

# Упругость и неупругость микрокристаллического алюминия с различной деформационной и тепловой предысторией

© В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 12 октября 2005 г.)

Изучено влияние амплитуды колебательной деформации на модуль упругости и внутреннее трение образцов микрокристаллического алюминия, приготовленного путем равноканального углового прессования с различной деформационной и тепловой предысторией. Получены данные об упругих и неупругих (микропластических) свойствах. Показано, что с увеличением степени пластической деформации модуль Юнга  $E$ , амплитудно-независимый декремент  $\delta$  и уровень напряжений микропластического течения  $\sigma$  увеличиваются; с повышением температуры отжига  $\delta$  и  $\sigma$  заметно уменьшаются, а модуль  $E$  демонстрирует более сложное поведение. Экспериментальные данные обсуждаются в рамках представлений о дислокациях, на подвижность которых оказывают влияние не только спектр точечных дефектов, но и внутренние напряжения, уровень которых определяется степенью пластической деформации и температурой последующего отжига образцов. Представления о внутренних напряжениях привлекаются также при анализе данных о влиянии степени деформации и отжига на разрывную прочность.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 04-02-17627).

PACS: 62.20.Dc, 62.20.Fe

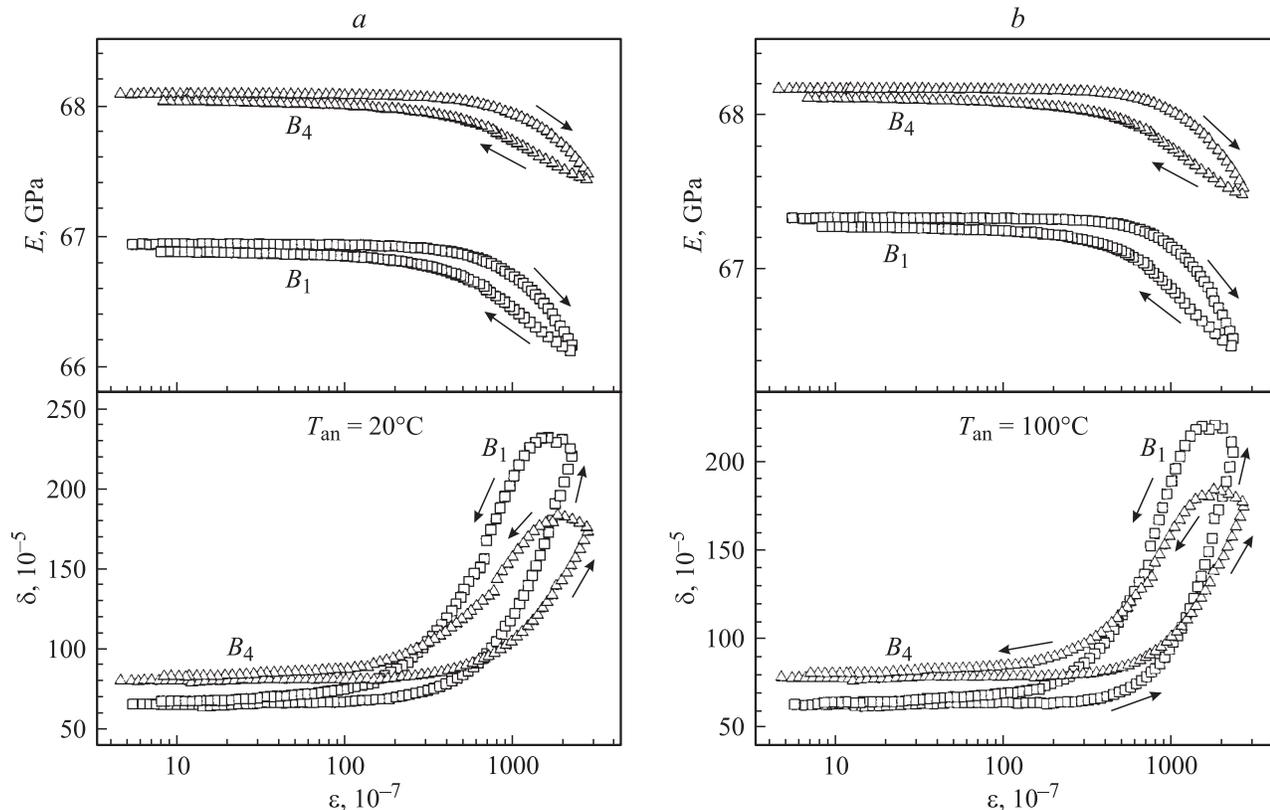
Одним из основных достоинств ультрамелкозернистых металлических материалов, полученных путем интенсивной пластической деформации, являются их высокие механические свойства [1–4]. Эти свойства определяются, однако, не только малым размером зерен, но и специфической структурой их границ, аморфоподобное состояние которых и существенная объемная доля позволяют рассматривать такие материалы как двухфазные, одной из фаз которых являются границы [5]. Границы зерен и их стыки, являющиеся источником высоких (на порядок больших, чем в обычных поликристаллах) внутренних напряжений, существенно влияют на макросвойства ультрамелкозернистых материалов. Одной из количественных характеристик состояния границ является степень их разориентации, которая задается деформационной предысторией. Так, в [6–9] было обнаружено, что при равноканальном угловом (РКУ) прессовании алюминия увеличение числа проходов от 1 до 12 в несколько раз увеличивает долю большеугловых ( $> 15^\circ$ ) границ. Наиболее существенное увеличение доли таких границ имеет место при переходе от первого к четвертому проходу; при таком переходе наблюдается также заметная деградация прочностных макросвойств (уменьшение долговечности и рост минимальной скорости ползучести при испытании образцов в режиме ползучести [8]).

Измерение акустических характеристик (модуля упругости и декремента упругих колебаний) позволяет осуществлять контроль качества моно- и поликристаллических, керамических и других материалов, а также изучать микропроцессы, которые могут иметь место в образцах при изменении внешней нагрузки, температуры, облучения и т.д. В настоящей работе для

образцов алюминия, полученных после одного и четырех проходов при РКУ-прессовании, определены характеристики упругой и обратимой микропластической деформации (модуля Юнга  $E$ , амплитудно-независимого декремента  $\delta$ , напряжения микропластического течения  $\sigma$ ), связанные с колебательным движением дислокаций. Особенность акустических экспериментов состоит в том, что при умеренных амплитудах дислокационная структура исследуемого образца сохраняется: после акустического воздействия плотность дислокаций в материале не изменяется [10]. На этих же образцах определены характеристики их макромеханических свойств: диаграммы деформирования при трехточечном изгибе и прочность на разрыв ( $\sigma_r$ ). Изучено также влияние на  $E$ ,  $\delta$ ,  $\sigma$  и  $\sigma_r$  температуры отжига.

## 1. Материал и экспериментальная методика

В качестве материала для исследований использовались заготовки Al (99.99%), которые имели прямоугольное сечение ( $10 \times 10$ ) mm и длину 50 mm. Размер зерен в исходных заготовках составлял  $\approx 5$  mm. Заготовки подвергались одному ( $B_1$ ) или четырем ( $B_4$ ) проходам (с поворотом  $90^\circ$  после каждого прохода) при РКУ-прессовании, которое проводилось в Институте физики материалов (Брно, Чешская Республика); на таком же алюминии ранее было изучено влияние числа проходов при РКУ-прессовании на ползучесть и долговечность [8]. Размер зерен после РКУ-прессования был  $\approx 1 \mu\text{m}$ .



**Рис. 1.** Амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$  микрокристаллического алюминия, измеренные после РКУ-прессования на образцах  $B_1$  и  $B_4$ ; измерения проводились в вакууме при комнатной температуре; стрелки указывают направление изменения  $\varepsilon$ . *a* — после длительной выдержки (отжига) при  $\sim 20^\circ\text{C}$ , *b* — после отжига при  $100^\circ\text{C}$ , *c* — после отжига при  $200^\circ\text{C}$ , *d* — после отжига при  $300^\circ\text{C}$ , *e* — после отжига при  $400^\circ\text{C}$ .

Из полученных заготовок готовились образцы для акустических измерений. Образцы имели форму стержней прямоугольного поперечного сечения ( $1.0 \times 2.5$ ) mm и длину 25 mm; такая длина обеспечивала резонансную частоту продольных колебаний образца  $f$  вблизи 100 kHz. Модуль Юнга определялся как  $E = 4\rho l^2 f^2$ , где  $\rho$  — плотность образца.

Использовался резонансный метод составного вибратора (подробные сведения о методе можно найти в [10]), который помимо данных о модуле Юнга позволяет исследовать поглощение ультразвука (внутреннее трение) и неупругие (микропластические) свойства материала образцов. Данные по неупругим свойствам получаются из измерений модуля  $E$  и декремента упругих колебаний  $\delta$  в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации  $\varepsilon$ , когда при достаточно больших  $\varepsilon$  в материале образца возникает нелинейное амплитудно-зависимое поглощение  $\delta_h = \delta - \delta_i$  и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга  $(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i$ . Здесь  $E_i$  и  $\delta_i$  — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль  $E$  и декремент  $\delta$  еще не зависят от  $\varepsilon$ .

Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить также механические (ми-

кропластические) свойства материалов в привычных для механических испытаний координатах „напряжение–неупругая деформация“, когда по оси ординат откладывается значение амплитуд колебательных напряжений  $\sigma = E\varepsilon$ , а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация  $\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h$ .

Для оценки влияния деформационной предыстории на макросвойства в испытательной машине „Instron“ снималась диаграмма деформирования трехточечным изгибом образцов  $B_1$  и  $B_4$  при скорости перемещения опор деформирующего устройства  $5 \mu\text{m/s}$ . Изучалось также воздействие деформационной и тепловой предыстории на разрывную прочность ( $\sigma_r$ ). Величина  $\sigma_r$  определялась при растяжении с постоянной скоростью нагружения  $25 \text{ MPa/s}$ .

## 2. Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 1 приводятся амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$  для образцов алюминия  $B_1$  и  $B_4$ , как исходных (после различной степени равноканального прессования), так и после отжига при различных температурах. Зависимости  $E(\varepsilon)$  и  $\delta(\varepsilon)$  изме-

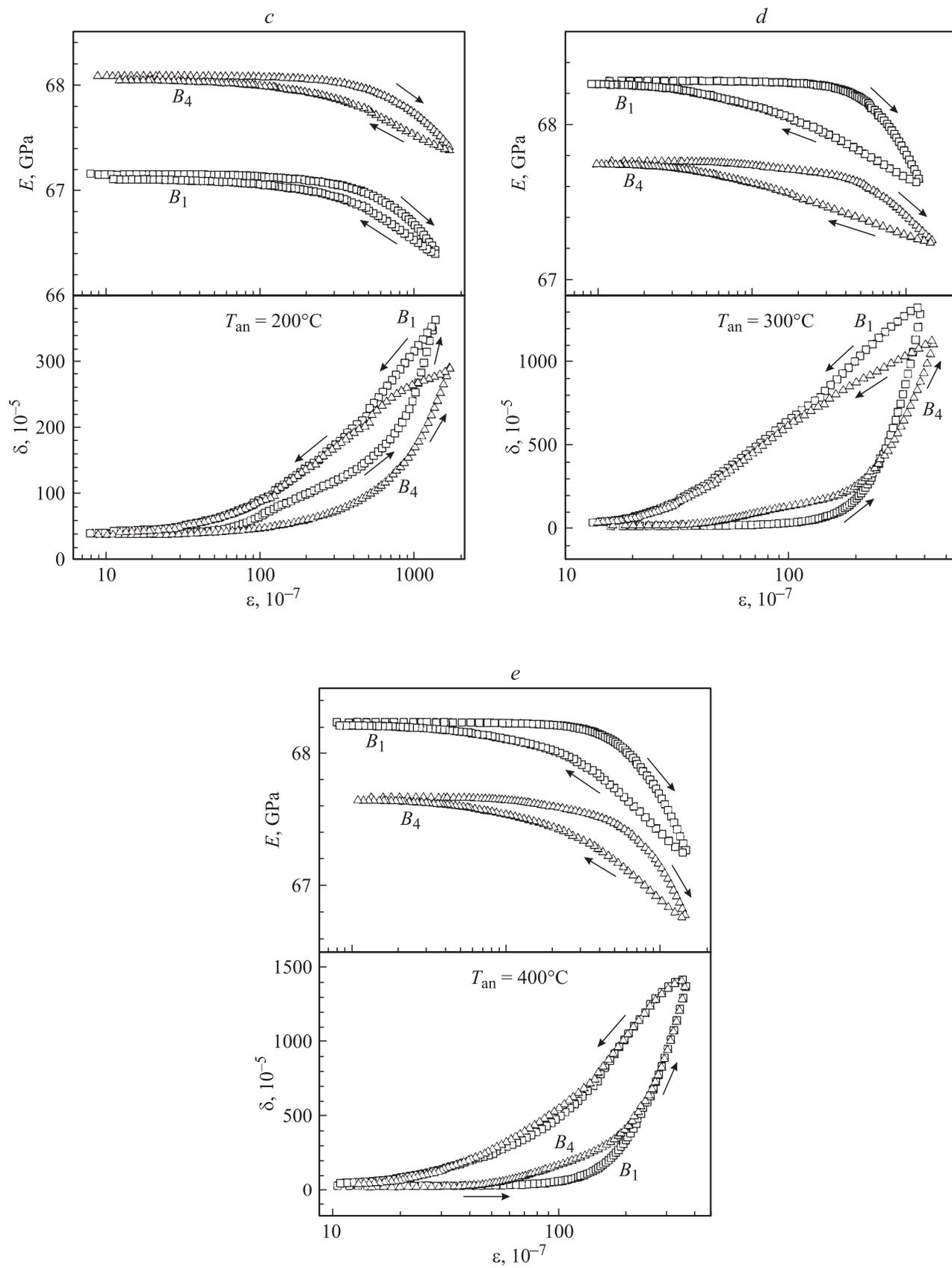
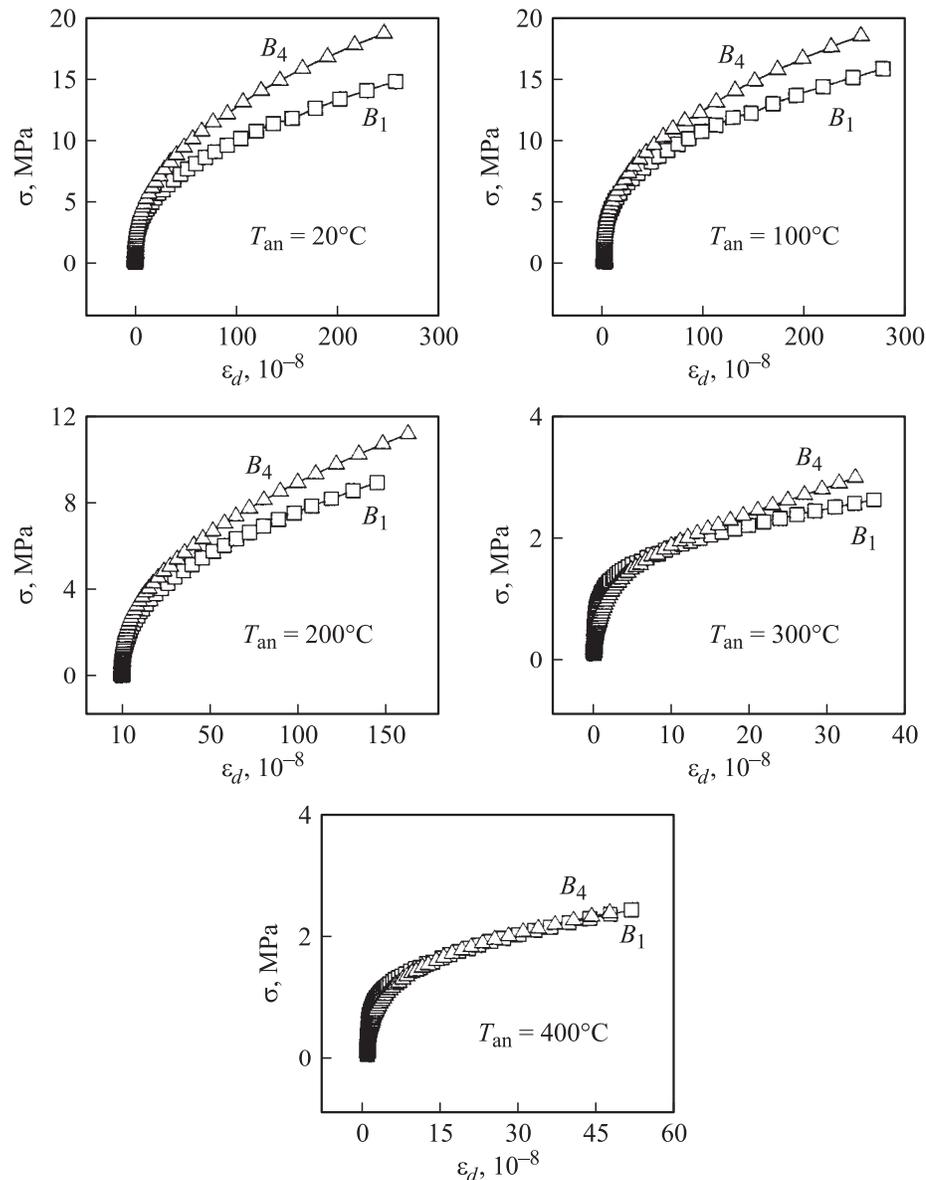


Рис. 1 (продолжение).



**Рис. 2.** Диаграммы „напряжение–неупругая деформация“ для образцов алюминия  $B_1$  и  $B_4$  после отжига при различных температурах, полученные по данным акустических измерений; измерения выполнены при комнатной температуре.

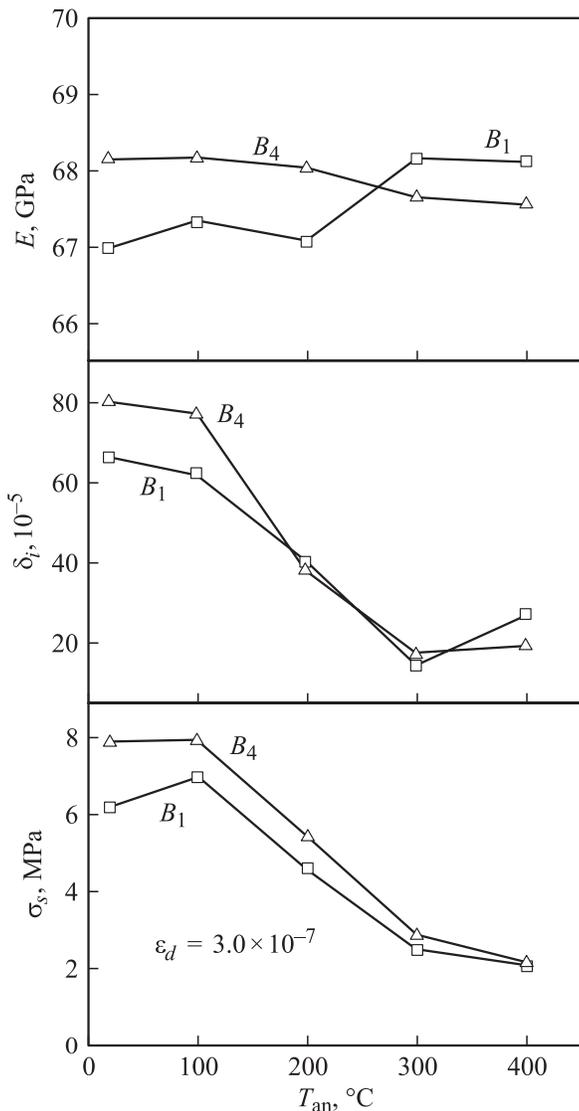
рялись последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды  $\varepsilon$ . Из рисунков видно, что во всех случаях наблюдается амплитудный гистерезис: кривые, снятые при увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают друг с другом. Однако форма гистерезиса и численные значения  $E$  и  $\delta$  существенно зависят от деформационной и тепловой предыстории. Если отжиг при  $100^\circ\text{C}$  практически не меняет акустических свойств образцов  $B_1$  и  $B_4$ , то в дальнейшем при повышении температуры отжига, начиная с  $200^\circ\text{C}$ , имеют место значительные изменения акустических параметров.

На рис. 2 из зависимостей  $E(\varepsilon)$ , приведенных на рис. 1 и снятых при первом увеличении амплитуды, построены диаграммы акустического деформирования  $\sigma(\varepsilon_d)$ . Здесь ясно видно, как с повышением температуры отжига

различия между образцами  $B_1$  и  $B_4$  становятся все меньше и меньше, а после отжига при  $400^\circ\text{C}$  разница в кривых  $\sigma(\varepsilon_d)$  практически исчезает.

Динамика изменений модуля  $E$ , амплитудно-независимого декремента  $\delta_i$  и условного предела микротекучести  $\sigma = \sigma_s$ , определенного для неупругой деформации  $\varepsilon_d$  на уровне  $3.0 \cdot 10^{-7}$ , с температурой отжига  $T_{\text{ан}}$  показана на рис. 3.

Интересно отметить, что для исходных (после равноканального прессования) образцов  $B_1$  и  $B_4$  соотношения напряжений микро- и макротекучести практически совпадают, что видно при сравнении данных, приведенных на рис. 2 и 4: на рис. 4 представлены начальные участки диаграмм деформирования для  $B_1$  и  $B_4$ , снятых для трехточечного квазистатического изгиба (здесь ось



**Рис. 3.** Модуль Юнга  $E$ , логарифмический декремент  $\delta_i$  и условный предел микротекучести  $\sigma_s$  образцов алюминия  $B_1$  и  $B_4$  в зависимости от температуры отжига  $T_{an}$ ; измерения выполнены при комнатной температуре.

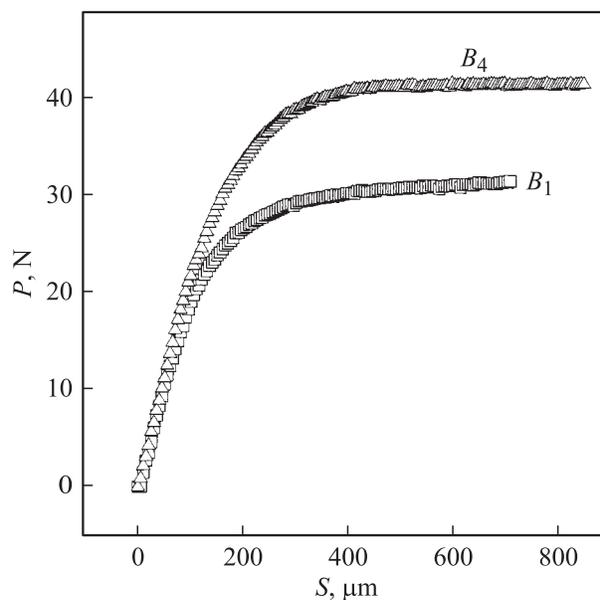
ординат соответствует нагрузке  $P$ , а ось абсцисс — прогибу  $S$ ).

На основании данных рис. 4 можно сделать интересный вывод, свидетельствующий о реверсии механических свойств образцов  $B_1$  и  $B_4$  при переходе от микро- к макроуровню деформации. Действительно, для образца  $B_4$  зависимость  $P$  от  $S$  вышла на насыщение, а для образца  $B_1$  наблюдается небольшое упрочнение: рост  $P$  при увеличении  $S$ . Это в принципе может привести к тому, что при больших макродеформациях механические свойства образца  $B_1$  (в частности, величина  $P$ ) будут выше, чем образца  $B_4$ .

Указанное выше подтверждается результатами оценки разрывной прочности образцов  $B_1$  и  $B_4$ . Испытания при растяжении с постоянной скоростью нагружения

показали, что разрывная прочность образцов  $B_1$  и  $B_4$  равна соответственно  $125 \pm 4$  и  $112 \pm 3$  МПа. После отжига при  $200^\circ\text{C}$  (40 min) значения  $\sigma_r$  уменьшились и составили соответственно для образцов  $B_1$  и  $B_4$  98 и 92 МПа.

При рассмотрении данных, приведенных на рис. 1, а, можно заметить, что модуль Юнга  $E$  образца  $B_4$  заметно превосходит значение модуля для  $B_1$ ; амплитудно-независимый декремент  $\delta_i = \delta$  при малых амплитудах для  $B_4$  также больше, чем для  $B_1$ , а при больших амплитудах, наоборот, значение декремента  $\delta_h = \delta - \delta_i$  для  $B_4$  оказывается меньше, чем для  $B_1$ . Такое поведение модуля и декремента, с точки зрения существующих дислокационных моделей [10,11], можно объяснить следующим образом. Предварительная пластическая деформация (в данном случае равноканальным прессованием) после одного прохода за счет введения дополнительных дислокаций приводит к уменьшению модуля и увеличению затухания (как зависящего, так и не зависящего от амплитуды) для материала образца. Это и наблюдается в нашем случае. Действительно, обычное значение модуля Юнга для поликристаллического алюминия при комнатной температуре составляет величину не менее 70 ГПа [12], в то время как для образца  $B_1$   $E$  составляет всего лишь около 67 ГПа; декременты  $\delta_i$  и  $\delta_h$  для  $B_1$  имеют весьма высокие значения. Однако значительное увеличение степени пластической деформации (данные для  $B_4$  и  $B_1$  на рис. 1, а) приводит не к уменьшению, а к увеличению модуля  $E$ , не к увеличению, а к уменьшению  $\delta_h$ . Лишь  $\delta_i$  немного увеличивается, что можно связать с ростом плотности дислокаций в материале. Для модуля  $E$  и декремента  $\delta_h$  оказываются пройден-



**Рис. 4.** Диаграммы деформирования трехточечным изгибом образцов алюминия  $B_1$  и  $B_4$  в испытательной машине „Instron“; скорость перемещения опор деформирующего устройства —  $5 \mu\text{m/s}$ .

ными экстремальные (соответственно минимальное и максимальное) значения, что можно связать как с уменьшением средней длины дислокационных сегментов, на которые делят дислокационную линию закрепляющие ее дефекты, так и с наличием (это будет показано далее) более высоких внутренних напряжений в образце  $B_4$  по сравнению с  $B_1$ .

При увеличении температуры отжига (рис. 1, *b-e*) амплитудно-независимый декремент  $\delta_i$  уменьшается, а зависимый от амплитуды декремент  $\delta_h$  значительно растёт. С точки зрения существующих теорий внутреннего трения уменьшение декремента  $\delta_i$  с повышением температуры отжига может быть связано как с закреплением дислокаций дополнительными точечными дефектами, которые при более высокой температуре могут интенсивно диффундировать к дислокациям, так и с возможной аннигиляцией дислокаций (уменьшением плотности дислокаций). Рост амплитудно-зависимого поглощения  $\delta_h$  может объясняться увеличением плотности дислокаций (что противоречит структурным исследованиям [8,9] и данным для  $\delta_i$ ) и увеличением их подвижности. Подвижность может расти в связи с уменьшением числа точечных стопоров (что тоже на первый взгляд противоречит данным для  $\delta_i$ ) и/или с уменьшением силы связи стопора с дислокацией. Последнее мало вероятно, поскольку требует изменения природы стопоров, т.е. их структуры, ориентации (если стопор анизотропен) и т.д. Можно считать, что, скорее всего, под влиянием отжига происходит уменьшение и плотности дислокаций, и числа стопоров, препятствующих их движению. При определенных соотношениях это может объяснить наблюдаемые эффекты как для  $\delta_i$ , так и для  $\delta_h$ . Кроме того, в результате отжига из-за уменьшения плотности дислокаций могут значительно уменьшаться и поля внутренних напряжений (в том числе и дальнедействующие). Это может приводить к увеличению декремента  $\delta_h$ , который связан с рассеянием акустической энергии при значительных смещениях дислокаций (по сравнению со смещениями для  $\delta_i$ ) из положения равновесия под действием колебательных напряжений.

Модуль упругости, измеряемый с высокой точностью, так же как и декремент, является структурно-чувствительным параметром материала. Как отмечалось выше, с точки зрения любой теории, рассматривающей взаимодействие дислокаций с точечными дефектами [10,11], декремент, как правило, растёт, а модуль упругости падает при введении дислокаций в образец. Однако, как показывает опыт [13,14], на измеряемый модуль упругости помимо непосредственного влияния дислокационной деформации могут оказывать влияние и дальнедействующие поля внутренних напряжений (через упругие постоянные высших порядков). Очевидно, что лишь эволюцией внутренних напряжений в совокупности с уменьшением плотности дислокаций в результате отжига можно объяснить различную по характеру зависимость модуля Юнга для образцов  $B_1$  и  $B_4$  от

температуры отжига (рис. 3). Действительно, если в образце с высокими внутренними напряжениями  $B_4$  отжиг приводит к уменьшению измеряемого модуля, то в образце  $B_1$ , где внутренние напряжения не столь велики, отжиг приводит к его увеличению за счет уменьшения плотности дислокаций и как следствие к уменьшению влияния на измеряемый модуль дислокационной деформации. После отжига при 300–400°C значения  $E$  становятся весьма близкими друг к другу (модуль  $E$  для  $B_1$  получается даже больше по величине, чем для  $B_4$ ). Практически равными для  $B_1$  и  $B_4$  оказываются и декременты  $\delta_i$  и  $\delta_h$  (рис. 1, *e*), и напряжения микропластического течения  $\sigma$  (рис. 2, и 3). Таким образом, становится очевидным, что заметные различия в упругих и микропластических свойствах образцов  $B_1$  и  $B_4$  после прессования в значительной степени связаны с различным уровнем внутренних напряжений.

Различным уровнем внутренних напряжений можно объяснить и влияние деформационной предыстории (число проходов при РКУ-прессовании) на разрывную прочность (данные настоящей работы) и долговечность при ползучести (данные [8]). Согласно всем этим данным, полученным на идентичном алюминии, переход от одного к четырем проходам при РКУ-прессовании ведет к уменьшению разрывной прочности и долговечности и увеличению минимальной скорости ползучести.

Действительно, существенное (от 2 до 7 раз [6,8,9]) увеличение доли большеугловых границ после четырех проходов ведет, очевидно, к возникновению в границах и их тройных стыках высоких внутренних напряжений, которые активизируют ротационные моды деформации, способствующие образованию субмикротрещин и снижению прочностных свойств.

Полученные данные и их анализ свидетельствуют также о важной роли для ультрамелкозернистых металлов не только размера зерна, но и состояния их границ. В связи с этим отметим, что, согласно [8], переход от одного к четырем проходам при РКУ-прессовании ведет к незначительному (от 1.4 до 1  $\mu\text{m}$ ) уменьшению размера зерна в алюминии, что в принципе должно способствовать некоторому повышению механических свойств. Однако изменение состояния границ зерен, в которых аккумулируются деформационные решеточные дислокации и неравновесные вакансии, и увеличение за счет этого внутренних напряжений полностью нивелируют эффект упрочнения, который действительно наблюдается, но лишь на ранних стадиях пластической деформации (рис. 2 и 4).

Таким образом, в настоящей работе выявлена важная роль дальнедействующих внутренних напряжений не только для измеряемого модуля упругости, но и для неупругих микро- и макродеформаций.

Авторы благодарят профессора В. Скленичку (Брно, ИФМ) за предоставленные образцы микрокристаллического алюминия.

## Список литературы

- [1] М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. Изв. АН СССР. Металлы *1*, 115 (1981).
- [2] H. Gleiter. *Nanostr. Mater.* **1**, 1 (1992).
- [3] Р.З. Валиев, К.В. Александров. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М. (2000). 272 с.
- [4] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. *Prog. Mater. Sci.* **45**, 103 (2002).
- [5] В.А. Поздняков, А.М. Глезер. *ФТТ* **47**, 5, 793 (2005).
- [6] T.R. McNelley, D.L. Swisher, Z. Horita, T.G. Langdon. *Ultrafine Grained Mater. II* / Eds Y.T. Zhu et al. TMS, Warrendale, USA (2002). P. 15.
- [7] S.D. Terhune, D.L. Swisher, K. Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon, T.R. McNelley. *Metal. Mater. Trans. A* **33**, 2173 (2002).
- [8] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. *Ultrafine Grained Mater. III*. TMS, Warrendale, USA (2004). P. 647.
- [9] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. *Mater. Sci. Eng.* **387–389**, 696 (2004).
- [10] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. Наука, М. (1985). 254 с.
- [11] G. Gremaud. *Mat. Sci. Forum.* **366–368**, 178 (2001).
- [12] Single Crystal Elastic Constant and Calculated Aggregate Properties: a Handbook / Eds G. Simmons, H. Wang. The Massachusetts Inst. of Technol. (1971). 370 p.
- [13] V.M. Chernov, B.K. Kardashev, L.M. Krjukova, L.I. Mamaev, O.A. Plaksin, A.E. Rusanov, M.I. Solonin, V.A. Stepanov, S.N. Votinov, L.P. Zavialsky. *J. Nucl. Mater.* **257**, 263 (1998).
- [14] Б.К. Кардашев, О.А. Плаксин, В.А. Степанов, В.М. Чернов. *ФТТ* **46**, 8, 1409 (2004).