМЗ образцов наименее пластичными являются образцы C1, которые, так же, обладают высокими значениями предела текучести.

Пластичность ГЦК поликристаллов при растяжении определяется скоростью их деформационного упрочнения, которая, зависит от микроструктуры. На рис. 3.14 построены зависимости коэффициента деформационного упрочнения $\theta \equiv d\sigma/d\epsilon$ для УМЗ образцов от приведенного напряжения течения $\sigma - \sigma_{0,2}$ (осцилляции θ в области скачкообразной деформации и зуба текучести не показаны). Видно, что величина θ падает с

ростом напряжения (деформации) тем быстрее, чем выше T . При 77 К и напряжениях $(\sigma - \sigma_{0,2}) > 25$ МПа скорость упрочнения МК образцов значительно ниже, чем КЗ материала С0 (см. рис. 3.10 (а)). С понижением температуры коэффициент θ для микрозернистых образцов увеличивается. На рис. 3.14 (б) видно, что при 4,2 К образцы С1 и С3 сохраняют высокую склонность к деформационному упрочнению, которая при больших σ мало отличается от данных для КЗ образца С0. В случае С0 немонотонная зависимость $\theta(\sigma - \sigma_{0,2})$ при 4,2 К отражает стадийный характер деформационной кривой, обусловленный сравнимыми средним размером зерна ~ 300 мкм и поперечным сечением образца - [47].

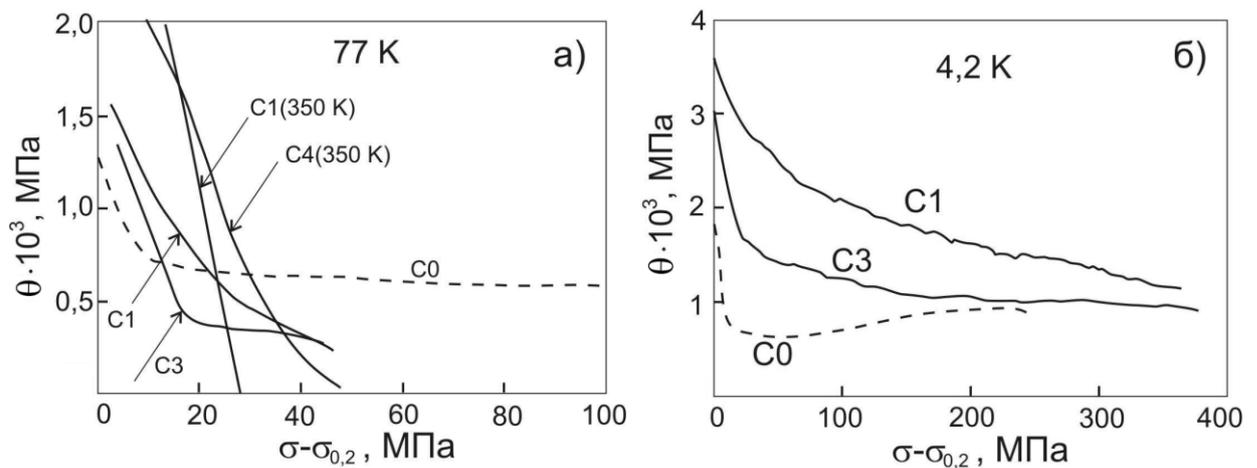


Рис. 3.14. Коэффициент деформационного упрочнения θ УМЗ Al-Li в зависимости от приведенного напряжения течения $(\sigma - \sigma_{0,2})$ при температурах 77 и 350 К (а); 4,2 К (б). Пунктирные кривые соответствуют исходному КЗ образцу С0 [47].

Таким образом, в результате гидроэкструзии прочность сплава Al-Li существенно увеличивается, его пластичность – уменьшается, а параметры кривой растяжения сильно зависят от температуры в интервале 4,2-350 К. Влияние микроструктуры и температуры на пластичность Al-Li рассмотрено в разделе 4.

3.2.4. Скоростная чувствительность напряжения течения. Для получения дополнительной информации о механизмах пластической деформации сплава проводили эксперименты по циклированию скорости

деформации вдоль кривой $\sigma - \varepsilon$, аналогичные описанным в разделе 3.1. Как и в случае чистого алюминия, для образцов сплава С1-С4 при температурах 4,2, 77, 155 К наблюдались линейные зависимости $\Delta\sigma$ от σ . Это означает, что параметр скоростной чувствительности напряжения $m = \Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\varepsilon}$ не зависит от σ , и для образцов сплава С1-С4 можно проанализировать зависимости $m(T)$, как было сделано для чистого алюминия.

3.2.5 Анализ результатов эксперимента. Как отмечалось выше, общий вид экспериментальных зависимостей $\sigma_{0,2}(T)$ с наклоном $d\sigma_{0,2}/dT < 0$ в интервале $T = 4,2 - 350$ К (см. рис. 3.9 (а)) типичен для термофлуктуационного открепления дислокаций от локальных препятствий. Для этого механизма $\sigma_{0,2}(T) = \sigma_i + \sigma^*(T)$, где σ_i – внутреннее напряжение, связанное с дальнедействующими препятствиями, которое слабо зависит от T , а σ^* – эффективное напряжение, которое определяет наклон $\sigma_{0,2}(T)$ и обращается в ноль при температуре выше некоторой пороговой температуры T_0 [44]. Ранее в [47] было показано, что для крупнозернистого сплава Al-Li $T_0 \approx 150$ К и величина $d\sigma_{0,2} / dT$ соответствуют случаю, когда скорость деформации определяется термически активированным взаимодействием дислокаций с локальными препятствиями, образованными примесными атомами, энергия активации которых составляет величину порядка 0,2 эВ [46]. В микрозернистом сплаве в интервале температур 4,2 – 350 К атермический участок на зависимостях $\sigma_{0,2}(T)$ не наблюдается, а их наклон значительно выше, чем в КЗ сплаве. В рамках используемой модели это означает, что скорость деформации контролируется локальными препятствиями, средняя плотность и характерная энергия активации которых выше, чем примесных атомов. Можно предположить, что такими препятствиями служат вакансии и их комплексы [99-100], а также дислокации «леса», аккумулялированные вблизи ГЗ [43-44, 95] в результате ИПД путем гидроэкструзии. Однако для корректных численных оценок необходимы дополнительные экспериментальные данные о микроструктуре

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

Наблюдаемая в эксперименте немонотонная зависимость $\sigma_{0,2}$ от схемы гидроэкструзии, т.е. от эквивалентной деформации e_{Σ} (см. табл. 2.1) и размера зерна не согласуются с соотношением Холла-Петча. Этот результат можно объяснить влиянием ориентационной текстуры. Согласно данным о рентгеновской дифракции (см. табл. 3.1) схема С1 (прямая гидроэкструзия) способствует формированию кристаллографической текстуры [111], а комбинированная гидроэкструзии (С2-С4) приводит к ее постепенному ослаблению. Поскольку пластическая деформация ГЦК матрицы Al осуществляется консервативным движением полных дислокаций системы скольжения $\{111\} \langle 110 \rangle$, текстура должна вызывать дополнительное увеличение предела текучести образцов С1 по сравнению с образцами С2-С4. Схеме С4 соответствует максимальная деформация e_{Σ} , отсутствие ориентационной текстуры и минимальный размер зерна d – единственная причина роста $\sigma_{0,2}$ по сравнению со схемами С2 и С3. Следует отметить качественный характер приведенных рассуждений, поскольку они не учитывают влияние распределения зерен по размерам (см. рис. 3.9) [38], распределение углов разориентации границ [102] и другие структурные факторы, определяющие механические свойства при растяжении ГЦК-поликристаллов [9].

Деформационное упрочнение. Причиной потери устойчивости микрозернистых ГЦК металлов и сплавов считается низкая скорость деформационного упрочнения из-за смещения баланса процессов накопления дислокаций в результате пластической деформации и их аннигиляции в результате возврата [9, 35, 38, 43, 75, 82], по сравнению с обычным КЗ материалом. В нашем случае мелкое зерно, высокое напряжение, а также

высокая энергия дефекта упаковки и низкая температура плавления Al и его сплавов [9] стимулируют процессы динамического возврата. В этих условиях неравенство $\theta^{C1-C4} < \theta^{C0}$ выполняется даже при температуре 77 К (рис. 3.14 (а)), которая соответствует гомологической температуре $T/T_m = 0,08$, где T_m – температура плавления.

С понижением температуры вероятность аннигиляции дислокаций уменьшается из-за низкой подвижности атомов. Это приводит к эффективному увеличению скорости деформационного упрочнения, которое препятствует локализации деформации, и параметр ε_u^{C1-C4} увеличивается (подробнее см. раздел 4). При температуре 4,2 К и больших деформациях (больших напряжениях течения) $\theta^{C3} \approx \theta^{C0}$ (рис. 3.14 (б)), т.е. микрозернистый Al-Li сохраняет высокую склонность к деформационному упрочнению несмотря на предварительное упрочнение на этапе ИПД при комнатной T .

При температуре 350 К наблюдается $\theta^{C1} < \theta^{C4}$ (см. рис. 3.14 (а)) и $\varepsilon_u^{C1} < \varepsilon_u^{C2-C4}$ (см. раздел 4). Поскольку размер зерна C4, меньше, чем C1, это противоречит представлениям об эффективном уменьшении θ вследствие усиления динамического возврата из-за близости дислокационных источников и стоков в УМЗ материале. Анализ структурных факторов, определяющих образование шейки, проведенный в [55], показал, что при фиксированном размере зерна однородная деформация зависит от σ . Если напряжение увеличивается, а коэффициент деформационного упрочнения нет, условие потери устойчивости $\theta < \sigma$ будет выполняться при меньших деформациях. Качественно наши данные согласуются с результатами анализа в [55]: поскольку $\sigma_{0,2}^{C1} > \sigma_{0,2}^{C2-C4}$ и $\sigma_m^{C1} \geq \sigma_m^{C2-C4}$ (рис. 3.13 (а,б)), наблюдается $\varepsilon_u^{C1} < \varepsilon_u^{C2-C4}$ (рис. 3.13 (в)).

При $T = 77$ и 4,2 К соотношения параметров θ и ε_u формально противоречат критерию устойчивости: $\theta^{C1} > \theta^{C3}$ (рис. 3.14), однако $\varepsilon_u^{C1} < \varepsilon_u^{C3}$. Низкая пластичность образцов C1 объясняется тем, что в данном случае увеличение напряжения $\sigma_{0,2}^{C1} > \sigma_{0,2}^{C3}$ не компенсируется увеличением

скорости упрочнения [55]. Отметим, что при 4,2 К параметр θ оценивался по огибающей $\sigma(\dot{\epsilon})$ в связи с тем, что пластическая деформация приобретает скачкообразный характер. Развитая СД и текстура образцов С1, по-видимому, определяют их низкие пластичность и предел прочности при 4,2К.

Скачкообразная деформация означает катастрофическое увеличение скорости деформации при скачке напряжения, которое связано с увеличением потока дислокаций. Экспериментальные и теоретические исследования явления НТСД, проводившиеся для различных металлов и сплавов, рассмотрены в [62], однако ясного понимания физики данного явления пока нет. В качестве одной из гипотез рассматривается локальный разогрев образца, вызывающий уменьшение напряжения течения вследствие термофлуктуационных эффектов. Другая гипотеза – самосогласованное движение дислокационных лавин в условиях высокой плотности дислокаций и высоких напряжений. При измельчении зерна в Al и его сплавах наблюдалось затухание НТСД в обычном поликристалле и наоборот ее усиление в УМЗ материале [30]. В КЗ сплаве Al-3,8 ат. % Li после отжига скачки напряжения наблюдались только при T ниже 4,2 К. Как видно на рис. 3.12, при 4,2 К плотность скачков напряжения уменьшается по мере увеличения эквивалентной деформации и измельчения зерна (С1-С4). В рамках упомянутых гипотез это обусловлено изменением теплофизических характеристик кристалла и подавлением локального разогрева или изменением статистики движения дислокационных лавин в микрочернах. Подробнее эффект НТСД изучен в разделе 5.

Параметр скоростной чувствительности m . Зависимости $m(T)$ были построены на основании линейной аппроксимации экспериментальных зависимостей $\Delta\sigma(\sigma)$ для образцов С1-С4 при разных температурах. Согласно расчетам, для С1-С4 при 77 и 155 К величина $m = \Delta \ln \sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon}$, составляет 0,04 и 0,05 соответственно, а при 350 К она достигает 0,09 (оценка менее надежна из-за низкой скорости деформационного упрочнения). Зависимости

$m(T)$ для УМЗ образца С3 и КЗ образца С0 представлены на рис. 3.15. Видно, что для С0 величина m не превышает 0,01 в интервале температур 77-295 К.

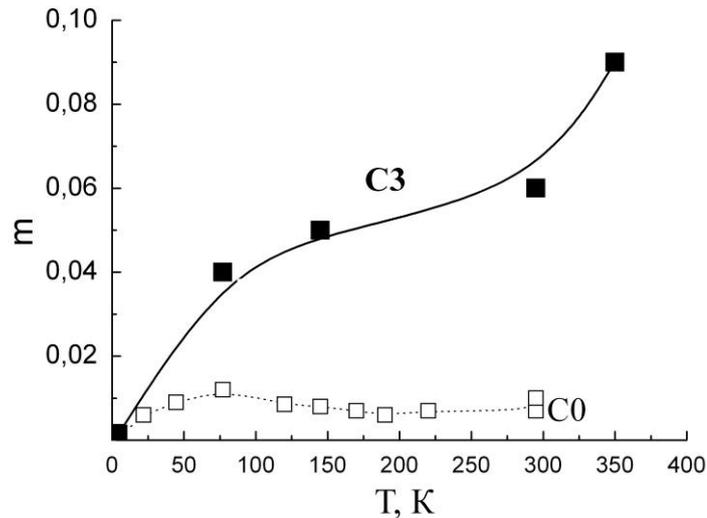


Рис. 3.15. Температурная зависимость параметра скоростной чувствительности m : для КЗ – (С0) и УМЗ – (С3) поликристаллов Al-Li.

Для КЗ образца С0 зависимость $m(T)$ характерна для термически активированного перерезания дислокаций «леса»: при низких температурах m увеличивается с температурой, достигает максимума в области промежуточных $T \sim 80$ К и затем медленно уменьшается. В случае УМЗ образца С3 $m(T)$ отклоняется в сторону больших значений уже при 77 К, а при комнатной температуре величина m почти на порядок больше, чем у исходного образца С0. Согласно [30, 82] высокие значения m при $T \geq 295$ К указывают на эффективность диффузионных процессов в УМЗ материале.

Высокие значения m при низких температурах рассматриваются как следствие дополнительного термически активированного взаимодействия дислокаций в условиях высокой плотности дефектов вблизи ГЗ [82]. В этом случае активационный объем пластической деформации, который связан с m выражением $V = Mkt/m\sigma$, для образцов С1-С4 должен быть меньше, чем для КЗ материала.

Активационный объем V . Результаты оценки активационного объема для С1 и С3 в координатах V/b^3 от $(\sigma - \sigma_{0,2})$ представлены на рис. 3.16, при $M=3$ и $b = 0,286$ нм. Видно, что с увеличением напряжения активационный

объем деформации уменьшается. Величина V/b^3 и скорость ее изменения зависят от температуры и микроструктуры. При 155 К и $\sigma > \sigma_{0,2}$ всего на 23-25 МПа величина V уменьшается от $450 b^3$ до $200 b^3$ для сплава С1 и от $800 b^3$ до $320 b^3$ для С3 (рис. 3.16 (а)). В случае КЗ образцов (С0) высокие исходные значения $V \approx 10^3 b^3$, характерные для отожженных ГЦК поликристаллов, с ростом σ уменьшаются в 5-10 раз, что соответствует высокой скорости деформационного упрочнения, по сравнению с УМЗ образцами.

При понижении температуры до 77 К (рис. 3.16 (б)) значение V для образцов С1, С3 уменьшается: даже при $\sigma \approx \sigma_{0,2}$ оно составляет $(230-260) b^3$, а при больших напряжениях - менее $75 b^3$. Полученные при 77 К оценки $V(\sigma)$ в случае Al-Li хорошо согласуются с данными для УМЗ Al (рис. 3.7) [50].

При 350 К величина V для образца С3 слабо зависит от напряжения, изменяясь в пределах $(120-50) b^3$ (рис. 3.16 (а), темные символы), аналогичный результат наблюдается для образцов С2 и С4. При температуре 4,2 К активационный объем С3 также слабо зависит от напряжения и при больших σ составляет менее $30 b^3$ (рис. 3.16 (б), темные символы). Эти данные не согласуются с высокими значениями коэффициента упрочнения, указывающими на высокую скорость накопления деформационных дефектов.

Предполагается, что в УМЗ ГЦК-материалах деформация, определяемая выражением $M\varepsilon = bNA$, где N - число подвижных дислокаций, A – площадь, заматаемая подвижной дислокацией, контролируется не внутризеренными, а ЗГ источниками [82], и N пропорционально плотности источников в границах зерен. При измельчении зерна площадь границ увеличивается, что приводит к увеличению дислокационных стоков и уменьшению A . Отметим, что в случае уменьшения A для поддержания заданной скорости деформации требуется увеличить число или скорость N подвижных дислокаций, что приводит к повышению напряжения в виде зуба текучести, который действительно наблюдается при $T = 77$ и 155 К для С3, С4 (см. рис. 3.12). Эффект дислокационных стоков как причина зуба в УМЗ материалах ранее обсуждался в [38].

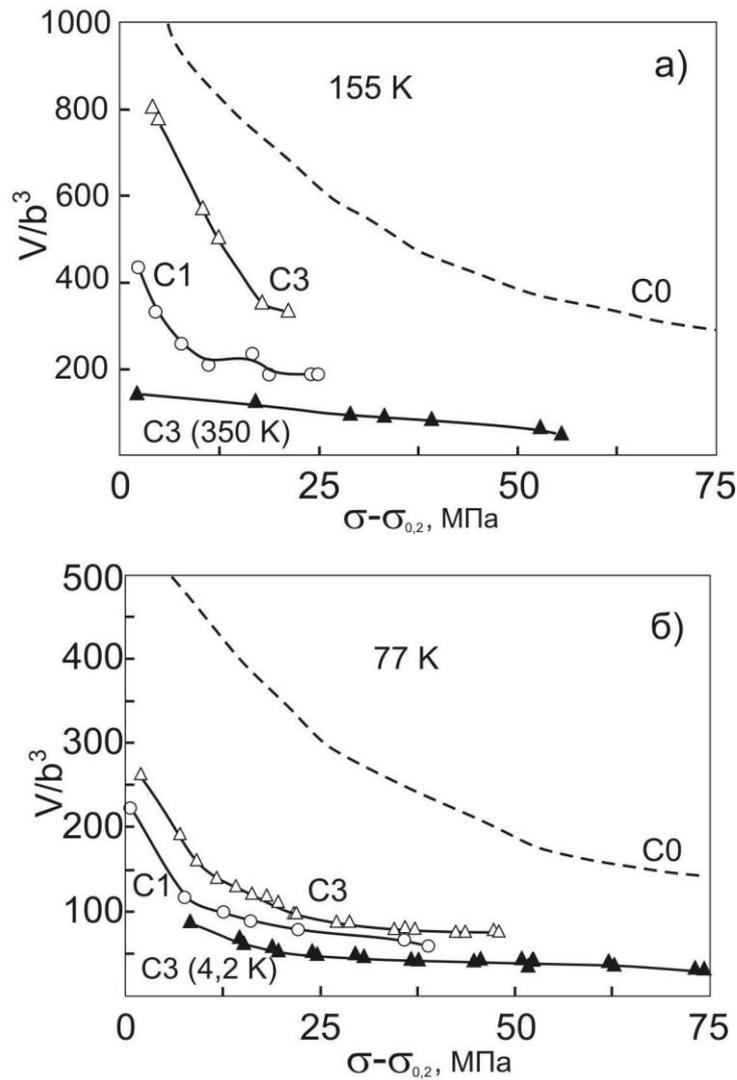


Рис. 3.16. Активационный объем V/b^3 в зависимости от приведенного напряжения течения ($\sigma - \sigma_{0.2}$) для УМЗ Al-Li: (○) C1 и (△) C3 при 155 К; (▲) C3 при 350 К – (а); (○) C1 и (△) C3 при 77 К; (▲) C3 при 4,2 К – (б). Пунктир – кривые для образцов C0 [47, 103] при 155 К – (а) и 77 К – (б).

Для оценки напряжения активации дислокационных источников воспользуемся приближением $\sigma = M\mu b / \pi L_d (1 - \nu)$, где μ – модуль сдвига, $L_d = \rho^{1/2}$ – расстояние между дислокациями, ν – коэффициент Пуассона. При $M = 3$, $\mu = 26$ ГПа, $\nu = 0,3$ – σ активации 125-290 МПа соответствуют плотности дислокаций $\rho \sim 10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$ и удовлетворительно согласуются с экспериментальными значениями $\sigma_{0.2} = 135 - 304$ МПа для образцов C1-C4 в интервале $T = 4,2 - 350$ К (см. рис. 3.13). Указанные значения ρ характерны

для границ доменов (размером с ОКР, см. таб. 3.1) в УМЗ образцах, и слишком высоки для плотности хаотических дислокаций в микрозерне.

Увеличение параметра m и уменьшение V пластической деформации УМЗ Al-Li по сравнению с КЗ материалом могут быть связаны с дополнительными термически активированными механизмами, эффективными в УМЗ структуре при температурах вблизи 77 К.

3.3 Сплав Mg-Al-Zn.

Исследовался магниевый сплав AZ31 с номинальным составом Mg-2,7 ат.% Al-0,4 ат.% Zn в двух различных структурных состояниях. Исходным материалом служили заготовки, полученные путем литья под давлением (squeeze casting — SC). Конечное состояние структуры сплава формировалось в результате горячей прокатки при температуре 370 °С, а затем интенсивной пластической деформации (severe plastic deformation — SPD) путем четырехкратного РКУП при температуре 200 °С с поворотом заготовки на 90° при каждом проходе.

3.3.1 Микроструктура. По данным оптической и электронной микроскопии, SC поликристалл имеет зеренную структуру со средним размером около 250 мкм. В результате горячей прокатки и четырех проходов РКУП в микроструктуре сплава формируются почти равноосные зерна со средним размером ~2,5 мкм, разделенные равновесными большеугловыми границами.

Микроструктуру плоских образцов для растяжения, вырезанных из исходных SC и SPD заготовок, дополнительно контролировали методом XRD. На рис. 3.17 представлены дифрактограммы, снятые вдоль и поперек оси образца стандартным методом (θ - 2θ) [79].

Отношение интегральных интенсивностей отражений (10.0), (00.2) и (10.1) вдоль и поперек оси образца составляет ~1,1 и ~1,4 для SC (рис. 3.17 (а, в)) и SPD (рис. 3.17 (б, г)) образцов соответственно. Интегральная интенсивность отражений (00.2), нормированная на суммарную

интенсивность, для образца из SPD заготовки увеличивается на порядок по сравнению с образцом из исходной SC заготовки.

Данные об интегральных интенсивностях свидетельствуют о том, что плоский образец для растяжения сохраняет текстуру исходной заготовки, а его продольная ось совпадает с направлением прокатки и прессования [10,11]. Области когерентного рассеяния для SC и SPD образцов, рассчитанная по графикам Холла, для базисной плоскости составляло 150 и 0,2 мкм соответственно. Эти оценки меньше, чем средний размер зерен по данным трансмиссионной микроскопии [8, 85], однако относительное изменение области когерентного рассеяния в SC и SPD образцах коррелирует с измельчением зерна в результате прокатки и прессования материала.

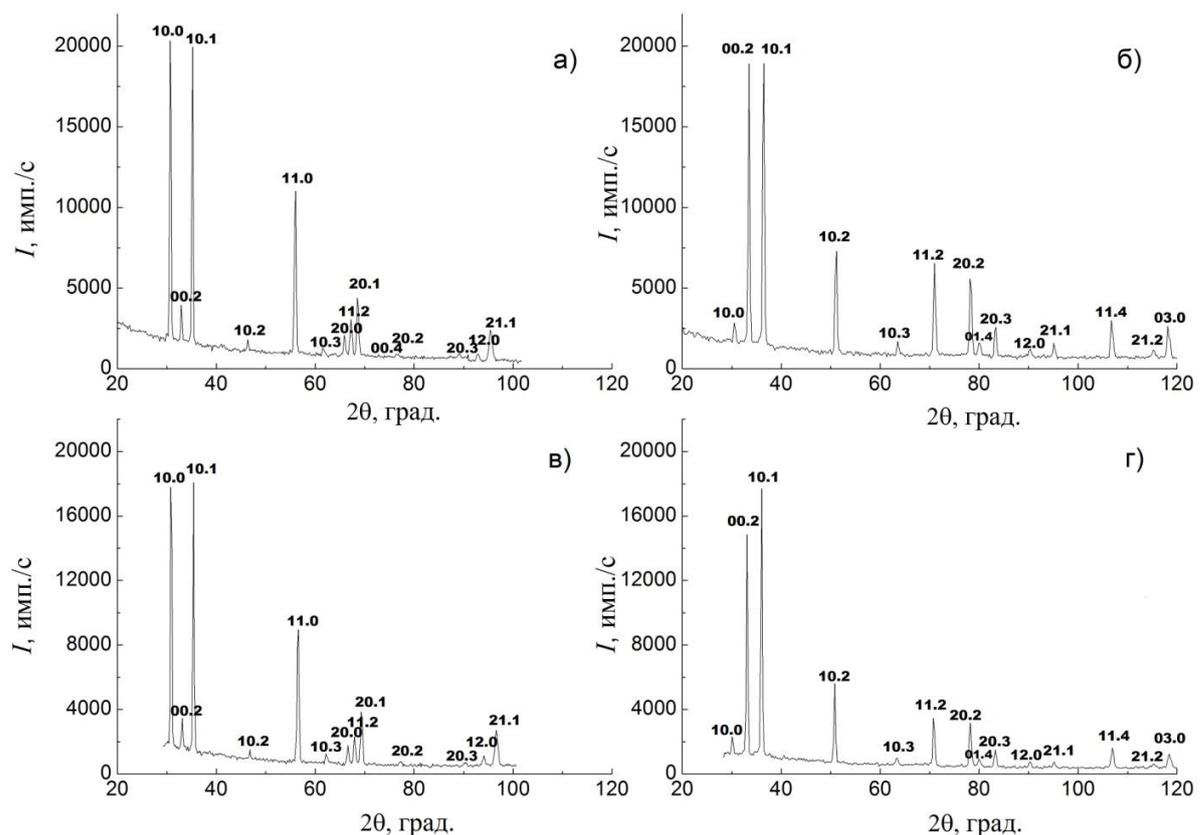


Рис. 3.17. Дифрактограммы для SC – (а, в) и SPD – (б, г) поликристаллов Mg-Al-Zn; вдоль – (а, б) и поперек (в, г) оси растяжения образца.

3.3.2 Кривые растяжения. Кривые растяжения поликристаллов магниевого сплава с микроструктурой, сформировавшейся в результате SPD и SC, полученные при различных температурах, иллюстрирует рис. 3.18.

Кривые имеют параболический вид, характерный для множественного скольжения ГПУ монокристаллов. При фиксированной температуре у SC и SPD поликристаллов наблюдаются близкие значения пределов текучести, однако скорость деформационного упрочнения SC поликристалла оказывается выше, а деформация до разрушения – меньше, чем у SPD поликристалла. С понижением температуры предел текучести образцов независимо от микроструктуры увеличивается, а их пластичность немного уменьшается.

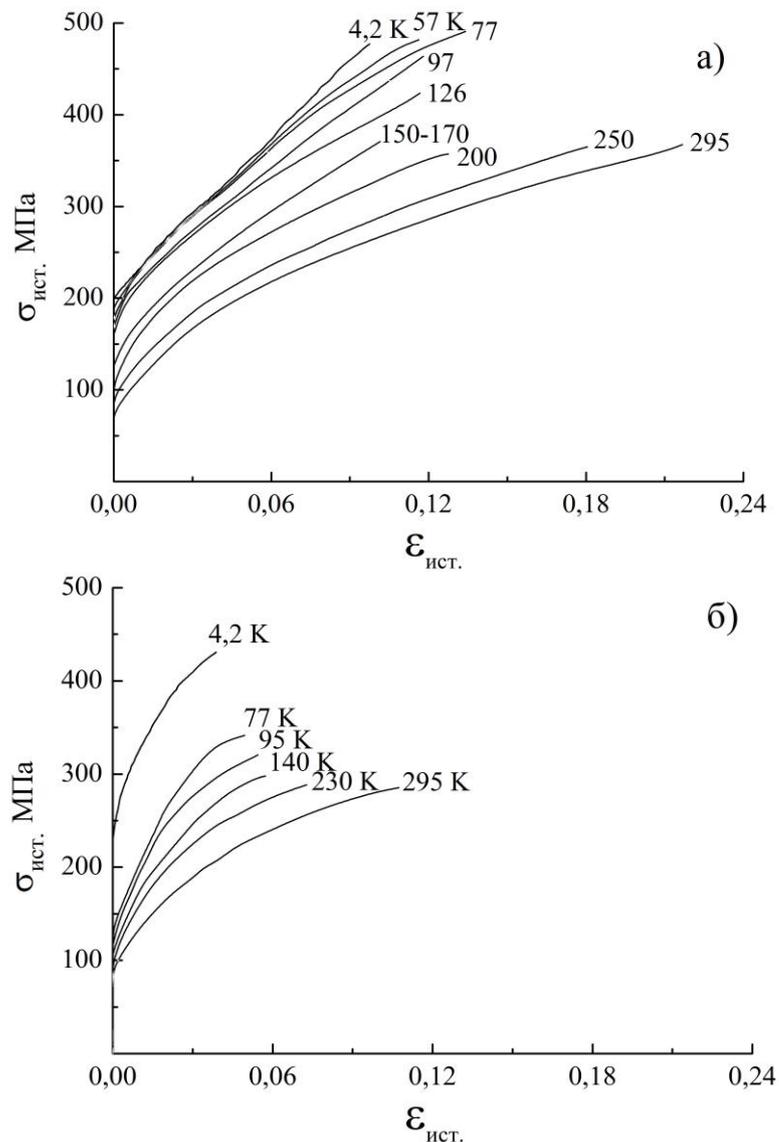


Рис.3.18. Кривые растяжения Mg-Al-Zn в истинных координатах $\sigma - \epsilon$ при различных T для: а) – микроструктурированный поликристалл (SPD); б) – крупнозернистый поликристалл (SC).

Пластическая деформация поликристаллов остается плавной при температурах выше 25 К, а при $T < 25$ К наблюдаются скачки напряжения (см. рис. 3.19).

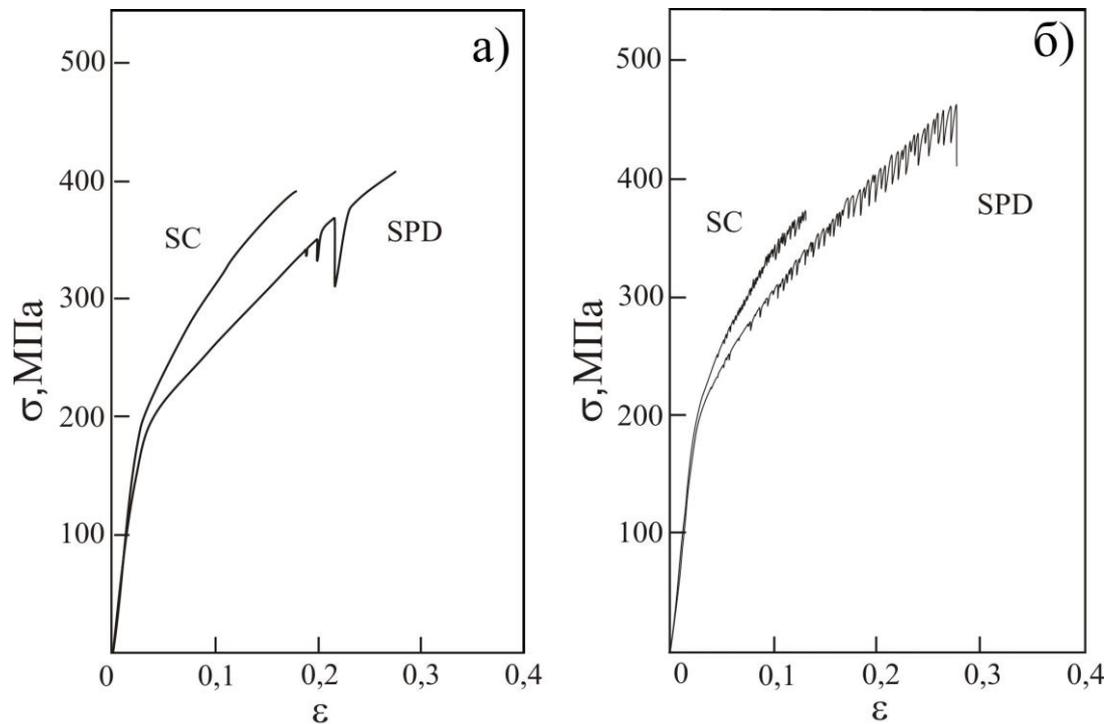


Рис.3.19. Развитие низкотемпературной скачкообразной деформации в SPD и SC образцах Mg-Al-Zn при температурах: а) 25 К, б) 4,2 К.

При $T = 25$ К на кривой растяжения SPD поликристалла в области больших деформаций наблюдаются одиночные макроскопические скачки нагрузки, которым соответствуют скачки σ до 50 МПа (рис. 3.19 (а)). С понижением T до 4,2 К пластическая деформация как SPD, так и SC образцов становится скачкообразной уже при малых деформациях (вблизи предела текучести), а средняя амплитуда скачка увеличивается с деформацией (рис. 3.19 (б)). При фиксированной деформации (напряжении) средний скачок напряжения в крупнозернистом (SC) поликристалле меньше, чем в микрозернистом (SPD).

Как уже отмечалось, низкотемпературная скачкообразная деформация (НТСД) наблюдается при растяжении целого ряда металлов и сплавов с различными типами кристаллической решетки. Анализ экспериментальных

данных [57], показал, что развитие НТСД в ГПУ металлах, как и в ГЦК, не объясняется в терминах тепловой или дислокационной гипотез явления.

Поскольку в магнии и его сплавах НТСД ранее не наблюдалась, представляет интерес сравнить полученные результаты с данными для других металлов и сплавов. Усиление НТСД с понижением температуры деформации сплава Mg-Al-Zn (см. рис. 3.19), а так же рост амплитуды НТСД с напряжением также наблюдались ранее в алюминии, его сплавах (см. разделы 3.1 и 3.2) и в других материалах с ГЦК и ГПУ решеткой [57], где пластическая деформация происходит путем скольжения дислокаций. Увеличение амплитуды НТСД в Mg-Al-Zn с уменьшением среднего размера зерна от 250 до 2,5 мкм также наблюдалось ранее в алюминии ($d \approx 1\text{мкм}$) [30].

Особенность НТСД в Mg-Al-Zn состоит в том, что она усиливается в SPD образцах при меньшем уровне напряжения течения, чем напряжение в SC (см. рис. 3.19 (б)). В случае Al и его сплавов наблюдается обратная ситуация: с ростом напряжения, обусловленного мелким зерном, НТСД усиливается.

Как обсуждалось в [57], одной из причин усиления НТСД может быть влияние границ зерен на длину свободного пробега дислокаций, мощность дислокационных скоплений и самоорганизованное движение лавин дислокаций. В рамках дислокационной гипотезы указанные выше особенности НТСД в сплаве Mg-Al-Zn, кроме размера зерна, могут быть связаны с изменением природы границ микрзерен, а также текстурой. Однако не исключено, что измельчение зерна в микронном диапазоне может приводить к изменению тепловых констант материала, как в случае ультрамелкозернистой меди [104], которое способствует НТСД вследствие усиления локальных тепловых эффектов.

3.3.3 Температурные зависимости предела текучести. Зависимости $\sigma_{0.2}(T)$ для SC и SPD поликристаллов в изученном интервале температур представлены на рис. 3.20. При 295 К величина $\sigma_{0.2}$ составляет 105 МПа и

145 МПа для SC и SPD поликристаллов соответственно, а при 80 К она увеличивается до 180 МПа. Ниже 80 К различия в микроструктуре на величину $\sigma_{0.2}$ не влияют. Средний наклон температурной зависимости предела текучести $d\sigma_{0.2}/dT$ для SC образцов несколько больше, чем для SPD.

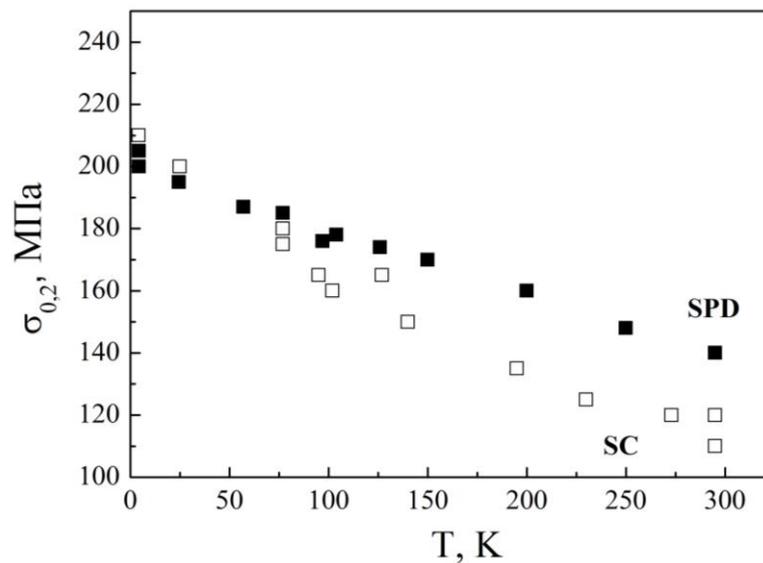


Рис. 3.20. Температурные зависимости условного предела текучести $\sigma_{0.2}$ для SPD (темные символы) и SC (светлые символы) поликристаллов магниевого сплава Mg-Al-Zn.

В результате прокатки и прессования SC поликристалла средний размер зерна d в SPD уменьшается не менее, чем на два порядка. Следовательно приращение $\sigma_{0.2}$ SPD образца по сравнению с SC, наблюдаемое в интервале 80 - 295 К, не согласуется с соотношением Холла - Петча [36-37], а при $T < 80$ К противоречит этому соотношению. Таким образом, d не является основным структурным фактором, определяющим НТ предел текучести SPD образца. Как показано в [80, 85-86], механические свойства УМЗ магневых сплавов, деформированных при высоких T , зависят от кристаллографической текстуры, сформировавшейся на этапе предварительной прокатки и РКУП. В этом случае упрочнение поликристалла вследствие измельчения зерна частично компенсируется разупрочнением за счет текстуры, благоприятной для базисного скольжения дислокаций [10, 105]. По нашим данным ниже комнатной температуры влияние текстуры сохраняется. Если размер зерна и текстуру рассматривать

как основные факторы микроструктуры, определяющие предел текучести сплава Mg-Al-Zn, то при $T < 80$ К разупрочнение за счет текстуры становится сравнимым с упрочнением за счет измельчения зерна, поэтому пределы текучести SC и SPD поликристаллов сравнимы, см рис. 3.20.

Отрицательные зависимости $\sigma_{0.2}(T)$ для SC и SPD поликристаллов характерны для термофлуктуационного открепления дислокаций от короткодействующих препятствий. При термически активированном взаимодействии дислокаций с однотипными локальными препятствиями такие зависимости, как правило, наблюдаются при $T < T_0$, где T_0 – критическая температура термоактивации. Выше T_0 короткодействующие препятствия преодолеваются только за счет термических флуктуаций, а зависимость $\sigma_{0.2}(T)$ становится слабой, т.к. определяется температурной зависимостью модуля упругости. Теоретически увеличение T_0 соответствует увеличению характерной энергии активации препятствия, а увеличение наклона $d\sigma_{0.2}/dT$ – увеличению плотности короткодействующих препятствий. В случае монокристаллов магния при базисном скольжении критическая температура $T_0 = 330$ К [106], энергия активации – порядка 0,05 эВ [107], а короткодействующими препятствиями, определяющими вид температурной зависимости критического напряжения сдвига, служат дислокации леса в плоскостях скольжения, пересекающих базисную, а также примесные атомы замещения. Уровень деформирующего σ и скорость деформационного упрочнения монокристаллов магния зависят от типа парного взаимодействия дислокаций в разных плоскостях [108].

Сравнивая зависимости $\sigma_{0.2}(T)$ для SC и SPD поликристаллов, можно предположить, что кристаллографическая текстура сплава влияет на тип и концентрацию короткодействующих препятствий, однако указать конкретный механизм такого влияния затруднительно. В поликристаллах магниевого сплава Mg-Al-Zn дополнительные короткодействующие поля напряжений могут образовываться у малоугловых границ, легирующих атомов и их кластеров. При наличии спектра короткодействующих

препятствий разной мощности зависимости $\sigma_{0.2}(T)$ должны быть монотонно убывающими, однако критическое значение T_0 в нашем случае не наблюдается в изученном интервале температур. Согласно [8, 85], предел текучести данного сплава уменьшается с ростом температуры до 600 К, где становятся существенными диффузионные процессы.

3.3.4 Скорость деформационного упрочнения. Влияние структуры сплава на скорость его деформационного упрочнения, определяемую коэффициентом $\theta = (\partial\sigma/\partial\varepsilon)_T$, и деформацию до разрушения ε_{max} в области низких температур иллюстрируют рис. 3.21, 3.22.

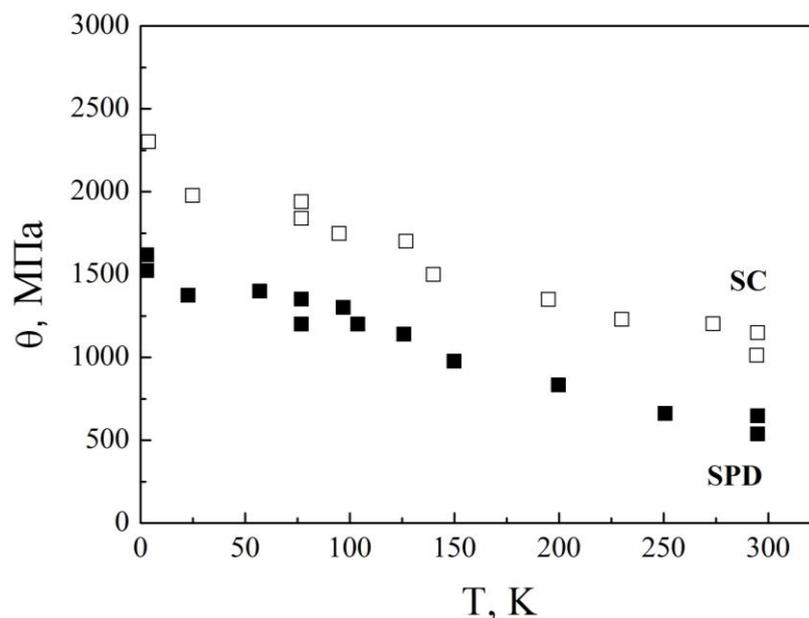


Рис. 3.21. Температурные зависимости коэффициента деформационного упрочнения θ для SPD (темные символы) и SC (светлые символы) поликристаллов сплава системы Mg-Al-Zn (данные приведены при $\sigma = 215$ МПа).

Видно, что температурные зависимости для SC и SPD Mg-Al-Zn подобны: чем ниже T , тем больше коэффициент θ и меньше деформация ε_{max} . Отметим, что в интервале $T < 180$ К зависимости $\theta(T)$ ослабевают, а зависимости $\varepsilon_{max}(T)$ – усиливаются.

При сравнении данных для SC и SPD видно, что измельчение зерна и усиление текстуры способствует уменьшению скорости деформационного упрочнения и увеличению пластичности сплава при фиксированной T . В

отличие от данных для Al и Al-Li (см. разделы 3.1, 3.2), скорость упрочнения SC выше, чем SPD Mg-Al-Zn, а пластичность - ниже даже при $T = 4,2$ К.

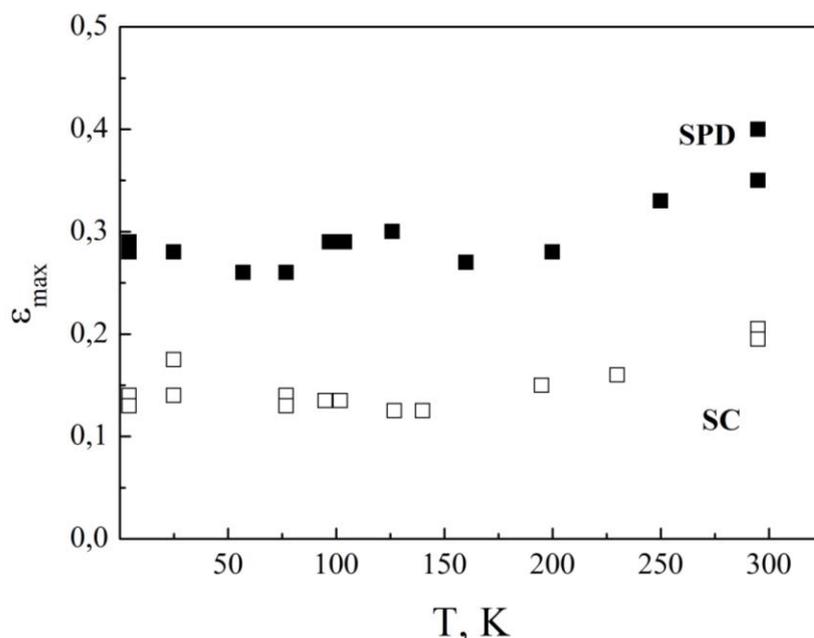


Рис. 3.22. Температурные зависимости максимальной пластической деформации до разрушения ϵ_{max} для SPD (темные символы) и SC (светлые символы) поликристаллов магниевого сплава Mg-Al-Zn.

Этот результат противоречит модели деформационного упрочнения использованной при обсуждении данных для ГЦК материалов и основанной на том, что коэффициент θ определяется балансом процессов размножения и аннигиляции дислокаций [33, 43]. В ГПУ сплаве системы Mg-Al-Zn, уменьшение θ с измельчением зерна не сопровождается уменьшением деформации до разрушения: величина деформации ϵ_{max} магниевого сплава, в отличие от алюминия, с измельчением зерна наоборот, увеличивается.

Причиной высокой пластичности SPD образцов магниевого сплава, может служить текстура и/или двойникование. В [8, 85] усилением текстуры, благоприятной для базисного скольжения, объясняли уменьшение θ и увеличение пластичности данного сплава при комнатной T и выше. Роль двойникования в ГПУ металлах с измельчением зерна, как правило, уменьшается, а при деформации магния и его сплавов путем растяжения она не столь велика, как при сжатии [8]. Однако в области низких T уменьшение

скорости упрочнения и увеличение пластичности магниевого сплава вследствие двойникования не исключается.

3.3.5 Скоростная чувствительность напряжения течения. В режиме циклирования скорости деформации $\dot{\epsilon}$ с регистрацией скачка напряжения $\partial\sigma$ были получены зависимости $\Delta\sigma / \Delta\ln \dot{\epsilon}$ от σ . Примеры таких зависимостей представлены на рис. 3.23.

Видно, что при небольших напряжениях величина $\Delta\sigma / \Delta\ln \dot{\epsilon} \sim \sigma$. Угол наклона аппроксимирующих прямых m зависит от температуры и микроструктуры образца: с увеличением T угол наклона увеличивается, причем для SPD материала он больше, чем для SC. Напряжение в точке пересечения прямых с горизонтальной осью почти не зависит от T : $\sigma_y \sim 102$ МПа для SC и ~ 138 МПа для SPD поликристаллов. При больших напряжениях зависимости $\Delta\sigma / \Delta\ln \dot{\epsilon}$ от σ отклоняются от линейных.

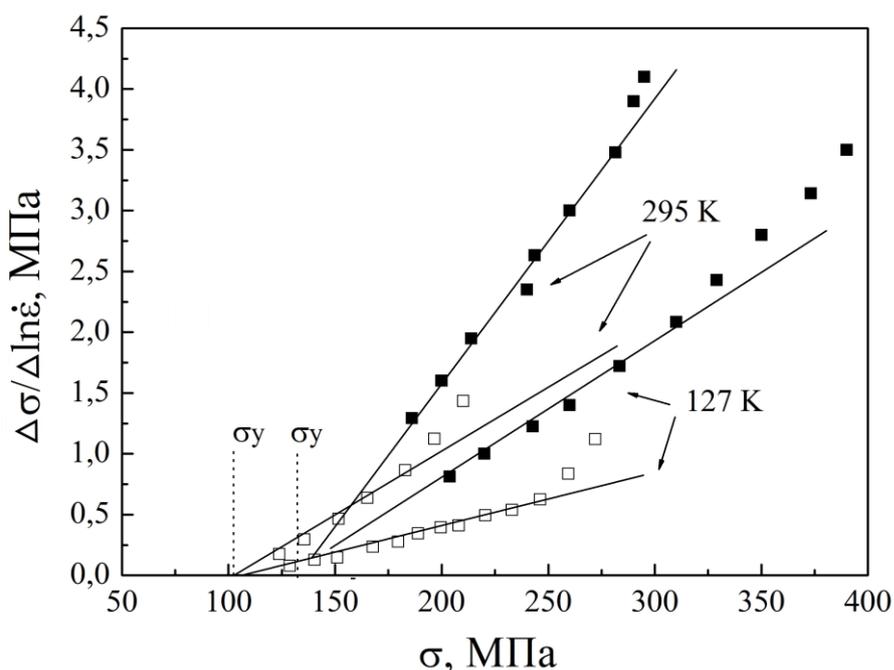


Рис. 3.23. Зависимости $\Delta\sigma / \Delta\ln \dot{\epsilon}$ от напряжения σ для SPD (темные символы) и SC (светлые символы) поликристаллов магниевого сплава Mg-Al-Zn при двух фиксированных температурах.

Температурные зависимости $m(T)$ представлены на рис. 3.24. Как видно, во всем изученном интервале T параметр m , во-первых, монотонно

уменьшается с уменьшением T , во-вторых, чем ниже T , тем меньше величина m зависит от микроструктуры. Средние значения m при 295 К составляют 0,011 и 0,023 для SC и SPD поликристаллов соответственно. При $T = 25$ К параметр m уменьшается до 0,004-0,005, а ниже этой температуры надежное определение m затруднительно из-за развития НТСД.

Анализ зависимости $m(T)$ в рамках модели термофлуктуационного пересечения дислокаций леса, как правило, применяется для ГЦК металлов [43]. Для ГПУ решетки необходимо, в общем случае, учитывать особенности развития дислокационной структуры в различных системах скольжения, а также двойникование.

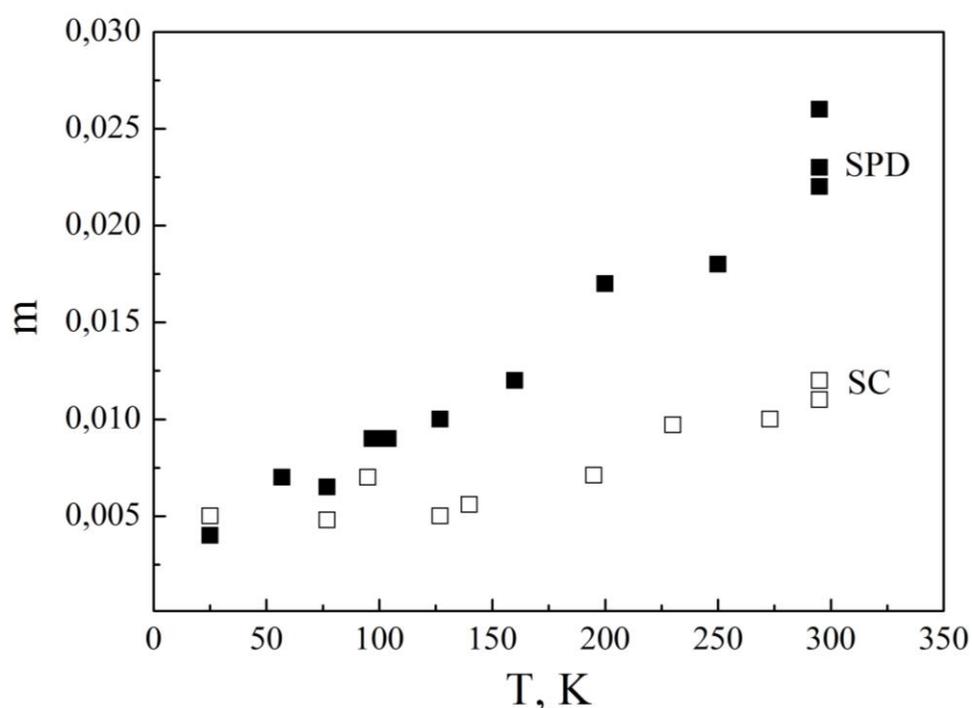


Рис. 3.24. Температурные зависимости параметра скоростной чувствительности m , рассчитанного для SPD (темные символы) и SC (светлые символы) поликристаллов магниевого сплава Mg-Al-Zn.

Согласно [108], деформирующее напряжение чистого магния зависит от вида парного взаимодействия дислокаций, однако при множественном скольжении оно пропорционально корню квадратному из плотности базисных и призматических дислокаций. Возможно, поэтому зависимости $m(T)$ для Mg-Al-Zn (рис. 3.24) качественно подобны, соответствующим

зависимостям для поликристаллов Al [78], Al-Li [71] и Ni [109]. В этой же области низких температур, с измельчением зерна в данных металлах увеличивалось атермическое напряжение σ_y , увеличивался наклон графика $(\Delta\sigma / \Delta \ln \dot{\varepsilon})_T$ от σ (рис.3.23) и уменьшался θ .

Согласно модели термофлуктуационного пересечения дислокаций «леса» параметр $m = 0$ при T_0 и $T = 0$ К. На рис. 3.24 видно, что параметр m для SC и SPD поликристаллов, действительно, уменьшается с уменьшением T , а при $T \leq 100$ К величина m слабо зависит от микроструктуры образца. Можно предположить, что в области температур $T \leq 100$ К при небольших деформациях пересечение дислокаций «леса» является единственным доминирующим механизмом пластической деформации SC и SPD поликристаллов.

Из соотношения $m = MkT/V(\sigma - \sigma_y)$, следует, что при $m = 0,008$ среднее расстояние между дислокациями в SPD поликристалле $L \approx 1,3 \cdot 10^{-7}$ м, что по порядку величины согласуется с оценками плотности дислокаций «леса» в материале, подвергнутом интенсивной пластической деформации.

Увеличение параметра m с температурой при $T > 100$ К, а также зависимость m от микроструктуры (см. рис. 3.24) не объясняются в рамках модели термофлуктуационного пересечения дислокаций. Согласно [94, 96], одной из причин увеличения скоростной чувствительности напряжения течения с температурой является активация механизмов динамического возврата. На усиление динамического возврата при больших деформациях в сплаве Mg-Al-Zn указывают характерные отклонения зависимостей $(\Delta\sigma / \Delta \ln \dot{\varepsilon})_T - \sigma$ от линейных (см. рис. 3.23), а также уменьшение коэффициента θ с увеличением температуры (см. рис. 3.21).

Высокие значения параметра m для SPD поликристалла по сравнению с SC вблизи комнатной температуры (см. рис. 3.24) можно объяснить ускорением релаксационных процессов за счет высокой плотности большеугловых границ зерен [96], а также дополнительным влиянием зернограничного скольжения, которое может быть существенным даже при

низких гомологических температурах [71, 78, 109]. Этими же причинами объясняется низкая скорость деформационного упрочнения SPD поликристалла по сравнению с SC (см. рис. 3.21, 3.22).

Следует отметить, что среднее значение параметра $m = 0,023$ для SPD поликристалла, полученное при 295 К, заметно выше, чем полученное в [11] на этом же сплаве. Разница обусловлена различием базовой скорости деформации: в данной работе она составляла 10^{-5} с^{-1} , а в [11] - 10^{-3} с^{-1} . Скоростная чувствительность m , как отмечалось ранее на примере других SPD материалов [110-111], может также рассматриваться как свидетельство усиления роли диффузионных процессов при пластической деформации УМЗ материалов, особенно в диапазоне малых скоростей деформации.

Выводы к разделу 3

Выводы к разделу 3.1

а) 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.

б) 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 единым термоактивированным механизмом пересечения дислокаций «леса».

в) 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.

г) Высокая скоростная чувствительность напряжения течения УМЗ алюминия в области температур выше 140 К объясняется влиянием зернограницной диффузии и зернограницного проскальзывания вследствие измельчения зерна и формирования большеугловых границ в процессе РКУП.

Выводы к разделу 3.2

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

б) Температурная зависимость предела текучести микрокристаллических образцов характерна для термически активированного открепления дислокаций от локальных препятствий. Эффективными локальными препятствиями являются деформационные дефекты (вакансии, их комплексы, дислокации «леса»), образовавшиеся при гидроэкструзии.

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

г) Высокая скоростная чувствительность напряжения течения в интервале $T \geq 77$ К и малый активационный объем пластической деформации микрокристаллического Al-Li по сравнению с крупнозернистым указывают на высокую эффективность границ микрзерен как источников и стоков для дислокаций.

Выводы к разделу 3.3

а) С понижением температуры прочность SC и SPD поликристаллов увеличивается, а их пластичность – уменьшается. Пластическая деформация SPD поликристалла становится неустойчивой (скачкообразной) при более высоких температурах, чем для SC поликристалла. При температуре 4,2 К и фиксированной деформации амплитуда скачка в SPD поликристалле больше, чем в SC. В отличие от большинства металлов и сплавов, усиление СД в SPD поликристалле наблюдается при низком уровне напряжений и низкой скорости деформационного упрочнения по сравнению с SC материалом.

б) Температурные зависимости предела текучести SC и SPD поликристаллов в интервале температур 4,2 – 295 К обусловлены термически активированным взаимодействием дислокаций со спектром короткодействующих препятствий. Изменение предела текучести SPD поликристалла по сравнению с SC объясняется упрочнением вследствие измельчения зерна и разупрочнением за счет текстуры, благоприятной для скольжения дислокаций в базисной плоскости.

в) Низкая скорость деформационного упрочнения SPD поликристалла по сравнению с SC при фиксированных напряжении и температуре объясняется активацией процессов динамического возврата вследствие измельчения зерна и увеличения плотности дислокаций на этапе предварительной обработки. Однако благодаря текстуре пластичность (деформация до разрушения) SPD поликристалла остается сравнительно высокой.

г) Согласно данным о скоростной чувствительности деформирующего напряжения в области низких температур ($T \leq 100$ К) пересечение дислокаций «леса» является общим доминирующим механизмом пластической деформации SC и SPD поликристаллов. Высокая скоростная чувствительность деформирующего напряжения SPD поликристалла по сравнению с SC в интервале температур $T \geq 150$ К объясняется активацией процессов динамического возврата и усилением роли диффузионных процессов при пластической деформации микрозернистого сплава.

РАЗДЕЛ 4

ЛОКАЛИЗАЦИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ УМЗ Al И Al-Li

В данном разделе изучена локализация пластической деформации Al и сплава Al-Li (образование шейки) в зависимости от размера зерна и температуры. Так же проведен анализ результатов эксперимента в рамках дислокационно-кинетической теории деформационного упрочнения [26, 54-56].

4.1. Распределение пластической деформации вдоль образца.

На рис. 4.1 приведены изображения УМЗ и КЗ образцов Al деформированных при одинаковых температурах.

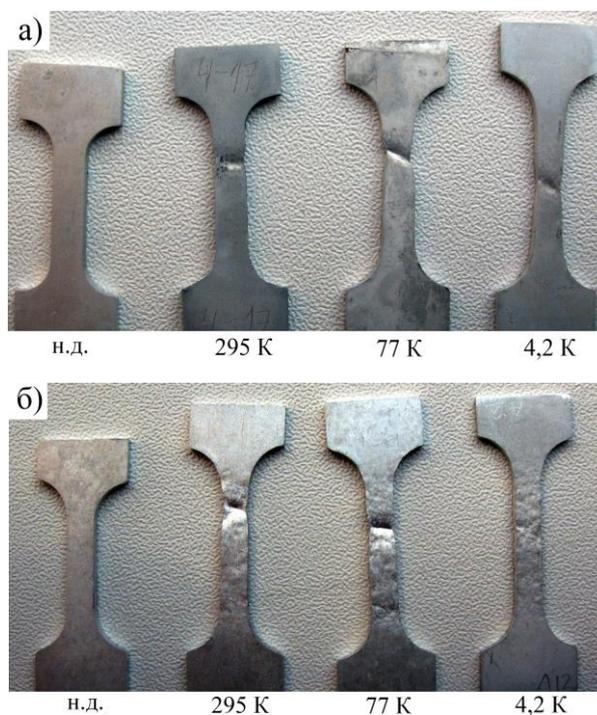


Рис. 4.1. Вид образцов (слева на право): до деформации, после деформации при 295, 77 и 4,2 К; а) – УМЗ, б) – КЗ поликристаллы Al.

Перед деформацией вдоль оси растяжения образцов наносили метки с шагом 427 мкм (см. рис.2.9). Изменение координат меток в результате деформации наблюдали в оптическом микроскопе и по смещению меток оценивали относительную деформацию ε_i каждого отдельного участка на рабочей части образца (изменение расстояния между метками).

Распределение локальной пластической деформации $\varepsilon_i(x_i)$ вдоль образцов при растяжении иллюстрируют рис. 4.2, 4.3, где ε_i – относительное удлинение интервала между i -той и $i+1$ -ой метками индентора, x_i – относительная координата интервала, $x_i = 0$ и $x_i = 1$ соответствуют границам рабочей части образца (между захватами деформационной установки).

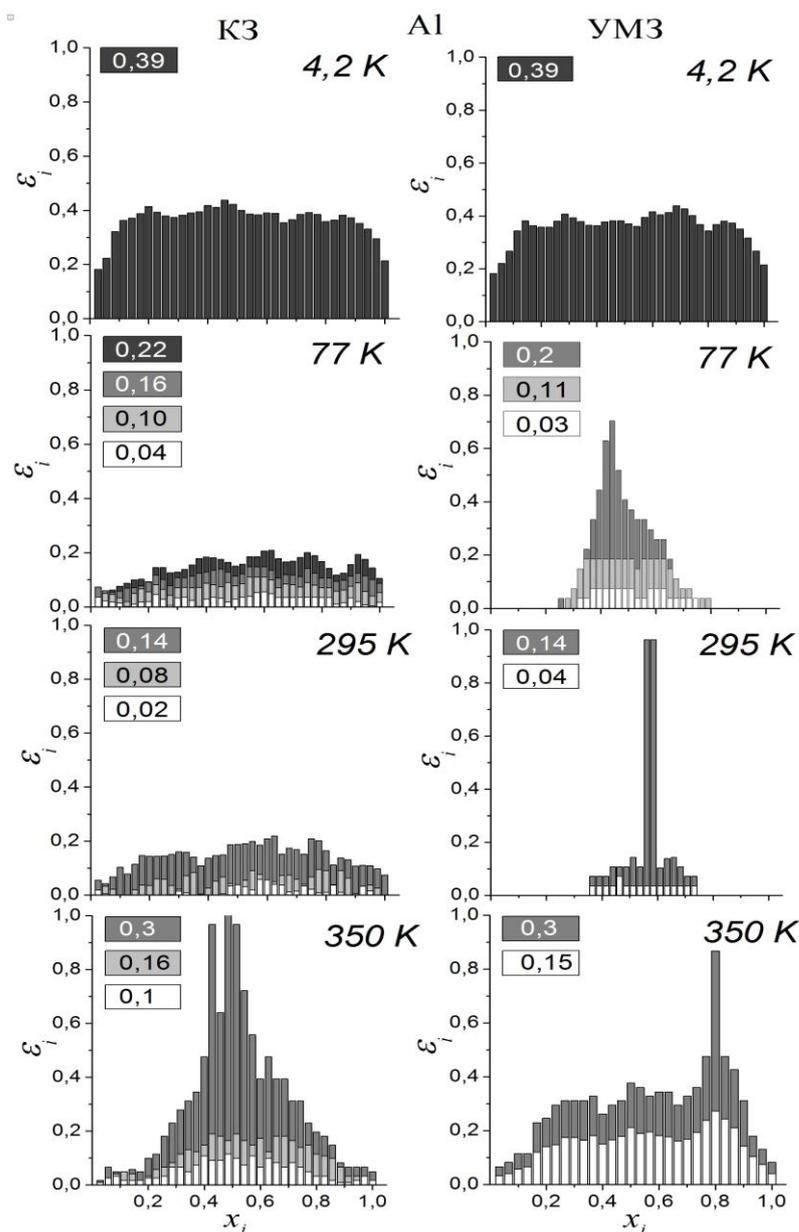


Рис. 4.2. Распределение локальной пластической деформации $\varepsilon_i(x_i)$ в КЗ (слева) и УМЗ (справа) образцах Al при различных температурах, x_i – относительная координата интервала между i -той и $i+1$ -ой метками индентора. Тоновой штриховкой обозначены распределения при указанной цифрами средней деформации образца.

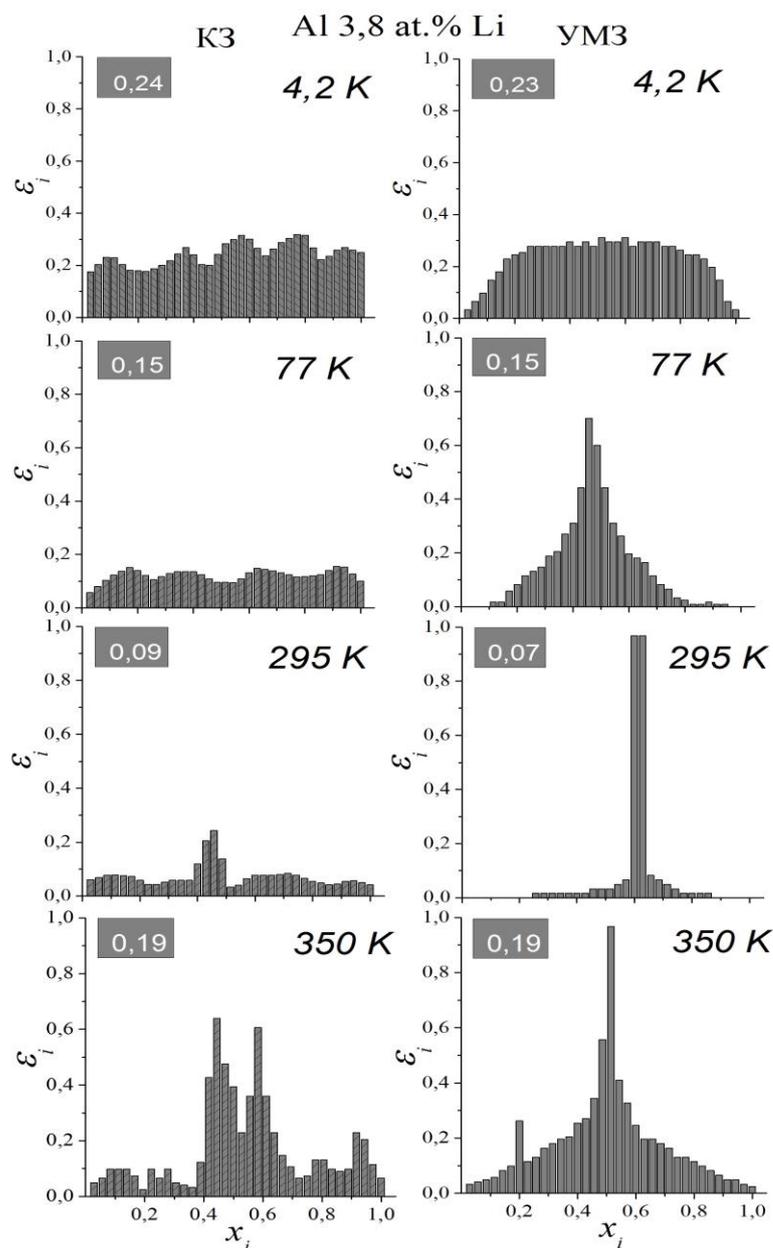


Рис. 4.3. Распределение локальной пластической деформации $\varepsilon_i(x_i)$ в КЗ (слева) и УМЗ (справа) образцах Al-Li при различных температурах. Обозначения те же, что и на рис. 4.2.

Тоновой штриховкой выделены распределения $\varepsilon_i(x_i)$ при разном уровне средней деформации образца ε (указано цифрами) с заданной скоростью. На рис. 4.2 приведены данные для КЗ (слева) и УМЗ (справа) алюминия при четырех температурах. В случае КЗ Al, чем выше T , тем меньше средняя деформация ε , при которой распределение $\varepsilon_i(x_i)$ остается условно однородным. Так, при 4,2 и 77 K однородное распределение $\varepsilon_i(x_i)$ наблюдается даже при больших средних деформациях $\varepsilon = 0,39$ и $0,22$

соответственно. При 295 К однородный характер $\varepsilon_i(x_i)$ сохраняется до $\varepsilon = 0,15 - 0,20$, а при 350 К – до деформаций не более $\varepsilon = 0,1$. Такая тенденция качественно согласуется с монотонно убывающей зависимостью равномерной деформации $\varepsilon_u(T)$ на кривых растяжения для КЗ Al (см. рис. 4.9 (a)). В случае УМЗ Al отмечено условно однородное распределение $\varepsilon_i(x_i)$ только при $T = 4,2$ К. Показано, что в отличие от КЗ, деформация УМЗ образца уже при 77 К локализована в средней части (при близких значениях средней деформации $\varepsilon = 0,10$ и $0,11$). Сильно неоднородный вид $\varepsilon_i(x_i)$ наблюдается при 295 К и $\varepsilon = 0,14$. Однако, при $T = 350$ К и $\varepsilon = 0,15$ распределение $\varepsilon_i(x_i)$ в УМЗ Al становится более однородным, чем при 295 К.

Распределение $\varepsilon_i(x_i)$ в КЗ и УМЗ образцах Al-Li при различных температурах иллюстрирует рис. 4.3. Видно, что при $T = 4,2$ К и $\varepsilon = 0,23$ деформация в сплаве, как и в чистом Al, распределяется однородно независимо от микроструктуры образца. Периодический характер $\varepsilon_i(x_i)$ в КЗ образце при 4,2 К можно объяснить наличием крупных зерен размером больше, чем расстояние между метками индентора. При $T = 77$ К и 295 К и малых ε деформация в УМЗ Al-Li локализована сильнее, чем в КЗ. При 350 К и $\varepsilon = 0,19$ распределение $\varepsilon_i(x_i)$ в УМЗ Al-Li более однородно, чем при 295 К.

4.2. Численная оценка однородности распределения.

Влияние структуры и T на однородность распределения локальной деформации $\varepsilon_i(x_i)$ можно оценить по величине коэффициента вариации

$$v = \frac{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\bar{\varepsilon} - \varepsilon_i)^2}}{\bar{\varepsilon}}, \quad (4.1)$$

$$\text{где } \bar{\varepsilon} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \varepsilon_i$$

Считается, что при $v > 0,4$ распределение $\varepsilon_i(x_i)$ становится существенно неоднородным, а величина $\bar{\varepsilon}$ является не репрезентативной (нетипичной). Погрешность вычисления v определяется погрешностью

оптического микроскопа при измерении длины i -того интервала, а среднее значение $\bar{\varepsilon} \approx \varepsilon$, где ε - относительное удлинение всего образца при заданной скорости штока. При малых ε и заданном числе меток $n = 36$ погрешность ν достигает $\pm 0,2$, поэтому существенно неоднородным будет распределение $\varepsilon_i(x_i)$ при $\nu > 0,6$. По определению ν уменьшается с ростом $\bar{\varepsilon}$ при постоянной величине среднего квадратического отклонения локальной деформации, поэтому практический интерес для обсуждения однородности $\varepsilon_i(x_i)$ представляют интервалы, где ν не зависит или увеличивается с деформацией. Получены зависимости ν от средней деформации ε для КЗ и УМЗ алюминия (рис. 4.4). Установлено, что при $T = 4,2$ К в широком интервале ε значениям $\nu < 0,3$ соответствуют условно однородное распределение $\varepsilon_i(x_i)$ (рис. 4.2) и высокие значения $\varepsilon_u \sim 0,48 - 0,37$ (см. рис. 4.9) для КЗ и УМЗ А1. В УМЗ А1 при 77 К и больших ε коэффициент $\nu > 0,6$ соответствует неоднородному распределению $\varepsilon_i(x_i)$ (рис. 4.2), когда величина ε_u уменьшается до 0,20 (см. рис. 4.9). Сильной локализации деформации в УМЗ А1 при 295 К соответствует $\nu \approx 1,6$ (рис. 4.4 (б)), когда понятие средней деформации теряет смысл. При 350 К коэффициент ν для УМЗ А1 несколько меньше, чем для КЗ, что согласуется с данными на рис. 4.2, 4.9, свидетельствующими об увеличении пластичности УМЗ алюминия при высокой температуре.

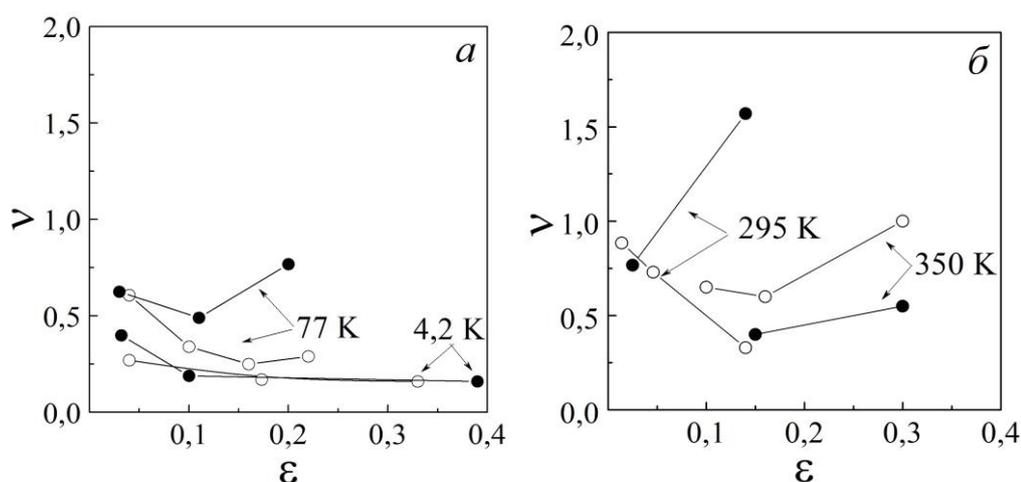


Рис. 4.4. Коэффициент вариации ν , определяемый выражением (3), в зависимости от средней деформации ε чистого А1 при 4,2 и 77 К (а); 295 и 350 К (б). Светлые символы – КЗ, темные символы – УМЗ образцы.

Показано, что при фиксированной температуре и максимальных значениях ε , указанных цифрами на рис. 4.2-4.3, коэффициент ν в сплаве несколько выше, чем в чистом алюминии, но общий вид зависимости $\nu(T)$ и $\nu(\varepsilon)$ для Al и сплава Al-Li аналогичны (рис. 4.4, 4.5). Отмечено, что условие $\nu > 0,6$ выполняется для УМЗ материалов уже при $T > 77$ К, а для КЗ при более высоких температурах, что качественно согласуется с изменением вида зависимости $\varepsilon_u(T)$ в результате измельчения зерна (см. рис. 4.5, 4.9).

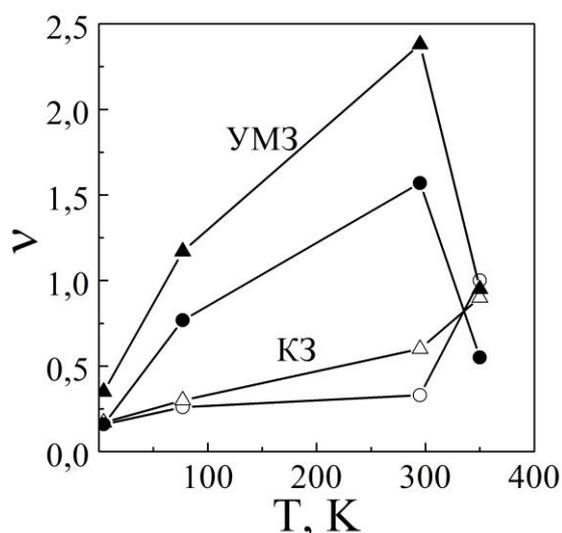


Рис. 4.5. Коэффициент вариации ν в зависимости от T для Al (кружки) и Al-Li (треугольники). Светлые символы – КЗ, темные – УМЗ образцы.

Установлено, что влияние структуры и температуры на коэффициент вариации ν в (4.1), который отражает степень неоднородности распределения пластической деформации $\varepsilon_i(x_i)$, согласуется с изменением величины равномерной деформации ε_u , рассчитанной по кривым растяжения при условии $\theta = \sigma$. Для распределений $\varepsilon_i(x_i)$ при фиксированной T и больших деформациях $\varepsilon \approx \varepsilon_u$ коэффициент ν обратно пропорционален величине ε_u (см. рис. 4.6), при этом чем больше ν , тем менее типичной становится величина средней деформации ε , определяемая по кривой растяжения.

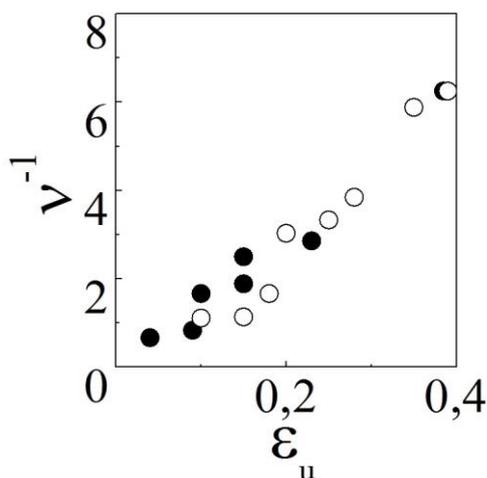


Рис. 4.6. Корреляция между ν^{-1} и величиной равномерной деформации ε_u .

4.3. Распределение микротвердости вдоль образца

Для проверки достоверности полученных результатов сравнивались, на одном и том же образце, распределение пластической деформации $\varepsilon_i(x_i)$ с распределением локального деформационного упрочнения, измеренного методом микротвердости [112]. Изменение микротвердости ΔH_V при двух температурах вдоль координаты x_i на недеформированном (лопатка) и деформированном участках образца УМЗ Al-Li показаны на рис. 4.7.

Видно, что в пределах экспериментальной погрешности распределения $\Delta H_V(x_i)$ и $\varepsilon_i(x_i)$ согласуются в том смысле, что приращение ΔH_V наблюдается только на тех участках образца, где наблюдается локальное приращение пластической деформации. С повышением T деформации до 295 и 350 К вид $\Delta H_V(x_i)$ и $\varepsilon_i(x_i)$ меняется, однако корреляция не нарушается.

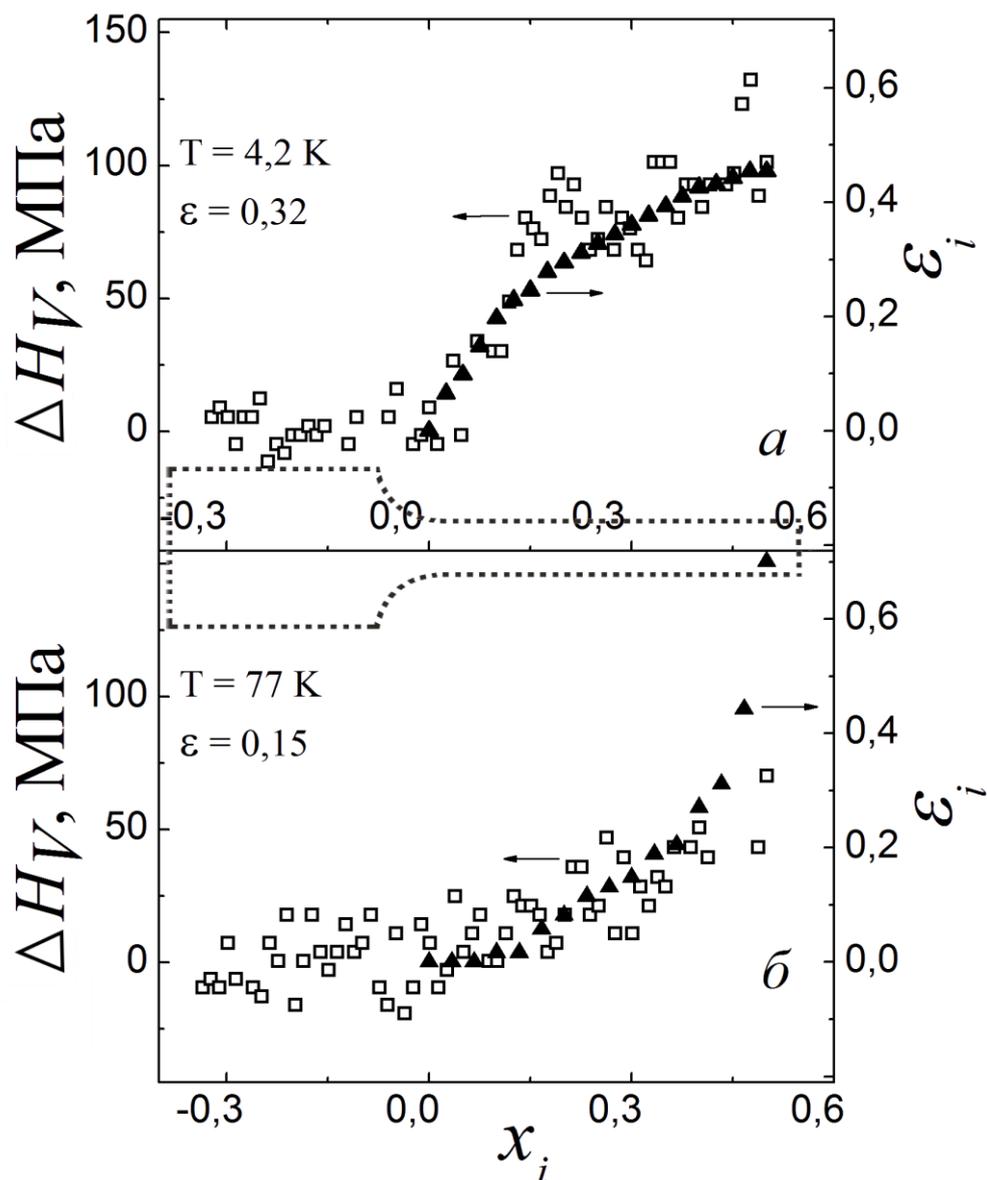


Рис. 4.7. Корреляция между приращением микротвердости $\Delta H_V(x_i)$ (светлые символы) и локальной пластической деформацией $\varepsilon_i(x_i)$ (темные символы) в образце Al-Li, деформированном до разрыва при различных T [81].

4.4. Поверхность разрушения.

Ясно, что T эксперимента влияет не только на вид $\varepsilon_i(x_i)$ и $\Delta H_V(x_i)$, и на величину равномерной деформации ε_u , но и на характер разрушения материала. Поскольку для низких T соответствующие данные ограничены, были получены микрофотографии поверхностей разрыва образцов УМЗ Al-Li при $T = 4,2\text{--}350$ К (рис. 4.8). Отмечено, что все поверхности разрыва имеют типичную для алюминия и его сплавов ямочную структуру,

образовавшуюся в результате слияния первичных микропор и пластического сдвига, характерного для вязкого разрушения [113-114]. При $T = 4,2$ К (рис. 4.8 (а)) края ямок сильно вытянуты вследствие больших предшествующих деформаций. При 77 и 295 К края ямок менее вытянуты, на поверхности разрыва видны плоские участки (рис. 4.8 (б, в)). С повышением T до 350 К плотность ямок увеличивается, а их края вновь сильно вытянуты (рис. 4.8 (г)).

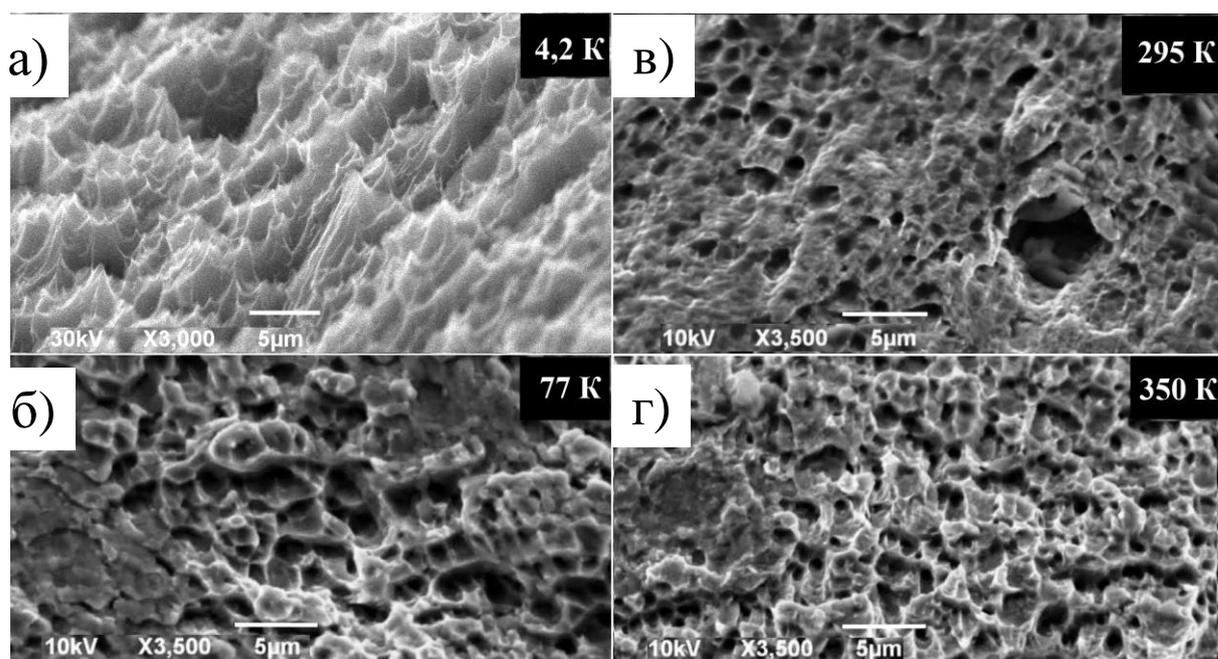


Рис. 4.8. Поверхности разрыва образцов Al-Li при четырех различных температурах. (Сканирующая электронная микроскопия).

Установлено, что влияние T на элементы вязкого разрушения УМЗ Al-Li качественно согласуется с немонотонной температурной зависимостью соответствующей величины ε_u (рис. 4.9 (б)), пропорциональной степени пластической деформации, предшествующей разрушению.

4.5. Равномерная деформация. Эксперимент.

В качестве усредненной характеристики макроскопической локализации деформации в виде шейки использовали величину равномерной пластической деформации ε_u , рассчитанную при условии $d\sigma/d\varepsilon = \sigma$ по кривым растяжения Al и сплава Al-Li. Влияние d и T на величину ε_u иллюстрирует рис. 4.9 (символы).

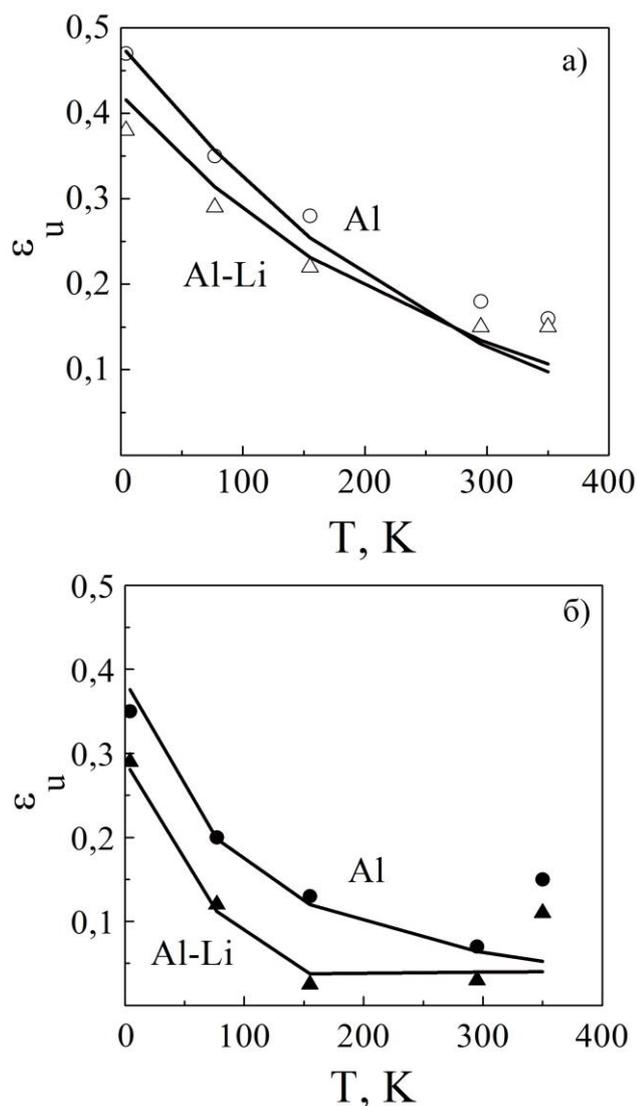


Рис. 4.9. Равномерная пластическая деформация ε_u до начала локализации в виде шейки в зависимости от температуры для КЗ (а) и УМЗ (б) Al и Al-Li. Символы – данные эксперимента, кривые – результаты расчета согласно выражению (4.5).

Основная часть экспериментальных данных (символы) получена в настоящей работе и ранее в [30, 47, 71] (см. раздел 3). Данные для КЗ поликристаллов Al при 4,2 К взяты из [73]. Видно (рис. 4.9), что для КЗ и УМЗ поликристаллов при низких температурах деформация ε_u монотонно уменьшается с ростом температуры. При фиксированной T величина ε_u в Al выше, чем в сплаве Al-Li. В случае УМЗ материалов монотонный характер зависимостей $\varepsilon_u(T)$ нарушается при 350 К, где величина ε_u больше, чем при комнатной температуре. Минимальные значения $\varepsilon_u \leq 0,05$, соответствующие

локализации деформации вблизи условного предела текучести, наблюдаются при промежуточных $T = 155$ и 295 К в УМЗ Al-Li (рис. 4.9 (б)).

4.6. Анализ экспериментальных данных.

При обсуждении экспериментальных данных о влиянии структуры и температуры на локализацию пластической деформации в чистом Al и сплаве Al-Li были использованы представления о деформационном (дислокационном) упрочнении металлов с ГЦК решеткой [43, 94] и результаты анализа уравнений дислокационной кинетики [26, 54-56]. Полученный анализ соответствует случаю, когда напряжение течения описывается выражением (1.3), а вид зависимости $\rho(\gamma)$, где $\gamma = M\varepsilon$, определяется балансом процессов накопления дислокаций при их взаимодействии с «лесом» и аннигиляции дислокаций путем поперечного скольжения. В этом случае при низких и умеренных температурах, справедливо уравнение (4.2) [55-56].

$$d\rho/d\gamma = k_f\rho^{1/2} - k_a\rho. \quad (4.2)$$

Первое слагаемое в правой части (4.2) описывает процесс размножения дислокаций на дислокациях леса ($bk_f \approx 10^{-2}$ – коэффициент, определяющий интенсивность размножения дислокаций при их взаимодействии с дислокациями «леса»). Этот член уравнения определяет линейную стадию кривой упрочнения, где длина свободного пробега дислокаций пропорциональна расстоянию между дислокациями, $\Lambda \sim \rho^{-1/2}$. Второе слагаемое в правой части уравнения (4.2) определяет скорость аннигиляции винтовых участков дислокационных петель ($h_a = bk_a$ – эффективное расстояние аннигиляции), зависящую от температуры и скорости деформации. Этот член уравнения описывает третью стадию деформационного упрочнения, стадию динамического возврата (recovery).

Для поликристаллов решение уравнения (4.2) и его подстановка в (1.3) приводит к следующему выражению для напряжения течения поликристалла, где $\sigma = M\tau$:

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0 \exp(-M k_a \varepsilon/2) + \sigma_m (1 - \exp(-M k_a \varepsilon/2)) \quad (4.3)$$

Здесь $\sigma_0 = M \alpha \mu b \rho_0^{1/2}$ – начальное напряжение при $\varepsilon = 0$, $\rho_0 = \beta_0/bd$ – начальная плотность дислокаций вследствие их эмиссии из границ зерен диаметром d . Параметр $\beta_0 = 3bl_0/l^2$ зависит от линейной плотности ступенек в границах зерен l^1 , l_0 – средняя длина дислокации, генерируемой источником [115-116]. Напряжение течения $\sigma_m = M \alpha \mu b \rho_m^{1/2}$ и плотность дислокаций $\rho_m = (k_f/k_a)^2$ соответствуют третьей стадии деформационной кривой [48]. Из (4.3) следует, что для коэффициента деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$ справедливо:

$$d\sigma/d\varepsilon = (M k_a/2) (\sigma_m - \sigma_0) \exp(-M k_a \varepsilon/2) \quad (4.4)$$

Тогда, в соответствии с условием Considère (1.14), зависимость равномерной деформации ε_u до начала шейкообразования при $d\sigma/d\varepsilon = \sigma$ от напряжения σ_0 (предела текучести) и коэффициентов в (4.2), будет иметь вид

$$\varepsilon_u = (2/Mk_a) [\ln(1 + Mk_a/2) + \ln(1 - \sigma_0/\sigma_m)] \quad (4.5)$$

В выражения (4.4) и (4.5) входит коэффициент аннигиляции k_a винтовых дислокаций, который зависит от T и энергии дефекта упаковки γ_D . Согласно [117], величина k_a определяется временем перемещения дислокаций между актами аннигиляции и описывается следующим выражением

$$k_a = (\omega_s^{5/2}/2\pi^2 p \alpha) (\mu/\tau_a), \quad (4.6)$$

где ω_s – доля винтовых участков на расширяющихся дислокационных петлях, p – число действующих систем скольжения, τ_a – напряжение трения, от которого зависит критическое расстояние спонтанной аннигиляции дислокаций разного знака. В качестве τ_a будет рассмотрено напряжение поперечного скольжения винтовых дислокаций в модели плоских скоплений дислокаций, где $\tau_a = \tau_{III}(T, \gamma_D)$, τ_{III} – напряжение на стадии III кривой упрочнения, зависящее от температуры и энергии дефекта упаковки γ_D [118-119]

$$\ln(\tau_{III}/\mu) = \ln [(\tau_{III}(0)/\mu(0))] - (k_B T/A) \ln (\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma}), \quad (4.7)$$

где $\tau_{III}(0) = 2\mu(0)(0,056 - \gamma_D/\mu(0)) b / n$ – напряжение при $T = 0$, зависящее от n – числа дислокаций в плоском скоплении, k_B – постоянная Больцмана, $\dot{\gamma}_0$ – предэкспоненциальный фактор. Параметр A связан с энергией образования критического перегиба на дислокации в плоскости поперечного скольжения и зависит от γ_D

$$A = 0,35\mu b^3 / (1+180 \gamma_D/\mu b), \quad (4.8)$$

Тогда выражение (4.6) можно записать в виде

$$k_a(T, \gamma_D, c) = k_a(0) s^{-1} \exp [(k_B T/A) \ln (\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma})], \quad (4.9)$$

$$k_a(0) = (\omega_s^{5/2}/2\pi^2 p \alpha_0) \mu(0) / \tau_{III}(0), \quad (4.10)$$

где параметр $s(T) = \alpha(T)/\alpha_0$ [43, 94] описывает температурную зависимость константы взаимодействия дислокаций, α_0 – значение константы при $T = 0$. При наличии примесей напряжение τ_a поперечного скольжения в (4.6) увеличивается, $\tau_a = \tau_{III}(T, \gamma_D) + \tau_c(T, c)$, где $\tau_c(T, c)$ – напряжение трения при взаимодействии дислокаций с примесными атомами в твердом растворе с концентрацией c [55], поэтому величина k_a должна уменьшаться.

Таким образом, температурная зависимость равномерной деформации $\varepsilon_u(T)$ определяется в (4.5) зависимостью $k_a(T)$ (первое слагаемое в правой части) и зависимостями от температуры напряжений $\sigma_0(T)$, $\sigma_m(T)$ (второе слагаемое в правой части). Зависимость $k_a(T)$ в общем случае определяется температурными зависимостями параметров ω_s , α , μ , τ_{III} , входящих в выражения (4.9), (4.10), и параметра τ_c при наличии примесей.

Поскольку в литературе отсутствуют данные $k_a(T)$ для Al и Al-Li, то они были впервые рассчитаны в данной работе с помощью (4.9) и (4.10) и показаны на рис.4.10. Для расчета $k_a(T = 0)$ использованы следующие значения параметров в выражении (4.10): $\alpha_0 = 0,5$; $b = 0,286$ нм; $\gamma_D = 0,17$ Дж/м²; $\dot{\gamma}_0 = 10^6$ с⁻¹; $p = 12$; $\tau_{III} = 49$ МПа [73]; $\tau_c = 2$ МПа [47]; $\omega_s = 0,7$; $\mu = 29$ ГПа (Al) [120] и 32 ГПа [121] (Al-Li). Зависимости $k_a(T)$ рассчитаны с учетом

следующих экспериментальных данных: $s(T)$ для Al [43, 122], $\mu(T) = [C_{44}(C_{11} - C_{12})/2]^{1/2}$ для Al [120], $\tau_{III}(T)$ и $\tau_c(T)$ для КЗ поликристаллов Al-Li [47], $\tau_{III}(T)$ для монокристаллов Al [73].

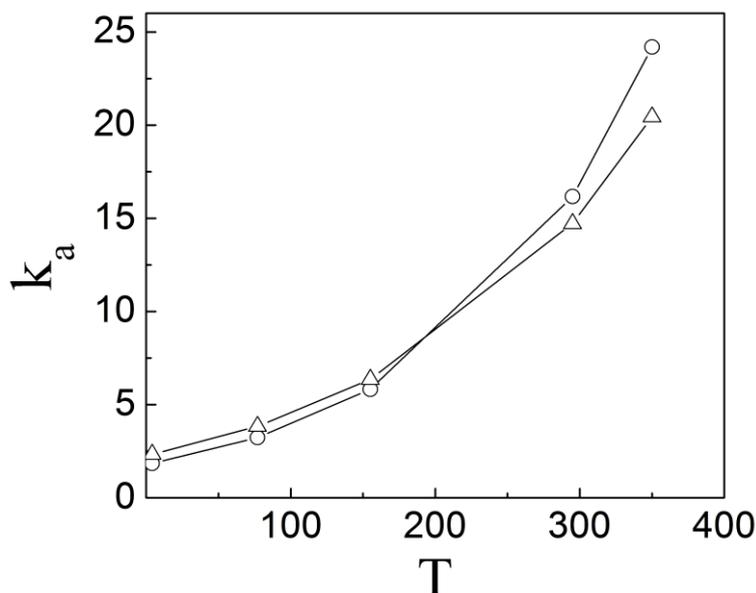


Рис. 4.10. Температурная зависимость коэффициента аннигиляции дислокаций k_a : \circ – для Al и Δ – для Al-Li рассчитана по (4.9) и (4.10).

Путем расчета с помощью выражения (4.5) были построены кривые $\varepsilon_u(T)$ (см. рис. 4.7). Для расчета использовались зависимости $\sigma_0(T)$, $\sigma_m(T)$ полученные из эксперимента [30, 47, 71, 73], а полученные зависимости $k_a(T)$ приведены на рис. 4.10.

Как видно на рис. 4.9 (а), в случае КЗ материалов экспериментальные данные описываются кривыми $\varepsilon_u(T)$, которые рассчитаны согласно (4.5) при $\sigma_0 \ll \sigma_m$, т.е. определяются только зависимостями $k_a(T)$. Отмечено, что оцененные $k_a(0) = 1,8$ для чистого Al и $k_a(0) = 2,2$ для сплава Al-Li, согласуются с величиной $k_a(0) \approx 2$, полученной для Al в [117]. Большее значение $k_a(0)$ в сплаве соответствует меньшей деформации ε_u , наблюдаемой в эксперименте при $T = 4,2$ К (см. рис. 4.9 (а)). Это, однако, противоречит выражению (4.6), из которого следует, что при наличии примесей коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций должен уменьшаться вследствие увеличения напряжения поперечного скольжения на величину τ_c - напряжение трения при взаимодействии дислокаций с атомами примеси. В

результате равномерная деформация ε_{ii} сплава должна увеличиваться по сравнению с чистым металлом. Данное противоречие может быть связано как с микроструктурой образцов, сформированной на этапе их приготовления, так и с особенностями атомного строения твердых растворов лития в алюминии. Как отмечалось, на этапе подготовки после гомогенизирующего отжига образцы Al-Li в отличие от образцов Al закаливались в «ледяной» воде. При последующей деформации в исследованном интервале температур закалочные вакансии и их комплексы в качестве зародышей микропор и микротрещин могут служить причиной низкой пластичности КЗ Al-Li по сравнению с чистым алюминием. Основные особенности твердого раствора Al-Li связаны с низкой энергией ионизации лития, в результате чего эффективный объем иона Li^+ в решетке алюминия существенно отличается от истинного объема атома Li. Этим объясняется сравнительно слабое искажение кристаллической решетки твердого раствора, которое не описывается правилом Вегарда [123]. С другой стороны, поляризация лития и искажение электронных оболочек в присутствии алюминия существенно влияют на межатомные связи и упругие модули. Так, приращение модуля Юнга в области растворимости при комнатной температуре составляет ~ 3 ГПа на 1 ат. % Li [121]. Указанные особенности приводят к тому, что по данным эксперимента [47, 73] при $T > 150$ К пределы текучести чистого Al и Al- 3,8 ат. % Li практически не отличаются, а при 4,2 К предел текучести сплава выше, чем алюминия всего на ~ 6 МПа, что, тем не менее, учитывалось в расчетах. Другим параметром расчета напряжения поперечного скольжения, а следовательно и величины k_a является энергия дефекта упаковки γ_D , надежные оценки которой для твердых растворов Al-Li неизвестны. Еще одним параметром является напряжение τ_{III} , которое, согласно (4.7), зависит от числа дислокаций в плоском скоплении $n = 25-50$ [118]. Напряжение $\tau_{III}(0) = 49$ МПа, используемое в расчетах, получено путем усреднения экспериментальных данных для монокристаллов Al при 4,2 К [73] и экстраполяции без учета его аномальной температурной зависимости,

обусловленной инерционными свойствами дислокаций при низких температур. Аналогичная процедура экстраполяции использовалась при оценке напряжения трения $\tau_c(0) = 2$ МПа в Al-Li [47]. Для указанных значений $\tau_{III}(0)$ и $\tau_c(0)$ соотношение (4.7) выполняется при $n = 40$, что согласуется с теорией. Однако, погрешность оценок может также влиять на точность расчета коэффициента k_a . Наконец, оптимальное в данном случае значение $\omega_s \approx 0,7$ близко к значению $\omega_s \approx 0,5$ (квадратная петля), которое принято считать характерным для металлов с ГЦК- решеткой, однако влияние примесей на этот параметр неизвестно. С учетом сделанных замечаний, коэффициент $k_a(0)$ в (4.7) может определяться, главным образом, величиной модуля сдвига $\mu(0)$, которая для чистого Al заметно меньше, чем для сплава. Таким образом, в случае КЗ поликристаллов (см. рис. 4.9 (а)) удовлетворительное согласие теории и эксперимента достигается при условии, что равномерная деформация ε_u зависит от температуры только в меру зависимости $k_a(T)$ (рис. 4.10), которая определяется зависимостью $\tau_{III}(T)$ и зависимостями параметров τ_c , a и μ от температуры входящих в выражение (4.9).

В случае УМЗ поликристаллов характер экспериментальных зависимостей $\varepsilon_u(T)$ существенно меняется (рис. 4.9 (б)). С ростом температуры величина равномерной деформации ε_u сначала резко уменьшается, а при 350 К вновь увеличивается. Согласно [26, 43, 55-56], локализация деформации при малых ε_u в УМЗ поликристалле объясняется высоким пределом текучести σ_0 вследствие высокой начальной плотности дислокаций, эмитируемых границами зерен в соответствии с механизмом [115]. Поскольку при малом объеме зерна возможности накопления дислокаций ограничены, рост σ_0 сопровождается уменьшением θ в (4.4), усилением роли второго слагаемого в (4.5) и уменьшением ε_u по сравнению с КЗ материалами. Теоретические кривые $\varepsilon_u(T)$, приведенные на рис. 4.9 (б), согласуются с данными эксперимента, если в качестве параметров σ_0 и σ_m в

(4.5) использовать экспериментальные значения предела текучести и максимального σ для УМЗ материалов. Удовлетворительное согласие теории и эксперимента наблюдается при всех температурах, кроме 350 К.

С учетом вышесказанного выражение (4.5) можно записать в виде:

$$\varepsilon_u = (2/mk_a) [\ln(1 + mk_a/2) + \ln(1 - (d_c/d)^{1/2})], \quad (4.11)$$

где $d_c = b\beta_0(k_a/bk_f)^2$. Как следует из (4.5) и (4.11), деформация $\varepsilon_u = 0$ при $d = (1 + 2/mk_a)^2 d_c$. Таким образом, при условии единой зависимости $k_a(T)$ для КЗ и УМЗ материалов, чем выше температура, тем больше критический размер зерна d_c , при котором равномерная деформация $\varepsilon_u = 0$. По нашим оценкам при $T = 4,2$ и 295 К критический размер зерна d_c составляет $0,05$ и $0,6$ мкм для чистого Al и $0,2$ и $1,7$ мкм для сплава Al-Li соответственно. Эти оценки согласуются с [38-39], где для Al d_c составлял $0,3$ и $0,8$ мкм при 77 и 295 К соответственно. Высокие экспериментальные значения ε_u , наблюдаемые для УМЗ материалов при 350 К, по-видимому, являются следствием диффузионных процессов в ГЗ, влияние которых на пластичность УМЗ Al и сплава Al-Li при $T/T_m > 0,3$ становится существенным, но не описывается уравнением (4.2).

В интервале $T/T_m < 0,3$ экспериментальные результаты и их анализ указывают на то, что равномерная деформация КЗ и УМЗ поликристаллов ($d \approx 1$ мкм) определяется балансом процессов накопления и аннигиляции дислокаций и описывается единым выражением (4.5). Влияние d на величину ε_u и зависимость $\varepsilon_u(T)$ обусловлено усилением роли границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций. Равномерная деформация ε_u характеризует степень однородности распределения деформации до начала макроскопической локализации в виде шейки, однако в качестве меры пластичности величина ε_u может существенно отличаться от локальной деформации. Данные $\varepsilon_i(x_i)$ в образце и вид поверхностей разрыва указывают на то, что для изученных Al и Al-Li независимо от d и T характерны высокая локальная пластичность и вязкое разрушение.

Выводы к разделу 4

1. Изучено распределение локальной пластической деформации по рабочей части образца $\varepsilon_i(x_i)$ Al и сплава Al-Li в зависимости от размера зерна и температуры. Так же проведен анализ результатов эксперимента в рамках дислокационно-кинетической теории. Данные $\varepsilon_i(x_i)$ в образце и вид поверхностей разрыва указывают на высокую локальную пластичность и вязкое разрушение Al и Al-Li независимо от d и T .
2. Показано, что в случае Al и Al-Li, распределение $\varepsilon_i(x_i)$ становится менее однородным тем сильнее, чем выше температура, мельче зерно и чем больше средняя деформация ε . Так, при 4,2 и 77 К в случае КЗ Al однородное распределение $\varepsilon_i(x_i)$ наблюдается даже при больших средних деформациях $\varepsilon = 0,39$ и $0,22$ соответственно. В случае УМЗ Al условно однородное распределение $\varepsilon_i(x_i)$ наблюдается только при $T = 4,2$ К, а уже при 77 К деформация локализована. Сильно неоднородный вид $\varepsilon_i(x_i)$ наблюдается при 295 К и $\varepsilon = 0,14$. Однако, при $T = 350$ К и $\varepsilon = 0,15$ распределение $\varepsilon_i(x_i)$ в УМЗ становится более однородным, чем при 295 К.
3. Численно оценено влияние структуры и T на однородность распределения локальной деформации $\varepsilon_i(x_i)$ по величине коэффициента вариации v . Показано, что при фиксированной T и максимальных значениях ε , коэффициент v в сплаве несколько выше, чем в чистом алюминии, но общий вид зависимости $v(T)$ и $v(\varepsilon)$ для Al и сплава Al-Li аналогичны. Показано, что условие $v > 0,6$ (в случае условно неоднородного распределения) выполняется для УМЗ материалов уже при $T > 77$ К, а для КЗ при более высоких температурах, что качественно согласуется с изменением вида зависимости $\varepsilon_u(T)$ в результате измельчения зерна.
4. Изучено влияние d и T на величину равномерной пластической деформации ε_u , рассчитанную теоретически и по кривым растяжения Al и сплава Al-Li при условии $d\sigma/d\varepsilon = \sigma$. Получена температурная зависимость

коэффициента аннигиляции $k_a(T)$ для Al и Al-Li в интервале температур 0-350 К. Показано, что в случае КЗ материалов (когда $\sigma_0 \ll \sigma_m$) экспериментальные данные описываются теоретическими кривыми $\varepsilon_u(T)$ и определяются только зависимостями $k_a(T)$. В случае УМЗ поликристаллов с ростом температуры от 4,2 К величина равномерной деформации ε_u сначала резко уменьшается, а при 350 К вновь увеличивается. Установлено, что в интервале $T/T_m < 0,3$ экспериментальные результаты и их анализ указывают на то, что равномерная деформация ε_u КЗ и УМЗ поликристаллов ($d \approx 1$ мкм) определяется балансом процессов накопления и аннигиляции дислокаций. Влияние d на величину ε_u и зависимость $\varepsilon_u(T)$ обусловлено усилением роли границ зерен как препятствий, источников и стоков для дислокаций.

5. Показано, что равномерная деформация ε_u характеризует степень однородности распределения $\varepsilon_i(x_i)$, однако использование величины ε_u в качестве меры пластичности не вполне корректно, поскольку величина ε_u может существенно отличаться от величины локальной деформации.

РАЗДЕЛ 5

МИКРОСТРУКТУРА И ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ Al-Li ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ 0,5 К

Данный раздел посвящен изучению явлений деформационного упрочнения (ДУ) и неустойчивой (скачкообразной) пластической деформации (НТСД) при растяжении поликристаллов сплава Al-Li с постоянной скоростью $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Как показано в предыдущих разделах, при температуре 4,2 К поликристаллы Al-Li отличаются высокой пластичностью и развитой НТСД, что позволяет изучать влияние степени деформации на указанные явления. Поскольку развитие НТСД зависит от температуры, для изучения статистики этого явления эксперименты проводились при сверхнизкой температуре 0,5 К. Для изучения влияния микроструктуры, поликристаллы подвергались предварительной ИПД путем комбинированной гидроэкструзии и отжигу при различных температурах. Для повышения достоверности результатов, часть экспериментов проводилась на одном и том же образце, деформированном с промежуточной разгрузкой и отжигом.

5.1. Микроструктура поликристаллов до и после отжига

Исходными образцами служили УМЗ поликристаллы, полученные путем комбинированной прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии (РУГЭ) по схеме С4 (см. табл. 2.1), со средним размером зерна 1-3 мкм. Согласно данным ТЕМ (см. рис. 5.1), отжиг УМЗ поликристаллов при температуре 373 К в течение ~20 мин (порядка температуры рекристаллизации) приводит к незначительному росту зерен, а отжиг при 623 К в течение 2 ч (выше температуры рекристаллизации [124]) вызывает значительный рост зерен. Численные оценки данных ТЕМ, а также рентгеновские данные о микроструктуре образцов, подвергнутых отжигу при указанных температурах и пластической деформации, приведены в следующих подразделах (см. табл. 5.1 и 5.2).

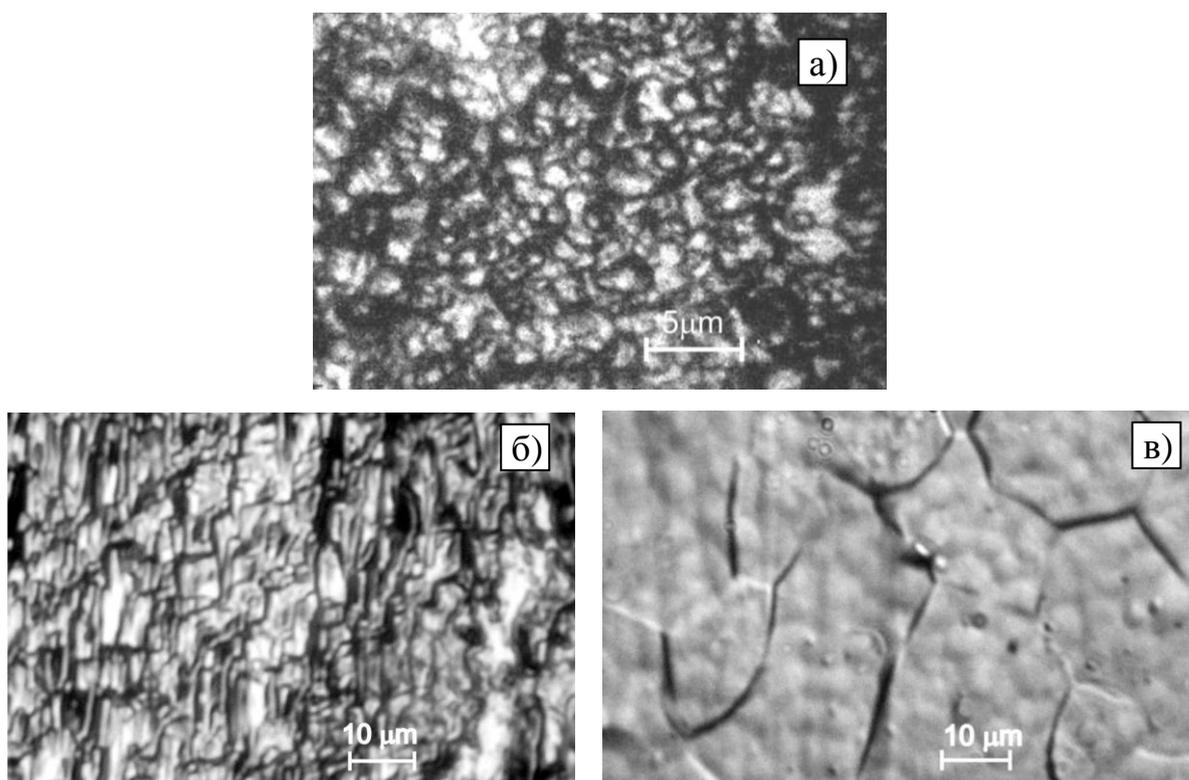


Рис. 5.1. Микрофотографии поверхности: а) – исходного УМЗ поликристалла Al-Li полученного путем гидроэкструзии по схеме С4 (см. табл. 2.1); б) – отожженного УМЗ образца при 373 К; в) – отожженного УМЗ образца при 623 К.

5.2. Деформационное упрочнение и скачкообразная деформация

Кривые растяжения поликристаллов сплава Al-Li с различной микроструктурой приведены на рис. 5.2. Деформированному УМЗ образцу после УГЭ соответствует кривая – I, а КЗ образцу, полученному путем отжига УМЗ образца при $T = 623$ К в течение 2 часов, кривая – II. Как видно из табл. 5.1, до отжига средний размер зерна $d \approx 1-3$ мкм, а после отжига зерно увеличивается до $\approx 30-50$ мкм (данные оптической микроскопии см. рис. 5.1).

Вследствие изменения d в соответствии с эмпирическим соотношением Холла-Петча [36-37], условные пределы текучести до ($\sigma_{0,2} \approx 262$ МПа) и после отжига ($\sigma_{0,2} \approx 57$ МПа) отличаются в пять раз. Справедливость этого соотношения при температурах 4,2 К и выше наблюдалась в предыдущих разделах работы.

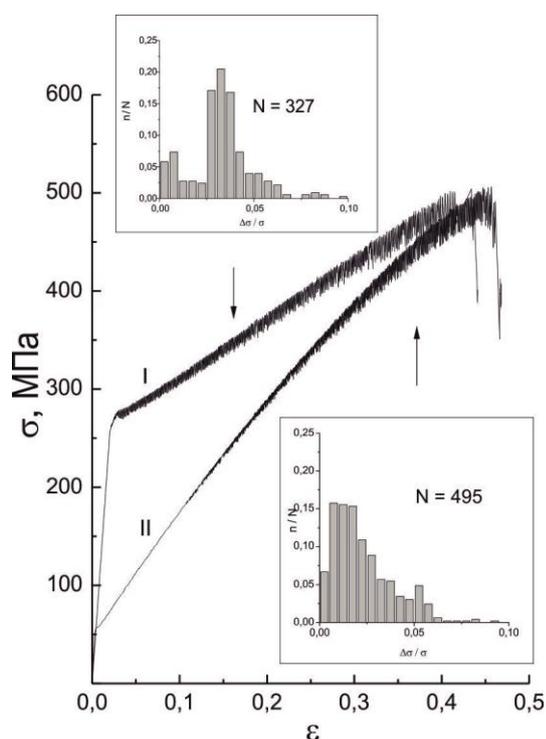


Рис. 5.2. Кривые растяжения поликристаллов Al–Li при 0,5 К: после ИПД - (I) и после отжига при 623 К - (II). На вставках - распределение нормированных скачков напряжения $\Delta\sigma/\sigma$ при НТСД.

Таблица 5.1.

Структурные и механические характеристики поликристаллов Al-Li

Образец	d , мкм	L , нм	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}, 10^{-4}$	$\rho, 10^{14} \text{ м}^{-2}$	$\sigma_{0,2}$, МПа	
					теор.	эсп.
После РУГЭ исходный	1-3	100±10	2,0±0,4	0,4±0,2	253±30	262±5
После деформации при 0,5 К	-	50±10	6,0±1,0	2,7±0,4	417±30	505±5
После отжига при 623 К / 2 ч. исходный	30 -50	180±20	<0,1	<0,01	61±10	57±5
После деформации при 0,5 К	-	70±10	7,0±1,0	2,2±0,4	308±30	499±5

При малых ε средняя скорость деформационного упрочнения УМЗ образца характеризуется значением коэффициента $\theta \approx 800$ МПа. Это

значение почти вдвое меньше, чем для КЗ образца, но значительно выше, чем θ , наблюдавшееся при повышенных температурах (см. рис 3.14). Как показано в разделе 4, этим объясняется сравнительно высокая пластичность (равномерное удлинение ε_u до образования шейки) УМЗ материала при низких температурах. При повышенных T такое сочетание высокой прочности и пластичности в УМЗ материалах, как правило, не наблюдается (см. разделы 3, 4). Так, при комнатной температуре образование шейки в УМЗ Al–Li происходит сразу после предела текучести, а при охлаждении до 77 К значения θ и ε_u увеличиваются, но остаются значительно меньшими, чем в случае КЗ.

Для объяснения наблюдаемых результатов сравним среднюю плотность дислокаций в образцах до и после деформации. Согласно рентгеноструктурному анализу (см. табл. 5.1), в исходном состоянии размер кристаллитов (ОКР) в УМЗ образцах составляет $L \approx 100 \pm 10$ нм, а средняя микродеформация решетки $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} \approx (2,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$. После деформации при 0,5 К значение L уменьшается вдвое, а $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ увеличивается в три раза. Поскольку средняя плотность дислокаций ρ прямо пропорциональна микродеформации решетки и обратно пропорциональна размеру кристаллитов [22], в ходе деформации ρ увеличивается от $\sim (0,4 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ до $\sim (2,7 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. После отжига (КЗ образец) ρ составляет $< 0,1 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$, а в ходе деформации (до $\varepsilon \sim 0,4$) увеличивается до $\sim (2,2 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и становится сравнимой с данными для деформированного УМЗ образца (см. табл. 5.1). Значительная разница исходных значений ρ (до деформации) в УМЗ и КЗ образцах и близкие значения этого параметра после деформации указывают на значительное влияние исходной микроструктуры на скорость накопления деформационных дефектов при 0,5 К. С одной стороны, чем выше исходное значение ρ , тем медленнее накапливаются дислокации в ходе последующей деформации, и средний коэффициент θ УМЗ образца меньше, чем КЗ (см. рис. 5.2). С другой стороны, сравнительно высокое значение

низкотемпературного коэффициента $\theta \approx 800$ МПа для УМЗ поликристалла, предварительно упрочненного путем многократной УГЭ при комнатной температуре, свидетельствует о том, что образец сохраняет способность накапливать дефекты и дополнительно упрочняться при низкой температуре. В соответствии с критерием устойчивости Considère $\theta \geq \sigma$ [51], рост θ обеспечивает дополнительную пластичность УМЗ Al-Li, наблюдаемую при 0,5 К.

Следует учесть, что при оценке ρ были использованы данные дифрактометрии УМЗ и КЗ поликристаллов, полученные через шесть месяцев после УГЭ и в течение суток после их деформации при 0,5 К, разгрузки и отогрева до комнатной T . Вследствие неконтролируемых релаксационных процессов это могло привести к заниженной оценке средней рентгеновской плотности дислокаций.

Процесс пластической деформации изученных поликристаллов в заданных условиях эксперимента является неустойчивым. На кривых σ - ε наблюдаются скачки напряжения, средняя амплитуда которых увеличивается с деформацией (см. рис.5.2). Кривые УМЗ образца отличаются тем, что макроскопические скачки $\Delta\sigma \geq 0,2$ МПа регистрируются уже вблизи предела текучести, а в случае КЗ – только при деформациях $\varepsilon \geq 0,1$. Интервал $\varepsilon \leq 0,1$, где пластическая деформация КЗ образца макроскопически плавная, соответствует малым напряжениям σ и высоким значениям коэффициента θ .

При деформации путем скольжения дислокаций плотность скачков на кривой растяжения с понижением температуры, как правило, увеличивается [57]. На кривых растяжения σ - ε при $T=0,5$ К регистрируется более сотни скачков, это позволяет оценить статистику НТСД. Учитывая, что амплитуда скачка $\Delta\sigma$ зависит от напряжения в начале скачка, анализировались нормированные значения $\Delta\sigma/\sigma$. Соответствующие гистограммы амплитуд скачков для УМЗ и КЗ образцов приведены на вставках рис.5.2. Видно, что распределение амплитуд в случае УМЗ имеет максимум, а в случае КЗ оно подобно степенному. Влияние микроструктуры на статистику НТСД при 0,5

К ранее наблюдалось для технически чистого УМЗ Al [30], а также для сплава Al-Li, деформированного после гомогенизации и закалки [125].

Результаты эксперимента для УМЗ и КЗ образцов обсуждаются ниже с учетом данных о влиянии промежуточного отжига на деформационное упрочнение и статистику НТСД, полученных для одного и того же образца.

Кривые растяжения σ - ε образцов I и II, вырезанных из одного бруска вдоль направления УГЭ, представлены на рис. 5.3,а,в.

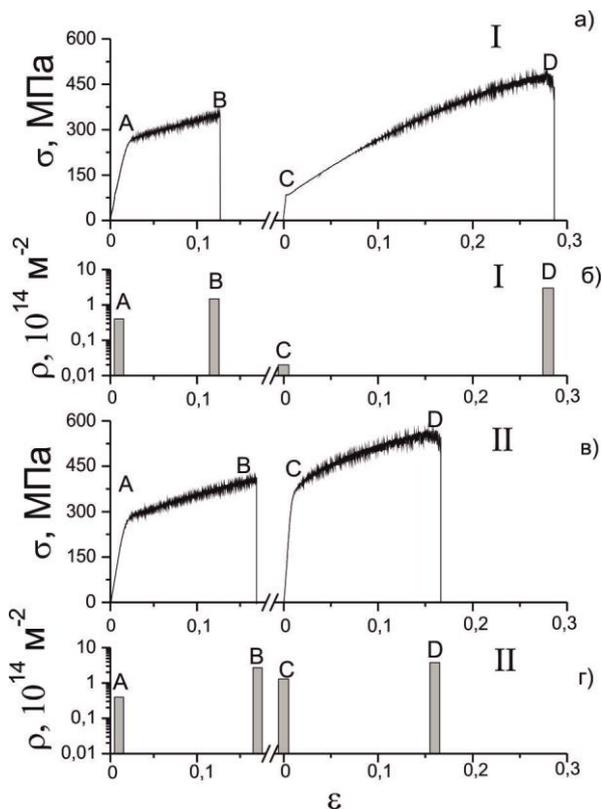


Рис. 5.3. Кривые растяжения поликристаллов I (а) и II (в) при $T = 0,5$ К, до (AB) и после (CD) промежуточного отжига при T : а) 623 К (I); в) 373 К (II). Средняя плотность дислокаций ρ в поликристаллах I (б) и II (г) до (A,B) и после (C,D) отжига.

Участки АВ на кривых I и II соответствуют деформации при 0,5 К до отжига, а участки CD - после отжига. До отжига образец I деформирован до истинной деформации $\varepsilon \sim 0,12$, а образец II – до 0,17 (точки В). Затем образцы разгружали и отогревали до комнатной температуры. Далее образец I отжигали при $T = 623$ К в течение 2 часов, а образец II - при 373 К в течение 20 минут. После отжига образцы вновь охлаждали до 0,5 К и деформировали

до разрыва (С-D). На рис. 5.3,б,г показано изменение рентгеновской плотности дислокаций, оцененной на соответствующих стадиях эксперимента для каждого из образцов (табл. 5.2).

Таблица 5.2

Структурные и механические характеристики образцов I и II, деформированных при 0,5 К до (А, В) и после отжига (С, D)

	А		В		С		D	
Образец	I	II	I	II	I	II	I	II
d , мкм	1-3		-	-	30-40	4-6	-	-
L , нм	110±10		60±10	50±10	170±2 0	80±10	60±10	50±10
$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, 10^{-4}	2,0±0,4		4,0±1, 0	6,0±1, 0	<0,1	4,5±1,0	8,0±1, 0	8,5±1, 0
ρ , 10^{14} , м^{-2}	0,4±0,2		1,5±0, 2	2,7±0, 4	<0,01	1,3±0,2	3,0±0, 4	3,8±0, 4
ε	0,02		0,12	0,17	0,02		0,28	0,17
σ , МПа (эксп.)	242±5	251±5	341±5	388±5	69±5	329±5	468±5	579±5
σ , МПа (расч.)	248±30		347±3 0	417±3 0	67±10	290±30	348±3 0	430±3 0

Из табл.5.2 видно, что образцы I и II имеют близкие исходные значения $\sigma_{0,2} \approx 242 \pm 5$ и 251 ± 5 МПа. Это объясняется близкими исходными значениями $d \approx 1-3$ мкм, а также близкими значениями $\rho \approx (0,4 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (точки А на рис.5.3,б,г). Напряжения при разгрузке образцов I и II составляют 341 ± 5 и 388 ± 5 МПа соответственно (точки В, рис. 5.3,а,в), а средний коэффициент $\theta \approx 700-900$ МПа на участках АВ характеризует ДУ образцов I и II вследствие накопления деформационных дефектов. Видно, что ρ на участках АВ увеличивается, достигая в точках В значений $(1,5 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и $(2,7 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ для образцов I и II соответственно (см. рис. 5.3,б,г и табл. 5.2). Приведенные оценки ρ не учитывают процессы релаксации структуры в результате разгрузки и отогрева образцов до комнатной температуры для рентгеновских измерений.

Вследствие отжига при 623 К (образец I) размер зерна увеличивается более, чем на порядок ($d \approx 30-40$ мкм), а ρ уменьшается до $<0,01 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (точка С на рис. 5.3,б). Отжиг при 373 К (образец II) вызывает слабое приращение d до 4-6 мкм и уменьшение ρ до $(1,3 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (точка С на рис. 5.3,г). Указанные изменения микроструктуры при отжиге существенно отражаются на форме кривых растяжения. Для образца I предел текучести $\sigma_{0,2} \approx 69 \pm 5$ МПа (точка С на рис. 5.3,а), а для образца II $\sigma_{0,2} \approx 329 \pm 5$ МПа (точка С на рис. 5.3,в), что приблизительно в пять раз и \sim на 20 % меньше, чем соответствующие напряжения в момент розгрузки образцов (точки В на рис. 5.3,а,в). Изменение формы кривых на участках CD свидетельствует о существенном влиянии микроструктуры на величину θ , т.е. на скорость накопления дефектов после отжига. Как показал анализ уширения рентгеновских рефлексов, в результате низкотемпературной деформации после отжига плотность дислокаций образцах I и II увеличивается до $\rho \approx (3,0 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и $\rho \approx (3,8 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ соответственно (точки D на рис. 5.3,б,г).

Макроскопические скачки напряжения на кривых I и II (рис. 5.3,а,в) наблюдаются как до (участки АВ), так и после отжига (участки CD) образцов. Во всех случаях средняя амплитуда скачков напряжения по мере деформации увеличивается. Вместе с тем, только после отжига при 623 К появляется продолжительный участок макроскопически плавной деформации (см. участок CD на кривой I), характерный для КЗ образца на рис. 5.2. Влияние промежуточного отжига на распределение амплитуд скачков напряжения (статистику НТСД) иллюстрирует рис. 5.4. Видно, что переход от распределения с максимумом к степенному распределению скачков напряжения наблюдается только после отжига при высокой T (образец I). Результаты, представленные на рис. 5.3 и 5.4, повторялись в экспериментах на четырех образцах, вырезанных из одной заготовки.

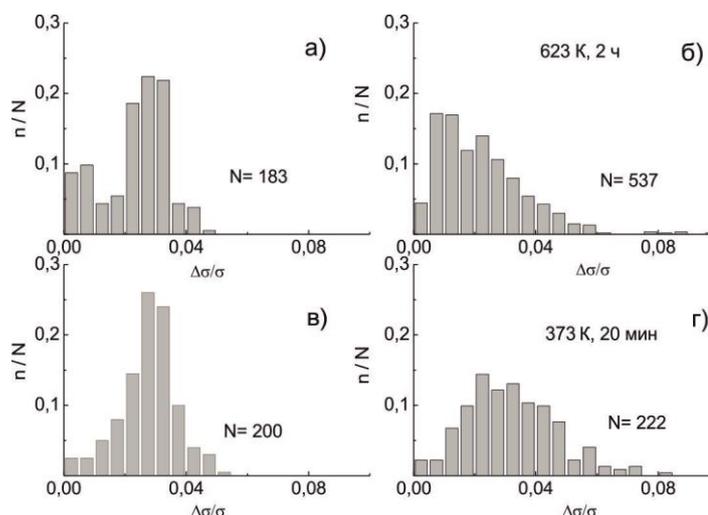


Рис. 5.4. Распределение амплитуд нормированных скачков напряжения $\Delta\sigma/\sigma$ для образца I до (а) и после (б) отжига при 623 К; образца II до (в) и после (г) отжига при 373 К.

5.3. Анализ результатов эксперимента

5.3.1. Напряжение течения. Изменение формы кривых σ - ε и микроструктуры при деформации и отжиге (см. рис. 5.3,а,в) свидетельствуют о том, что напряжение течения сплава Al-Li при 0,5 К определяется, главным образом, средним размером зерна и средней плотностью дислокаций. Для оценки зависимости $\sigma(d, \rho)$ воспользуемся эмпирическим соотношением

$$\sigma_{th}(d, \rho) = \sigma_0 + \sigma_{HP}(d) + \sigma_T(\rho), \quad (5.5)$$

где σ_0 – напряжение трения, $\sigma_{HP} = Kd^{1/2}$ – напряжение Холла-Петча с коэффициентом K [49], $\sigma_T = \alpha\mu bM\rho^{1/2}$ – напряжение Тейлора [42], α – постоянная взаимодействия дислокаций, μ – модуль сдвига, b – длина вектора Бюргерса, M – ориентационный фактор. Рис. 5.5 иллюстрирует результаты расчета напряжения σ_{th} в точках А, В, С, D для образцов I и II на (табл.5.2). Для расчетов были приняты следующие значения параметров в (1), характерные для температур вблизи абсолютного нуля: $\sigma_0 = 30$ МПа – предел текучести образца Al-Li после гомогенизации и закалки [47]; $K = 0,16$ МПа м^{1/2} – оценка для технически чистого Al при 4,2 К [30]; $\alpha = 0,6$; $\mu = 32$ ГПа [121], $b = 0,286$ нм; $M = 3,05$. Как видно на рис. 5.5, соотношение (5.5)

удовлетворительно описывает данные эксперимента σ_{exp} в точках А, В и С, однако недооценивает их при больших деформациях (в точках D).

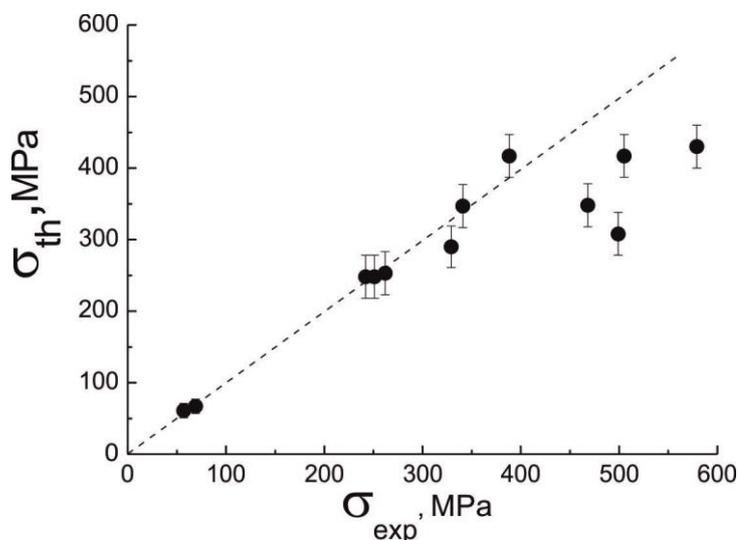


Рис. 5.5. Напряжение течения поликристаллов Al-Li при 0,5 К: σ_{th} – значения, рассчитанные согласно выражению (5.5); σ_{exp} – экспериментальные значения.

Соответствие σ_{th} и σ_{exp} в широком диапазоне d и ρ указывает на единый механизм НТ деформационного упрочнения изученных поликристаллов с КЗ и УМЗ структурой. Это позволяет качественно объяснить соотношение их коэффициентов θ изменением параметров d и ρ в рамках единой модели [43], основанной на балансе процессов накопления и аннигиляции дислокаций в металлах и сплавах с ГЦК решеткой. Согласно оценкам в [81], при НТ коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций в Al-Li мал, несмотря на высокую энергию дефекта упаковки решетки. В этом случае только высокая плотность дислокаций ρ и малое зерно d могут стимулировать динамический отдых, особенно вблизи границ зерен. В то же время, скорость размножения дислокаций внутри зерна будет ограничена его малыми размерами. В результате такого изменения баланса деформационных процессов скорость ДУ УМЗ поликристалла уменьшается по сравнению с КЗ (см. рис. 5.1 и 5.2,а,в). При этом, высокий коэффициент θ для УМЗ материала при 0,5 К (по сравнению с повышенными T [71, 81]) свидетельствует о том,

что дислокационная структура, сформированная на этапе комбинированной УГЭ при комнатной T , не является насыщенной в условиях НТ растяжения.

Низкие значения σ_{th} по сравнению с σ_{exp} в точках D (рис. 5.5), по-видимому, обусловлены тем, что простое соотношение (5.5) не учитывает возможную миграцию и разориентацию границ субзерен вследствие сложных процессов аккомодации дислокаций при больших деформациях. Другой причиной является погрешность оценки ρ , связанная с релаксацией низкотемпературной дислокационной структуры в результате разгрузки и отогрева образцов до комнатной температуры.

5.3.2. Амплитуда и статистика скачкообразной деформации. При обсуждении результатов макроскопического эксперимента необходимо учитывать, что взаимодействие дислокаций друг с другом и с кристаллической решеткой в разных плоскостях скольжения происходит неоднородно в пространстве и времени [68, 126]. Процессы самоорганизации дислокаций в дислокационном ансамбле вызывают образование в кристалле различных дислокационных структур, поэтому пластическая деформация по своей природе является микроскопически неустойчивой [27]. По этой причине регистрируемый в эксперименте макроскопический скачок напряжения ($\geq 10^{-1}$ МПа) следует рассматривать как результат локализации и синхронизации микроскопических событий, которые происходят в дислокационной системе в условиях эксперимента. В этом смысле, средняя амплитуда и распределение макроскопических скачков напряжения, обсуждаемые в данной работе, отражают не саму динамику дислокационных микропроцессов, а, скорее, степень их синхронизации в зависимости от дефектной структуры. Как показал сравнительный анализ статистики скачков напряжения и микроимпульсов акустической эмиссии в [68, 69], степенной закон распределения макроскопических скачков напряжения наблюдается в присутствии слабых препятствий для движения дислокаций, в то время как появление прочных препятствий (например, при динамическом деформационном старении), является необходимым условием для

распределения с максимумом. Это связано с тем, что в первом случае (степенной закон) большинство дислокаций находятся вблизи порога открепления от барьера, а во втором случае (распределение с максимумом) большинство дислокаций закреплены. Согласно расчетам в присутствии прочных барьеров коллективное открепление дислокаций происходит путем синхронизированного движения дислокационных лавин определенного масштаба. Такая синхронизация становится неэффективной при наличии только слабых препятствий.

В рамках существующих представлений об общей природе неустойчивой пластической деформации, в том числе при низких температурах, полученные в данной работе результаты можно объяснить следующим образом.

Интенсивный характер НТСД в УМЗ материале, наблюдаемый в виде скачков напряжения большой амплитуды уже при $\sigma \approx \sigma_{0,2}$ (см. рис. 5.2 и 5.3,а,в) является следствием высокой исходной плотности дефектов, образовавшихся на этапе УГЭ. По этой причине последующая деформация при низкой температуре соответствует развитой стадии III кривой растяжения [64], для которой характерна высокая плотность прочных барьеров (например, сидячих дислокаций [63]), достаточная для проявления коллективного (синхронизированного) движения дислокационных лавин. В соответствии с оценками динамики дислокационных систем [68, 69], в этом случае лавины сколь угодно малого масштаба маловероятны. Следовательно, распределения с максимумом для скачков напряжения в УМЗ поликристаллах, наблюдаемые на рис. 5.3 и 5.4,а,в,г, соответствуют коллективному движению дислокационных лавин, имеющих характерный (наиболее вероятный) масштаб. Необходимые для этого прочные препятствия, способные демпфировать формирование малых лавин дислокаций, могут образовываться, например, в местах больших градиентов деформации сдвига вблизи границ зерен [27]. Умеренная релаксация

внутренних напряжений в результате отжига при 373 К не приводит к качественному изменению статистики НТСД (рис. 5.4,г).

Радикальное изменение статистики НТСД в результате высокотемпературного отжига (при 623 К, рис. 5.4,б) обусловлены значительным увеличением зерна и уменьшением средней плотности дислокаций. На кривой σ - ε появляется макроскопически плавный участок с большим коэффициентом упрочнения θ (рис. 5.3,а). При деформациях выше некоторого критического значения вновь наблюдается НТСД, однако ее статистика описывается степенным законом (см. 5.4,б). Согласно модели [64], плавной участок кривой σ - ε после отжига обусловлен низкой плотностью препятствий для дислокационных скоплений, которая не достигает критического значения, необходимого для развития коллективного (кооперативного) движения дислокационных лавин. По мере деформации отожженного образца (с большим коэффициентом θ) плотность деформационных дефектов быстро увеличивается, что создает предпосылки для лавинообразного движения дислокаций (участок CD кривой I на рис. 5.3,а). При этом на большей части участка CD напряжение течения ниже, а коэффициент θ выше, чем на участке АВ. Как отмечалось выше, это связано с низкой плотностью дислокаций и высокой скоростью их накопления в отожженном образце по сравнению с исходным. Можно предположить, что при некоторой критической деформации плотность дислокаций на участке CD (кривая I) достигает величины, уже достаточной для формирования макроскопических скачков $\Delta\sigma \geq 0,2$ МПа, но еще недостаточной для синхронизации больших дислокационных лавин. В пользу этого свидетельствует малая начальная амплитуда скачков и ее быстрый рост с деформацией (рис. 5.3,а). Согласно [68, 69], в таком режиме сохраняется высокая вероятность малых лавин дислокаций, поэтому статистика НТСД в отожженных (крупнозернистых) поликристаллах описывается степенным законом (см. рис. 5.2 и 5.4,а). Таким образом, наблюдаемые изменения статистики скачков напряжения при НТСД в изученных поликристаллах Al-

Li качественно согласуется с выводами, сделанными в работах [68, 69], о влиянии спектра препятствий на режим пространственно-временной неустойчивости пластической деформации.

Согласно [43, 55, 56, 118], дислокационно-динамическая природа пластической деформации предполагает, что ключевыми параметрами, определяющими скорость деформационного упрочнения ГЦК поликристаллов, являются размер зерна, плотность деформационных дефектов и связанная с ними длина свободного пробега дислокаций. Приведенные выше результаты свидетельствуют о том, что эти же параметры в значительной степени определяют масштаб развития НТСД. По этой причине коэффициент деформационного упрочнения при низких температурах и средняя амплитуда НТСД должны согласованно изменяться вследствие эволюции микроструктуры при деформации, что и наблюдается в эксперименте. Рис. 5.6 иллюстрирует изменение коэффициента упрочнения θ и среднего скачка напряжения $\Delta\sigma/\sigma$ в результате низкотемпературной деформации и отжига. Видно, что уменьшение θ с деформацией вследствие динамического отдыха сопровождается ростом средней амплитуды НТСД. Отжиг вызывает увеличение θ , при этом среднее значение $\Delta\sigma/\sigma$, наоборот, уменьшается. Изменение величины θ и $\Delta\sigma/\sigma$ зависит от температуры отжига, которая в свою очередь определяет микроструктуру. Поскольку коэффициент θ тесно связан с прочностью и пластичностью материала, корреляцию этого параметра с масштабом НТСД необходимо учитывать при создании прочных конструкционных материалов, используемых при НТ.

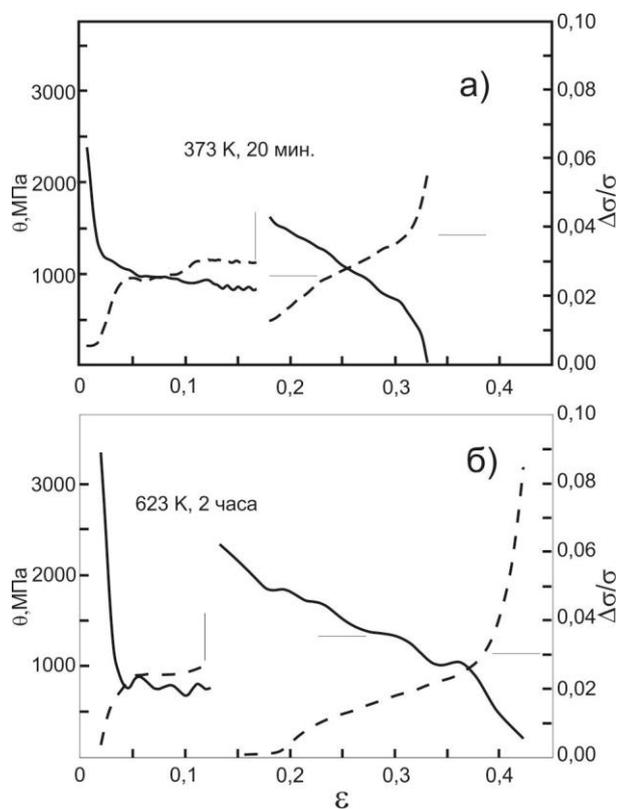


Рис. 5.6. Изменение среднего коэффициента деформационного упрочнения θ (левая ось) и среднего скачка напряжения $\Delta\sigma/\sigma$ (правая ось) в зависимости от низкотемпературной деформации образцов Al-Li до и после отжига при температурах а) 623 К; б) 372 К.

Выводы к разделу 5

1. Установлено, что дислокационная структура, сформированная путем ИПД при комнатной температуре, не является насыщенной для пластической деформации при низких температурах.

2. Показано, что масштаб скачкообразной пластической деформации поликристаллов Al-Li зависит от их микроструктуры, которая определяет динамику дислокационных лавин при НТ. Измельчение зерна и рост плотности дислокаций в ИПД стимулируют развитие НТСД.

3. Статистика скачкообразной деформации изученных поликристаллов Al-Li определяется степенью однородности их микроструктуры. В случае микрозернистого поликристалла с неоднородной микроструктурой, сформированной на этапе предварительной деформации, статистика скачков напряжения соответствует случаю коллективного движения дислокационных лавин, имеющих характерный (наиболее вероятный) масштаб. В случае отожженного поликристалла с однородной микроструктурой статистика скачков напряжения описывается степенным законом.

4. Отмечено взаимное изменение коэффициента деформационного упрочнения θ и среднего скачка напряжения $\Delta\sigma/\sigma$ в зависимости от эволюции микроструктуры при деформации и отжиге, что указывает на единую дислокационно-динамическую природу НТ деформационного упрочнения и низкотемпературной скачкообразной деформации.

ВЫВОДЫ

В результате проведенных исследований решена поставленная задача: установлены особенности микроструктуры и пластической деформации ультрамелкозернистых (УМЗ) поликристаллов чистого Al и сплавов Al-Li, Mg-Al-Zn при растяжении в интервале температур 0,5 – 350 К. Основные научные и практические результаты работы можно сформулировать в виде следующих выводов.

1. Впервые установлено, что УМЗ поликристаллы Al, Al-Li при температурах ниже 40 К и УМЗ поликристаллы Mg-Al-Zn – ниже 100 К обладают высокой прочностью и сохраняют пластичность, характерную для КЗ поликристаллов. С повышением температуры пластичность УМЗ поликристаллов уменьшается.

2. Высокий предел текучести ультрамелкозернистых поликристаллов с ГЦК (Al-Li) и ГПУ (Mg-Al-Zn) решетками в интервале температур 4,2 – 350 К определяется средним размером зерна, средней плотностью дислокаций и текстурой. При этом упрочнение кристаллов за счет измельчения зерна при интенсивной пластической деформации сопровождается разупрочнением за счет усиления текстуры, благоприятной для легкого скольжения дислокаций.

3. Высокая пластичность Al, Al-Li при низких температурах обусловлена единым, не зависящим от размера зерна механизмом деформационного упрочнения за счет пересечения дислокаций «леса». С ростом температуры последовательно активируются механизмы поперечного скольжения дислокаций и зернограничного проскальзывания. При деформации ультрамелкозернистого поликристалла Al пороговая температура активации поперечного скольжения дислокаций составляет порядка 77 К, а зернограничного проскальзывания – порядка 140 К, что в 1,5-2 раза ниже, чем соответствующие значения для крупнозернистого поликристалла.

4. Экспериментально установлено, что характер распределения локальной пластической деформации вдоль рабочей части поликристаллов Al и Al-Li зависит от размера зерна и температуры. Пороговая температура, при которой распределение деформации становится неоднородным, тем ниже, чем меньше средний размер зерна поликристалла.

5. Впервые изучено влияние микроструктуры и температуры на локализацию пластической деформации (образование шейки) в Al и Al-Li. Показано, что в случае КЗ поликристаллов величина и температурная зависимость равномерной пластической деформации определяется температурной зависимостью коэффициента аннигиляции винтовых дислокаций. Уменьшение пластичности УМЗ поликристаллов по сравнению с КЗ обусловлено увеличением их предела текучести и уменьшением скорости деформационного упрочнения вследствие увеличения плотности границ зерен и дислокаций в процессе ИПД.

6. Экспериментально изучено влияние микроструктуры на неустойчивость пластической деформации поликристаллов Al-Li при сверхнизкой температуре 0,5 К. Установлено, что уменьшение средней плотности дислокаций и увеличение среднего размера зерна в результате отжига УМЗ поликристаллов приводит к уменьшению средней амплитуды скачков напряжения и изменению статистики скачков. Для УМЗ поликристаллов характерно распределение амплитуд скачков напряжения с максимумом, а для КЗ поликристаллов оно описывается степенным законом.

7. Установлено, что независимо от исходной микроструктуры в ходе пластической деформации отожженных поликристаллов средний коэффициент деформационного упрочнения уменьшается, а средняя амплитуда скачка напряжения увеличивается. Наблюдаемая корреляция указывает на дислокационную природу скачкообразной деформации, которая проявляется в коллективном движении дислокационных лавин, масштаб которых определяет амплитуду скачка напряжения, а их статистика зависит от микроструктуры кристалла.

В заключение, в первую очередь, считаю своим приятным долгом выразить искреннюю признательность и глубокую благодарность моему научному руководителю кандидату физ.-мат. наук, старшему научному сотруднику Николаю Васильевичу Исаеву за помощь на всех этапах выполнения диссертации, творческую атмосферу и ценные советы.

Во-вторых, хотелось бы выразить искреннюю признательность и благодарность сотрудникам отдела физики реальных кристаллов, особенно кандидатам физ.-мат. наук Ирине Семеновне Брауде, Вере Сергеевне Фоменко, Сергею Эдуардовичу Шумилину и Татьяне Викторовне Григоровой, за полезные обсуждения, доброжелательность и поддержку, а также ведущему инженеру Юрию Григорьевичу Казарову за помощь в приготовлении образцов.

В-третьих, выражаю глубокую признательность официальным оппонентам и рецензентам за высококвалифицированные и объективные отзывы, которые позволили выявить недостатки и глубже понять значение выполненной мной работы, а также за общую положительную оценку нашей диссертации.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ЛИТЕРАТУРНЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Валиев Р.З. Создание наноструктурных металлов и сплавов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации / Р.З. Валиев // Российские нанотехнологии. – 2006. – Т. 1. – С. 208–216.
- 2 Валиев Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р.З. Валиев, И.В. Александров // Москва: Логос. – 2000. – 272 с.
- 3 Valiev R.Z. / Ultrafine-grained materials by severe plastic deformation // *Annales de Chimie. Science des Materiaux*. – 1996. – V. 21. – P. 509.
- 4 Сегал В.М. Пластическая обработка металлов простым сдвигом / Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский Ф.Е., Копылов В.И. // Изв. АН СССР. Металлы. – 1981. – №1. – С.115–123.
- 5 Morris D.G. / Mechanical behavior of nanostructured materials // Switzerland: Trans. Tech. Publication LTD. – 1998. – P. 85.
- 6 Жорин В.А., Шашкин Д.П., Еникопонян Н.С. // ДАН СССР. – 1984. – Т. 278. – С. 144.
- 7 Iwahashi Y. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials / Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Scripta Materialia*. – 1996. – V. 35, №. 2. – P. 143-146.
- 8 Zuberova Z. Effect of equal channel angular pressing on the deformation behaviour of magnesium alloy AZ31 under uniaxial compression / Z. Zuberova, Y. Estrin, T.T. Lamark, M. Janecek, R.J. Hellmig, and M. Krieger // *J. Mater. Proc. Technol.* – 2007. – V. 184. – С. 294–299.
- 9 Wang Y.M. Strain hardening, strain rate sensitivity, and ductility of nanostructured metals / Y.M. Wang, E. Ma // *Materials Science and Engineering A*. – 2004. – A375–377. – P. 46–52.
- 10 Mukai T. Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure / T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe, K. Higashi // *Scripta Materialia*. – 2001. – V. 45. – P. 89–94.
- 11 Zuberova, Z. The effect of deformation processing on tensile ductility of magnesium alloy AZ31 / Zuberova, Z. Sabirov, I., Estrin, Y. // *Kovove. Mater.*

- 2011. – V. 49. – P. 29–36.
- 12 Белошенко В.А. Теория и практика гидроэкструзии / В.А. Белошенко В.Н. Варюхин, В.З. Спусканюк // Киев: Наукова думка. – 2007. – 247 с.
 - 13 Спусканюк В.З. Новые достижения в развитии теории и методов гидроэкструзии / Спусканюк В.З. // Физика и техника высоких давлений. – 2014. – Т.24, №. 2. – С. 106–119.
 - 14 Хаймович П.А. Криодеформация металлов при всестороннем сжатии // Вопросы атомной науки и техники. – 2006. – № 4, 89. – С. 28-34.
 - 15 Хаймович П.А. На пути к барокриодеформированию металлов // В кн. Перспективные материалы. – 2009. – т.3. – С. 363-406.
 - 16 Stepanov N.D. Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes / N.D. Stepanov, A.V. Kuznetsov, G.A. Salishchev, G.I. Raab, R.Z. Valiev // Materials Science and Engineering A. – 2012. – Article in press.
 - 17 Xiao-ming F. Microstructure evolution and mechanical behavior of AZ31 Mg alloy processed by equal-channel angular pressing / F. Xiao-ming, A. Tao-tao // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2009. – V. 19. – P. 293–298.
 - 18 Iwahashi Y. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing / Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. // Acta Materialia. – 1998. – V. 46. – P. 3317–3331
 - 19 Blum W. A simple dislocation model of deformation resistance of ultrafine-grained materials explaining Hall–Petch strengthening and enhanced strain rate sensitivity/ W. Blum, X.H. Zeng // Acta Materialia. – 2009. – V. 57. – P. 1966-1974.
 - 20 El-Danaf E.A. EBSD investigation of the microstructure and microtexture evolution of 1050 aluminum cross deformed from ECAP to plane strain compression / E.A. El-Danaf, M.S. Soliman, A.A. Almajd // Mater Sci. – 2011. – V. 46. – P. 3291–3308
 - 21 Valiev R. Z., Korznikov A. V., Mulyukov R.R. // Mater. Sci. Eng. – 1993. – V. A186. – P. 141.
 - 22 Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л.И. Миркин // Москва: Физматлит. – 1961. – 863 с.

- 23 Gubicza J. Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum / J. Gubicza, N.Q. Chinh, Z. Horita, T.G. Langdon // Mater.Sci. Eng. – 2004. – A. 387–389. – P.55–59.
- 24 Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Met. Trans. A. – 1998. – V. 29A. – P. 2503.
- 25 Ю. Д. Ягодкин Применение электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа для определения размеров структурных элементов в нанокристаллических материалах / Ю. Д. Ягодкин, С. В. Добаткин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – Т.73, №. 1. – С. 38–49.
- 26 Малыгин Г. А. Пластичность и прочность микро – и нанокристаллических материалов / Г. А. Малыгин // Физика твердого тела.– 2007.– Т. 49, № 6.– С. 961–982.
- 27 May J. Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation / J. May, H. W. Höppel, M. Göken // Scripta Materialia. – 2005. – V. 53. – P. 189–194.
- 28 Fujita H.A The effect of grain size and deformation sub-structure on mechanical properties of polycrystalline aluminum / H. Fujita and T. Tabata // Acta Metallurgica. – 1973. – V. 21. – P. 355-365.
- 29 Александров И.В. Рентгеноструктурные исследования ультрамелкозернистых металлов, полученных равноканальным угловым прессованием / Александров И.В., Кильмаматов А.Р., Валиев Р.З. // Металлы. – 2004. – Т.1. – С.63.
- 30 Эстрин Ю.З. Низкотемпературная пластическая деформация ультрамелкозернистого алюминия / 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 // Физика низких температур. – 2008. – Т. 34, № 8. – С. 842–851.
- 31 Zhang K. The crystallite-size dependence of structural parameters in pure ultrafine-grained copper / Zhang K., Alexandrov I.V., Kilmametov A.R., Valiev R. Z., Lu K. // J. Phys. D.: Appl. Phys. – 1997. – V. 30. – P. 3008.
- 32 Valiev R.Z. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for

- Advanced Properties / Valiev R.Z. // *Nature Materials*. – 2004. – V. 3. – P. 511.
- 33 Meyers M. A. Mechanical properties of nanocrystalline materials / M. A. Meyers, A. Mishra, D. J. Benson // *Progress in Material Science*. – 2006. V.51.– P. 427–434.
- 34 Valiev R.Z. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation / R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer and Y.T. Zhu // *JOM*. – 2006. – V. 58. – P. 33–39.
- 35 Conrad H. Effect of grain size from millimeters to nanometers on the flow stress and deformation kinetics of Ag / H Conrad, K Jung // *Materials Science and Engineering A*. – 2005. – V. 391. – P. 272–284.
- 36 Hall E. O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results E. O. Hall // *Proceedings of the Physical Society Section B*. – 1951. – V. 64. – P. 747–753.
- 37 Petch N. J. The cleavage strength of polycrystals / N. J. Petch // *J. Iron Steel Inst.* – 1953. – V. 174. – P. 25–28.
- 38 Yu C.Y. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine grained aluminum / C. Y. Yu, P. W. Kao, C. P. Chang // *Acta Materialia*. – 2005. – V. 53. – P. 4019–4028.
- 39 Tsuji N. Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing / N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino // *Scripta materialia*. – 2002. – V. 47. – P. 893–899.
- 40 X. Конрад // С сб.: сверхмелкое зерно в металлах, М.:Металлургия. – 1973. – С. 206.
- 41 Conrad H. Effect of grain size on the lower yield and flow stress of iron and steel / H. Conrad // *Acta Metallurgica*. – 1963. – V. 11. – P. 75-77.
- 42 Taylor G. I. The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical / G. I. Taylor // *Proc. R. Soc. Lond. A*. – 1934. – V. 145. – P. 362–387.
- 43 Kocks U.F. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case/ U.F. Kocks, H. Mecking// *Progress in Materials Science*. – 2003. – V. 48. – P. 171 –273.

- 44 Kocks U.F. The Thermodynamics and Kinetics of Slip / Kocks U.F., Argon A.S., Ashby M.F. // *Prog. Mat. Sci.* – 1975. – V. 19. – P. 1–291.
- 45 Natsik V. D. Specification of the dislocation mobility analysis in the low-temperature range / V. D. Natsik and H.-J. Kaufmann // *Phys. Solid State.* – 1981. – V. 65. – P. 571–581.
- 46 Sherby O.D. Activation energies for creep of high-purity aluminum / O.D. Sherby, J.L. Lytton, J.E. Dorn // *Acta Metallurgica.* – 1957. – V. 5. – P. 219–227.
- 47 Фоменко В.С. Низкотемпературная пластическая деформация твердых растворов Al–Li / В. С. Фоменко, Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов // *Физика низких температур.* – 1993. – Т. 19, № 4. – С. 429–433.
- 48 May J. Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation / J. May, H. W. Höppel, M. Göken // *Scripta Materialia.* – 2005. – V. 53. – P. 189–194.
- 49 Chinh N. Q Flow processes at low temperatures in ultrafine-grained aluminum / Chinh N. Q., Szommer P., Csanádi T., Langdon T.G. // *Materials Science and Engineering A.* – 2006. – V. 434. – P. 326–334.
- 50 Miyamoto H. Viscous nature of deformation of ultra-fine grain aluminum processed by equal channel angular pressing / H. Miyamoto, K. Ota, T. Minaki // *Scripta Materialia.* – 2006. – V. 54. – P. 1721–1725.
- 51 Armand Consider L`emploi du fer et de l`acier. Dans les construction // *Annales des Ponts et Chaussées.* – 1885. – Т.9. – P. 574-775.
- 52 Sabirov I. The effect of strain rate on the deformation mechanisms and the strain rate sensitivity of an ultra-fine-grained Al alloy / I. Sabirov, M.R. Barnett, Y. Estrin, P.D. Hodgson // *Scripta Materialia.* – 2009. – V. 61. – P. 181–184.
- 53 Roven H.J. Nanostructures and microhardness in Al and Al-Mg alloys subjected to SPD / H.J. Roven, M. Liu, M. Murashkin, R.Z. Valiev, A.R. Kilmaetov, T. Ungar, L. Balogh // *Materials Science Forum.* – 2009. – V. 604-605. – P. 179-185.
- 54 Владимирова Г. В. Аннигиляция дислокаций и деформационное упрочнение металлов с ГЦК решеткой / Г. В. Владимирова, Г. А.

- Малыгин, Д. Г. Рывкина // Физика металлов и металловедение. – 1989. – Т. 67, № 2 - С. 380-388.
- 55 Малыгин Г. А. Анализ структурных факторов, определяющих образование шейки при растяжении металлов и сплавов с ГЦК-решеткой / Г. А. Малыгин // Физика твердого тела.– 2005.– Т. 47, № 2.– С. 236–241.
- 56 Малыгин Г. А. Влияние размера зерен на устойчивость микро- и нанокристаллических металлов к локализации пластической деформации в виде шейки / Г. А. Малыгин // Физика твердого тела.– 2011.– Т. 53, № 2. – С. 341–345.
- 57 Пустовалов В. В. Скачкообразная деформация металлов и сплавов при низких температурах / В. В. Пустовалов // Физика низких температур. – 2008. – Т.34 , № 9. – С. 871–913.
- 58 В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко / Пластическая деформация кристаллов при низких температурах // Киев: Наукова думка. – 2012. – 357 с.
- 59 Зеегер А. Дислокации и механические свойства кристаллов / А. Зеегер // М. ИЛ. – 1960. – с. 179-268.
- 60 Obst B. Experimental evidence on the dislocation mechanism of serrated yielding in f.c.c. metals and alloys at low temperatures / B. Obst, A. Nyilas // Mater. Sci. and Engin. – 1991. – A137. – P. 141-150.
- 61 Kubin L.P. Computer simulation of the low temperature instability of plastic flow / L.P.Kubin, Ph.Spiesser, Yu. Estrin. // Acta Met. – 1982. – V. 30. – P. 385-150.
- 62 Mulford R.A. Analysis of strengthening mechanisms in alloys by means of thermal-activation theory / R.A. Mulford // Acta Metallurgica. – 1979. – V. 27. – P. 1115 –1124.
- 63 B. Skoczen' Constitutive model of discontinuous plastic flow at cryogenic temperatures / B. Skoczen', J. Bielski, S. Sgobba, D. Marcinek // International Journal of Plasticity. – 2010. – V. 26. – P. 1659–1679.
- 64 Seeger A. Dislocations and Mechanical Properties of Crystals // Wiley, New York. – 1957. – 634 p.
- 65 Бобров В.С. Роль динамических процессов при низкотемпературной скачкообразной деформации алюминия / В.С. Бобров, М.А. Лебедкин //

- ФТТ. – 1993. – Т.35, №7. – С. 1881-1889.
- 66 Бобров В.С. Электрические эффекты при низкотемпературной скачкообразной деформации алюминия / В.С.Бобров, М.А.Лебедкин // ФТТ. – 1989. – Т. 31, вып. 6. – С. 120–126.
- 67 Bak P. Self-Organized Criticality / P. Bak, K.Chen. // Scientific American. – 1991. – V. 264, №1. – P. 46-53.
- 68 Lebyodkin M.A. On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow in dilute alloys / M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, T.A. Lebedkina, I.V. Shashkov // Acta Materialia. – 2012. – V. 60, Issue 3. – P. 844-850.
- 69 Lebyodkin M.A. On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow: Statistical analysis / M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, V.S. Gornakov, T.A. Lebedkina, I.V. Shashkov // Acta Materialia. – 2012. – V. 60, Issue 9. – P. 3729-3740.
- 70 Demirski V.V. On the kinetics of stress jumps during plastic deformation of crystals / V.V. Demirski and S.N. Komnik // Acta Materialia. – 1982. – V. 30. – P. 2227-2232.
- 71 Исаев Н.В. Микроструктура и низкотемпературная пластическая деформация сплава Al-Li / Н.В. Исаев, П.А. Забродин, В.З. Спусканюк, А.А. Давиденко, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, И.С. Брауде // Физика низких температур. – 2012. – Т. 38, № 1. – С. 102–112.
- 72 Lowe T.C. Commercialization of nanostructured metals produced by severe plastic deformation processing / Lowe T.C., Zhu Y.T. // Adv. Eng. Mater. – 2003. – V. 5. – P. 373.
- 73 Didenko D. A. Singularities in the temperature dependence of flow stress down to 1.4 K in aluminum single crystals of various purities and orientations / D. A. Didenko, V. V. Pustovalov // Journal of Low Temperature Physics. – 1973. – V. 11. – P. 65 –76.
- 74 Hirth J.P. Theory of dislocations / J.P. Hirth, J. Lothe // New York: Mc-Graw-Hill. – 1968. – 780 p.
- 75 Смирнов Б. И. Высокая прочность и сверхпластичность нанокристаллических материалов / Б. И. Смирнов, В. В. Шпейзман, В. И.

- Николаев // Физика твердого тела.– 2005.– Т. 47, № 5.– С. 816–819.
- 76 Wang M. Effect of strain rate on the tensile behavior of ultra-fine grained pure aluminum / M. Wang A. Shan // Journal of Alloys and Compounds. – 2008. – V. 455. – P. L10–L14.
- 77 Sabirov I. Enhanced tensile ductility of an ultra-fine-grained aluminum alloy / I. Sabirov, Y. Estrin, M.R. Barnett, I. Timokhina, P.D. Hodgson // Scripta Materialia. – 2008. – V. 58. – P. 163–166.
- 78 Исаев Н.В. Скоростная чувствительность напряжения течения ультрамелкозернистого алюминия в интервале температур 4,2-295 К / Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, П.А. Забродин // Физика низких температур. – 2009. - Т. 35, № 11. – С. 1151–1159.
- 79 Эстрин Ю.З. Низкотемпературная пластическая деформация магниевого сплава AZ 31 с различной микроструктурой / Ю.З. Эстрин, П.А. Забродин, И.С. Брауде, Т.В. Григорова, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, В.С.Фоменко, С.Э. Шумилин // Физика низких температур. – 2010. – Т. 36, № 12. – С. 1363–1371.
- 80 Эстрин Ю.З. Пластическая деформация ультрамелкозернистого алюминия при температуре 0,52 К / Ю.З. Эстрин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С.Фоменко, С.Э. Шумилин // Кристаллография. – 2009. – Т. 54, № 6. – С. 1107–1114.
- 81 Исаев Н.В. Локализация пластической деформации в ультрамелкозернистых Al и Al-Li при температурах 4,2-350 К / Н.В. Исаев, П.А. Забродин, А.В. Русакова // Физика низких температур. – 2012. – Т. 38, № 10. – С. 1230–1239.
- 82 Hollang L. Deformation mechanisms in ARB processed aluminium alloy AA6016 at low temperatures / L Hollang, J Scharnweber, K Reuther and W Skrotzki // J. Phys.: Conf. Ser. – 2010. – 240. – 012148.
- 83 Spuskanyuk V. Development of the equalchannel angular hydroextrusion / Spuskanyuk, V., Spuskanyuk, A., Varyukhin, V. // J. Mater. Process. Technol. – 2008. – V. 203. – С. 305–309.
- 84 Spuskanyuk V. Effect of combining the equal-channel angular hydroextrusion, direct hydroextrusion and drawing on properties of copper wire / Spuskanyuk

- V., Davydenko A., Berezina A., Gangalo A., Sennikova L., Tikhonovsky M., Spiridonov D. J. // *Mater. Process. Technol.* – 2010. – V. 210. – С. 1709–1715.
- 85 Zuberova Z. Fatigue and Tensile Behavior of Cast, Hot-Rolled, and Severely Plastically Deformed AZ31 Magnesium Alloy / Z. Zuberova, Kunz L., Lamark T.T., Estrin Y., and Janecek M. // *Metal. Mater. Trans.* – 2007. – 38A. – С. 1934.
- 86 Estrin Y. Microstructure, texture and mechanical properties of the magnesium alloy / Y. Estrin, S.B. Yi, H.-G. Brokmeier, Z. Zuberova, S.C. Yoon, H.S. Kim, and R.J. Hellmig // *Intl. J. Materials Res.* – 2008. – V. 99. – С. 50–55.
- 87 Забродин П. А. Влияние микроструктуры на пластическую деформацию алюминия в интервале температур 0,5-295 К / П.А. Забродин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин // *Низкотемпературная прочность – 2010: международная науч. – техн. конф., 25 – 27 мая 2010 г.: тезисы докл.* – Киев, 2010. – С. 27.
- 88 Кривоглаз М.А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами / М.А. Кривоглаз // Москва: Наука. – 1967 – 336 с.
- 89 Веркин Б.И. Низкотемпературные исследования пластичности и прочности / Б.И. Веркин, В.В. Пустовалов // Москва: Энергоиздат. – 1982. – 192 с.
- 90 Кузьменко И.Н. Установка и техника экспериментального изучения деформации до температур $\sim 0,4$ К / И.Н. Кузьменко, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин // ПТЭ. – 1988. – Т.1. – С. 196.
- 91 Valiev R.Z. Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation / R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov // *Prog. Mat. Sci.* – 2000. – V. 45. – P. 103 –189.
- 92 Cottrell A.H. Effects of temperature on the plastic properties of aluminium crystals // A.H. Cottrell and R.J. Stokes // *Proc. R. Soc. Lond.* – 1955. – A233. – P. 17 –34.
- 93 Mulford R.A. Analysis of strengthening mechanisms in alloys by means of thermal-activation theory / R.A. Mulford // *Acta Metallurgica.* – 1979. – V.

27. – P. 1115 –1124.
- 94 Mecking H. Kinetics of flow and strain-hardening / H. Mecking, U.F. Kocks // *Acta Metallurgica*. – 1981. – V. 29. – P. 1865 –1875.
- 95 Гиндин И.А. Физические процессы пластической деформации при низких температурах / И.А. Гиндин, И.М. Неклюдов, Н.В. Камышанченко, И.И. Бобонец, М.П. Старолат // Киев: Наукова думка. – 1974.
- 96 Малыгин Г. А. Анализ скоростной чувствительности напряжений течения нанокристаллических металлов с ГЦК- и ОЦК-решетками / Г. А. Малыгин // *Физика твердого тела*. – 2007. – Т. 49, № 12. – С. 2161–2168.
- 97 Du N. The influence of a threshold stress for grain boundary sliding on constitutive response of polycrystalline / N. Du, A.F. Bower, P.E. Krajewski, E.M. Taleff // *Materials Science and Engineering*. – 2008. – A 494. – P. 86–91.
- 98 Брауде И. С. Особенности микроструктуры и низкотемпературный предел текучести закаленных сплавов Al-Li / И. С. Брауде, Т. В. Григорова, Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко // *Физика низких температур*. – 2000. – Т. 26, № 7. - С. 721-727.
- 99 Андриевский Р.А. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. Ч.1. Особенности структуры, термодинамика, фазовые равновесия. Кинетические явления / Р. А. Андриевский, А. М. Глезер // *Физика металлов и металловедение*. – 1999. – Т. 88, № 1. – С.50–73.
- 100 Гусев А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии / А. И. Гусев // Москва: ФИЗМАТ. – 2005. – 416 с.
- 101 Adamczyk-Cieslak B. Texture Development in a Model Al-Li Alloy Subjected to Severe Plastic Deformation / B. Adamczyk-Cieslak, J. Misera, K.J. Kurzydowski // *Solid state phenomena*. – 2006. – V. 48. – P. 337–344.
- 102 Yu C. Y. Mechanical properties of submicron–grained aluminum / C. Y. Yu, P. L. Sun, P. W. Kao, C. P. Chang // *Scripta Materialia*. – 2005. – V. 52. – P. 359–363.
- 103 Исаев Н. В. Суперпозиция механизмов упрочнения в сплавах Al-Li при низких температурах / Исаев Н. В., Фоменко В. С. // *Физика низких температур*

- температур.– 1994.– Т. 20, № 3.– С. 260–265.
- 104 Gendelman O.V. Grain size distribution and heat conductivity of copper processed by equal channel angular pressing / O.V. Gendelman, M. Shapiroa, Y. Estrin, R.J. Hellmig, S. Lekhtmakher // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – V. 434. – P. 88–94.
- 105 Agnew R. S. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route A equal channel angular extrusion: Experiments and simulations / S.R. Agnew, P. Mehrotra, T.M. Lillo, G.M. Stoica, P.K. Liaw // *Acta Materialia*. – 2005. – V. 53. – P. 3135–3146.
- 106 Conrad H. Thermally-activated glide in magnesium crystals from 4,2 to 420 K / H. Conrad, R. Armstrong, H. Wiedersich, Q. Schoeck // *Philosophical Magazine*. – 1961. – V. 6. – P. 177–188.
- 107 Владимирова В.Л. Процессы пластической деформации при низких температурах / В.Л. Владимирова, Ф.Ф. Лаврентьев, Ю.А. Похил // сб. Киев: Наукова Думка. – 1974. – с. 44.
- 108 Лаврентьев Ф.Ф., Похил Ю.А. // *Изв. АН СССР, сер. Физ.* – 1974. – Т. 38. – С. 1540.
- 109 Hollang L. Scaling effects in the plasticity of nickel / L. Hollang, E. Hieckmann, D. Brunner, C. Holste, W. Skrotzki // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – V. 424. – P. 138–153.
- 110 Sabirov I. Enhanced tensile ductility of an ultra-fine-grained aluminum alloy / I. Sabirov, Y. Estrin, M.R. Barnett, I. Timokhina, P.D. Hodgson // *Scripta Materialia*. – 2008. – V. 58. – P. 163–166.
- 111 May J. Strain Rate Sensitivity of Ultrafine Grained FCC- and BCC-Type Metals / J. May, H. W. Höppel, M. Göken // *Materials Science Forum*. – 2006. – V. 503–504. – P. 781–786.
- 112 Milman Yu.V Plasticity characteristic obtained through hardness measurement / Yu.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1993. – V. 41, № 9. – P. 2523–2532.
- 113 Коновалов С.В. Влияние магнитного поля на поверхность разрушения алюминия при ползучести / Коновалов С.В., Загуляев Д.В., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е. // *Вестн. Нижегородского университета им. Н.И.*

- Лобачевского. – 2011. – Т. 2, № 1. – С. 33–37.
- 114 Youssef K.M. Nanocrystalline Al–Mg alloy with ultrahigh strength and good ductility / K.M. Youssef, R.O. Scattergood, K.L. Murty, C.C. Koch // *Scripta Materialia*. – 2006. – V. 54, I. 2. – P. 241–246.
- 115 Li J. C. M. // *Trans. Metal. Soc. AIME*. – 1963. – V. 227. – P. 239.
- 116 Li J. C. M. The role of dislocations in the flow stress grain size relationships / J. C. M. Li, Y. T. Chou // *Metallurgical and Materials Transactions B*. – 1970. – V. 1, № 5. – P. 1145–1159.
- 117 Малыгин Г.А. Аннигиляция винтовых дислокаций поперечным скольжением как механизм динамического отдыха / Г.А. Малыгин // *Физика твердого тела*. – 1992. – Т. 34, № 9. – С. 2882–2892.
- 118 Seeger A. Die experimentelle Bestimmung von Stapelfehlerenergien kubisch-flächenzentrierter Metalle / A. Seeger, R. Berner, H. Wolf // *Zeitschrift für Physik*. – 1959. – V. 155. – P. 247–262.
- 119 Бернер Р. Пластическая деформация монокристаллов / Р. Бернер, Г. Кронмюллер // Москва: Мир. – 1969. – 272 с.
- 120 Kamm G. N. Low-Temperature Elastic Moduli of Aluminum / G. N. Kamm, G. A. Alers // *Journal of Applied Physics*. – 1964. – V. 35, I. 2. – P. 327–330.
- 121 Noble B. The elastic modulus of aluminium-lithium alloys / B. Noble, S. J. Harris, K. Dinsdale // *Journal of Materials Science*. – 1982. – V. 17, № 2. – P.
- 122 Basinski Z. S. Thermally activated glide in face-centered cubic metals and its application to the theory of strain hardening / Z. S. Basinski // *Philosophical Magazine*. – 1959. – V. 4, № 4. – P. 393–432.
- 123 Замоторин М. И. Исследование твердого раствора лития в алюминии / М. И. Замоторин // *Труды Ленинградского Политехнического института*. – 1955. – № 180. – С. 5–12.
- 124 Ценев Н.К. Особенности структурных изменений при отжиге субмикронных и нанокристаллических алюминиевых сплавов / Н.К. Ценев, В.Н. Перевезенцев, М.Ю. Щербань, А.Н. Ценев // *Журнал технической физики*. – 2010. – Т. 80. – С. 68–72.
- 125 Григорова Т.В. Скачкообразная деформация в нормальном и сверхпроводящем состояниях: твердый раствор Al–Li / Т.В. Григорова,

- Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин // Физика Низких Температур. – 2007. – Т. 33, №4. – С. 507-514.
- 126 Песчанская Н.Н. Скачкообразная микродеформация наноструктурных металлов / Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман // ФТТ. – 2008. – Т.50, №5. – С. 815-819.
- 127 Исаев Н.В. Деформационное упрочнение и скачкообразная деформация ультрамелкозернистых поликристаллов твердого раствора Al-Li при температуре 0,5 К / Н.В. Исаев, С.Э. Шумилин, П.А. Забродин, В.Г. Гейдаров, Т.В. Григорова, В.С. Фоменко, И.С. Брауде, В.В. Пустовалов // Физика низких температур. – 2013. - Т. 39, № 7. – С. 818–826.