

## Изучение структурной неоднородности и низкотемпературных микромеханических свойств ультрамелкозернистого алюминия

Ю.З. Эстрин<sup>1,2</sup>, Л.С. Фоменко<sup>3</sup>, С.В. Лубенец<sup>3</sup>, С.Э. Шумилин<sup>3</sup>,  
В.В. Пустовалов<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*ARC Centre of Excellence for Design in Light Metals, Department of Materials Engineering, Monash University, Clayton, Victoria, Australia*

<sup>2</sup>*CSIRO Division of Materials Science and Engineering, Clayton, Victoria, Australia*

<sup>3</sup>*Фізико-технічний інститут низьких температур ім. Б.І. Веркина НАН України  
пр. Леніна, 47, г. Харків, 61103, Україна  
E-mail: fomenko@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 7 апреля 2008 г.

Определены оптимальные условия измерения микротвердости алюминия, касающиеся подготовки поверхности образцов (электрополировка) и нагрузки на индентор (не меньше 0,5 Н). Методом микроиндентирования изучена степень структурной однородности алюминия после деформации равноканальным угловым прессованием (РКУП). Обнаружено, что микротвердость экструдированной заготовки неодинакова по сечению и имеет максимальное значение в центральной части. Неоднородность уменьшается при увеличении числа проходов. Основные структурные изменения, вызывающие упрочнение, происходят в процессе первого прохода. Температурная зависимость микротвердости в интервале 77–295 К усиливается с увеличением числа проходов РКУП. Упрочнение алюминия в результате измельчения зерна при обработке РКУП хорошо описывается законом Холла–Петча, причем коэффициент Холла–Петча увеличивается с понижением температуры. Для ультрамелкозернистого алюминия микротвердость и напряжение течения при деформации  $\epsilon = 0,076$  связаны соотношением  $H_V = (3,7 - 4,2) \sigma_{0,076}$ .

Визначено оптимальні умови вимірювання микротвердості алюмінію, які стосуються підготовки поверхні зразків (електрополірування) і навантаження на індентор (не менше 0,5 Н). Методом мікроіндентування вивчено ступінь структурної однорідності алюмінію після деформації рівноканальним кутовим пресуванням (РККП). Виявлено, що микротвердість екструдованої заготовки неоднакова по перерізу і має максимальне значення в центральній частині. Неоднорідність зменшується зі збільшенням кількості проходів. Головні структурні зміни, які викликають зміцнення, відбуваються протягом першого проходу. Температурна залежність микротвердості в інтервалі 77–295 К підсилюється зі збільшенням кількості проходів РККП. Зміцнення алюмінію в результаті подрібнення зерна при обробці РККП добре описується законом Холла–Петча, причому коефіцієнт Холла–Петча зростає з пониженням температури. Для ультрадрібнозернистого алюмінію микротвердість і напруження плинності при деформації  $\epsilon = 0,076$  зв'язані співвідношенням  $H_V = (3,7 - 4,2) \sigma_{0,076}$ .

PACS: 81.40.Ef Холодная обработка, деформационное упрочнение, отжиг, последеформационный отжиг, закалка; закалка с последующим возвратом и кристаллизация;  
62.20.Qr Трение, трибология и твердость;  
68.35.Gy Механические свойства, поверхностная деформация.

Ключевые слова: ультрамелкозернистый алюминий, неоднородность структуры, микротвердость.

Большая пластическая деформация в процессе равноканального углового прессования (РКУП) вызывает радикальные изменения структуры и прежде всего зна-

чительное измельчение зерна. Равноканальное угловое прессование — один из самых простых и доступных способов получения материалов с высокими

механическими характеристиками и в объемах, достаточных для возможного практического использования [1,2].

Экспериментальные исследования показали, что распределение деформации по объему заготовки, прошедшей обработку РКУП, неоднородно [3–5]. Соответственно, распределение зерен по размерам, межзеренная разориентация, текстура и механические свойства также неоднородны. Это снижает качество конечного продукта. Для усовершенствования технологии получения высокопрочного состояния с помощью РКУП во всем объеме материала необходимы дополнительные исследования микроструктуры, ее эволюции и физических свойств объектов, сильно деформированных различными методами.

Микроиндентирование — один из эффективных методов изучения механических свойств и особенностей структуры материала ввиду его простоты, локальности испытания и высокой чувствительности к различным неоднородностям строения материала. Применение этого метода в случае меди показало, что ее структура после деформации путем РКУП отличается сильной гетерогенностью [6]. Различие значений микротвердости в соседних областях образца, отстоящих друг от друга на расстояние  $\sim 100$  мкм, достигало 40%. В настоящей работе метод микроиндентирования использован в более широком объеме. Было проведено сравнительное изучение крупнозернистых и ультрамелкозернистых образцов алюминия, исследованы зависимости микротвердости от координат индентирования (вдоль осей  $x$  и  $y$ , см. рис. 1) и температурные зависимости микротвердости. С целью оптимизации условий измерений специально изучено влияния нагрузки на индентор и состояния поверхности образцов (после электролитической или механической полировки) на значение микротвердости. Это особенно важно при исследовании мягких, структурно неоднородных и ультрамелкозернистых объектов.

### 1. Методика эксперимента

На рис. 1 показана форма бруска поликристаллического алюминия, из которого методом электроискровой резки готовили образцы для деформации растяжением. Образцы ультрамелкозернистого Al получали из заготовок, испытавших интенсивную пластическую деформацию при комнатной температуре путем 1-, 4- и 8-кратного  $90^\circ$  РКУП через фильеру квадратного сечения по маршруту  $B_c$ . Для случая одного прохода РКУП показана ориентация вырезаемых образцов относительно фильеры. Заготовки после

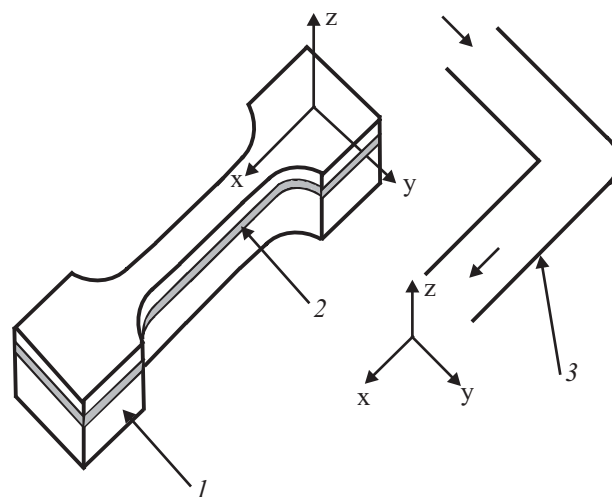


Рис. 1. Брусok алюминия 1 квадратного сечения с размерами  $30 \times 10 \times 10$  мм после фрезерования для придания образцам формы, необходимой для деформирования растяжением; образцы 2 вырезали с помощью электроискровой резки; 3 — геометрия фильеры,  $x$  — направление РКУП. Прессование осуществляли по маршруту  $B_c$  (вращение заготовки после каждого прохода на  $90^\circ$  вокруг продольной оси в одном и том же направлении).

четырёх и восьми проходов разрезы произвольно, так что системы координат образцов и фильеры (за исключением оси  $x$  как направления прессования) не связаны между собой.

Методика измерения микротвердости описана в работе [6]. В экспериментах по индентированию использовали образцы, которые предварительно деформировали растяжением при разных температурах\*. Измерения проводили на недеформированной части, т.е. в области «лопаточки». Поверхность образцов, протравленную химически перед макродеформацией, сначала шлифовали механически на стеклянной пластинке с тонким (зерно  $\sim 1$  мкм) увлажненным водой абразивным порошком. Окончательная зеркально гладкая поверхность получалась полировкой на мягкой замше с пастой ГОИ (основной компонент — двуокись хрома). Отдельные измерения проводили на образцах с электрополированной поверхностью. Образец крупнозернистого хорошо отожженного алюминия испытывали в трех состояниях: после электролитической полировки, после дополнительной механической полировки и, наконец, после повторной электролитической полировки.

Средний диаметр зерна отожженного алюминия, согласно измерениям с помощью оптического мик-

\* Детальные данные об электронно-микроскопическом и рентгенодифракционном исследовании структуры и о параметрах низкотемпературной макродеформации Al опубликованы в [7].

роскопа, составлял  $d \approx 150$  мкм. Обработка электронно-микроскопических снимков на просвет образцов алюминия после РКУП дала следующие результаты: 1 проход —  $d \approx 1,25$  мкм, 4 прохода —  $d \approx 1$  мкм и 8 проходов —  $d \approx 0,75$  мкм [7].

## 2. Результаты эксперимента и их обсуждение

### 2.1. Влияние состояния поверхности и нагрузки на индентор

На рис. 2 показаны зависимости микротвердости по Виккерсу  $H_V$  от нагрузки на индентор  $P$  для крупнозернистого и ультрамелкозернистого (после 8-кратного РКУП) образцов Al с разным состоянием поверхности. При каждой нагрузке микротвердость вычисляли по формуле

$$H_V = 1,854 \frac{P}{(2a)^2}, \quad (1)$$

где  $2a$  — длина диагонали остаточного отпечатка индентора.

Для индентора Виккерса вследствие геометрического подобия отпечатков предполагается справедливым закон подобия Кика [8,9]. Он состоит в том, что при внедрении индентора в однородный материал распределение напряжений вокруг индентора (и отпечатка) изменяется с глубиной внедрения, оставаясь подобным самому себе [10]. Исходя из этого можно ожидать, что значение твердости  $H_V$  не должно зависеть от нагрузки. Однако множество данных, полученных на разных материалах (см., например, [8,9]), свидетельствуют о нарушении закона подобия, в основном (но не только) при малых нагрузках (малых глубинах внедрения).

Рисунок 2 может служить иллюстрацией типичных отклонений: 1)  $H_V$  растет с уменьшением нагрузки  $P$  (крупнозернистый алюминий и ультрамелкозернистый алюминий с электролитически полированной поверхностью, рис. 2,а), 2)  $H_V$  изменяется немонотонно, проходя через максимум (ультрамелкозернистый алюминий с механически полированной поверхностью, рис. 2,а), или 3)  $H_V$  уменьшается с уменьшением  $P$  (рис. 2,б).

Зависимость твердости от нагрузки может быть вызвана инструментальными ошибками — неправильной формой индентора, вибрацией наконечника, инерцией нагружения, тарировкой прибора, неточностью оптического измерения малых диагоналей отпечатка, упругим восстановлением отпечатка после разгрузки и т. д. — или свойствами испытуемого материала [8,9]. Часто бывает трудно разделить эти эффекты. Тогда, по-видимому, при анализе результатов измерений лучше не использовать область малых нагрузок (или область малых глубин внедрения ин-

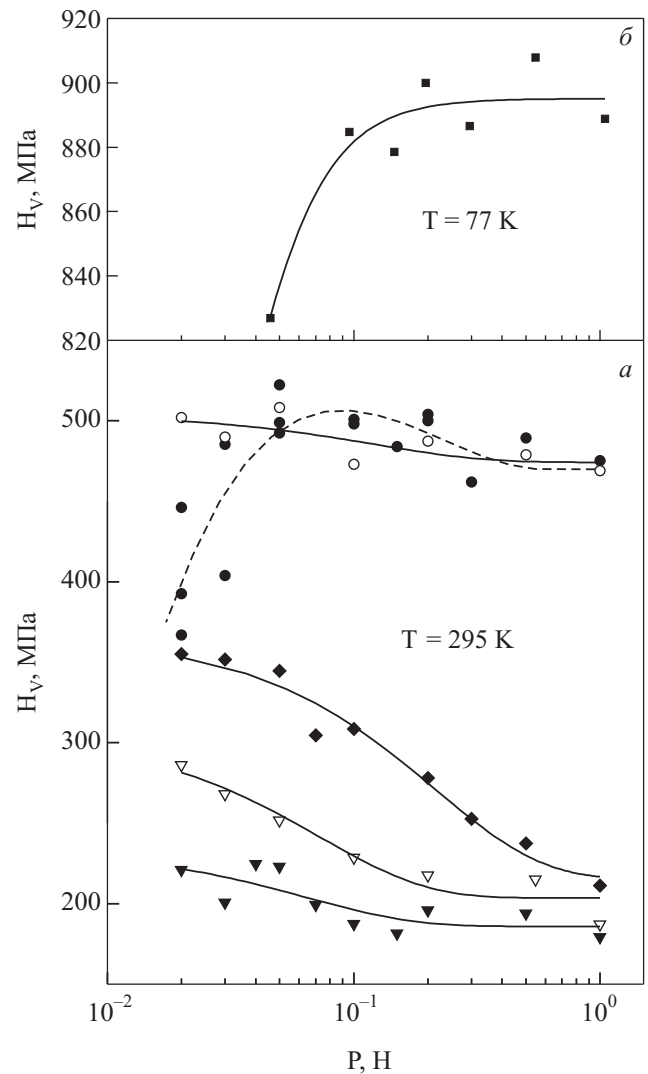


Рис. 2. Зависимости микротвердости от нагрузки на индентор образцов алюминия с разной подготовкой поверхности. а — Крупнозернистый Al: электрополировка ( $\nabla$ ), механическая полировка ( $\blacklozenge$ ), повторная электрополировка после механической полировки ( $\nabla$ ); ультрамелкозернистый Al: электрополировка ( $\circ$ ), механическая полировка ( $\bullet$ ). б — Ультрамелкозернистый Al, механическая полировка.

дентора в экспериментах с непрерывным нагружением) и оставить ее для специальных исследований [11]. Упругое восстановление отпечатка в пластичных материалах пренебрежимо мало [9,12] и практически не влияет на определение твердости. При больших нагрузках, как правило, выполняется следующая из формулы (1) параболическая зависимость  $P \sim H_V(2a)^2$  с постоянным значением твердости  $H_V$  как характеристики материала.

На рис. 3 показана зависимость  $P((2a)^2)$  для одного из образцов Al с ультрамелкозернистой структурой после 8-кратного РКУП. Прямая линия отсекает на оси нагрузок величину  $P_0 \approx 0,004$  Н (на вставке видно

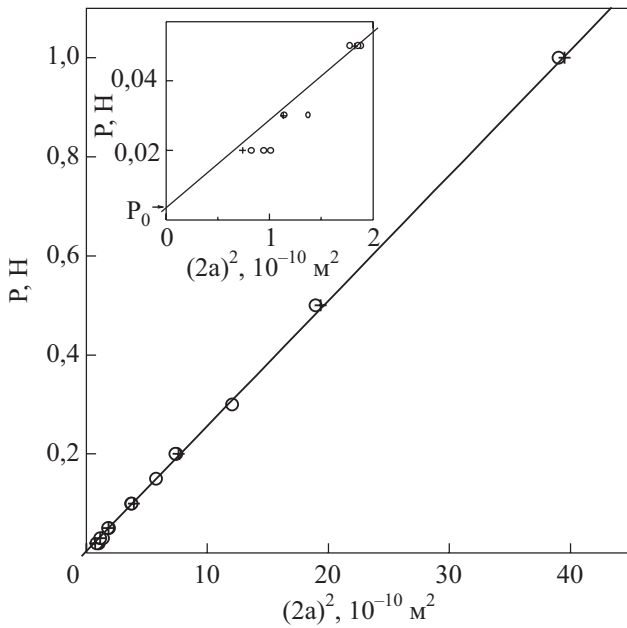


Рис. 3. Зависимости нагрузки  $P$  от  $(2a)^2$  ( $2a$  — длина диагонали отпечатка) для образца Al, прошедшего 8-кратное РКУП: механическая полировка (○), электрополировка (+) (измерения при  $T = 295$  К).

типичное отклонение от общей прямой точек, отвечающих малым нагрузкам для механически полированных образцов), а ее наклон дает значение твердости  $H_V \approx 470$  МПа, что близко к величине  $H_V = 480$  МПа, вычисленной по формуле (1) при нагрузке 0,5 Н. Отметим, что при  $P \geq 0,5$  Н твердость для данного и других образцов алюминия с ростом нагрузки изменялась незначительно. Построение таких графиков в широком интервале нагрузок — один из простых приемов устранения инструментальных ошибок в определении твердости. Величина  $P_0$  может рассматриваться как пороговая нагрузка образования остаточного отпечатка [8,10,13], хотя и она, очевидно, содержит в себе незначительные измерения.

Увеличение твердости при уменьшении нагрузки может быть обусловлено реальными физическими причинами, а именно изменением структурного состояния материала под индентором в процессе деформационного упрочнения [14,15] или различием механических свойств на поверхности и в объеме (градиентом механических свойств) [8,16].

Очевидно, рис. 2 демонстрирует именно влияние состояния поверхности на измеряемую твердость при малых нагрузках. Интересно отметить следующие особенности. Механическая полировка крупнозернистого Al вызывает заметное упрочнение поверхностного слоя, что особенно ощутимо в измерениях при малых нагрузках. Относительное увеличение твердости  $\Delta H_V / H_V$  изменяется от 20% при нагрузке 1 Н до 70% при нагрузке 0,05 Н (здесь  $H_V$  — твердость

электрополированного образца при  $P = 1$  или 0,05 Н соответственно). Глубина нарушенного слоя превышает 15 мкм, как показывает оценка по диаметру отпечатка при  $P = 1$  Н. Последующее частичное удаление упрочненного слоя непродолжительной электрополировкой привело лишь к некоторому уменьшению твердости во всей области нагрузок. Согласно данным, приведенным в [8], для мягких отожженных металлов, в частности для алюминия, при подготовке поверхности механической полировкой может формироваться значительный дефектный слой глубиной от 30 до 150 мкм. Это неоднородный слой, в котором плотность дефектов уменьшается при удалении от поверхности.

Механическая полировка ультрамелкозернистого алюминия не повлияла на величину твердости, измеряемую при нагрузках  $P > 0,1$  Н. Но при малых нагрузках значение  $H_V$  уменьшилось и почти сравнялось с твердостью крупнозернистого механически полированного образца. Очевидно, это разупрочнение обусловлено частичной рекристаллизацией, которая могла иметь место при подготовке поверхности. Последующее увеличение  $H_V$  с ростом нагрузки до 0,2 Н связано с возрастающим вкладом исходного упрочненного материала в пластическую деформацию под индентором по мере его углубления.

Градиент механических свойств, сформированный в результате обработки поверхности образца, может существенно повлиять на его пластические и прочностные характеристики в целом, поскольку при этом нарушается однородность структуры и образуется композит «упрочненный (разупрочненный) слой и объем исходного образца». Упрочненный слой приводит к существенному увеличению несущей способности образца. По предположению [17], причина заключается в том, что жесткая поверхность играет не только прямую, но и косвенную роль: прочный поверхностный барьер стимулирует в прилегающей области материала множественное скольжение, усиливающее процессы деформационного упрочнения. Эксперименты по одноосному сжатию монокристаллов NaCl со шлифованной поверхностью [18] подтвердили это предположение. Влияние поверхностного слоя со структурой, отличной от структуры объема, на деформационное поведение образца зависит от толщины слоя, оно более существенно для мягкого материала и мало заметно для жесткого.

Таким образом, макро- и микромеханические исследования алюминия, особенно в отожженном состоянии, предпочтительнее проводить на образцах с электрополированной или химически протравленной поверхностью. В работе [7] образцы перед испытанием на растяжение обрабатывали химическим травлением. Большинство измерений микротвердости Al



после РКУП проведено на образцах с механически полированной поверхностью при оптимальной нагрузке на индентор 0,5 Н, поскольку в этой области нагрузок для всех образцов  $H_V(P) \approx \text{const}$  и не обнаружено заметного влияния состояния поверхности на микротвердость.

### 2.2. Зависимость микротвердости от координаты индентирования

Для выяснения степени однородности структуры, которая формируется при обработке РКУП, на трех образцах, приготовленных из заготовок, испытанных 1, 4 и 8 проходов, при комнатной температуре была изучена зависимость микротвердости от координаты индентирования в плоскости  $xu$  вдоль оси  $x$  и в перпендикулярном направлении  $y$  (рис. 1).

Для всех образцов микротвердость вдоль оси  $x$  не зависела от места индентирования. Некоторое уменьшение  $H_V$  наблюдалось в рабочей части образца. По-видимому, его можно рассматривать как результат частичной рекристаллизации в процессе и после испытания на растяжение. Разброс значений микротвердости в образце на расстояниях  $\sim 100$  мкм как мера степени однородности структуры существенно меньше, чем в случае меди [6], и уменьшается с увеличением числа проходов:  $\sim 17\%$  после одного,  $\sim 10\%$  после четырех и  $\sim 4\%$  после восьми проходов. Среднее значение микротвердости почти не зависит от числа проходов и составляет 480–500 МПа по сравнению со 180 МПа для крупнозернистого алюминия. Очевидно, что основные структурные изменения, вызывающие упрочнение, происходят в процессе первого прохода.

На рис. 4 показано изменение микротвердости в направлении  $y$ , перпендикулярном направлению прессования. Характер зависимости  $H_V(y)$  для всех образцов качественно одинаков — минимальные значения твердости по краям и максимальные в центре. Особенно большое различие наблюдается для однопроходного образца. Глубина разупрочненного слоя, где твердость меньше по сравнению с твердостью центральной части на 20% и более (на поверхности до 40%), составляет 1,5–2 мм. После восьми проходов периферия и середина по твердости практически не отличаются.

Такая крупномасштабная неоднородность микромеханических свойств или структуры материала после обработки РКУП обусловлена неоднородностью деформации в процессе прессования [3]. Следует отметить, что асимметричность профиля микротвердости, предсказанная авторами [3], уменьшается с увеличением числа проходов. В работе [19] на заготовках Al цилиндрической формы, подвергнутых одному проходу РКУП, было обнаружено различие микротвердости по поперечному сечению до 10%. Большее упрочне-

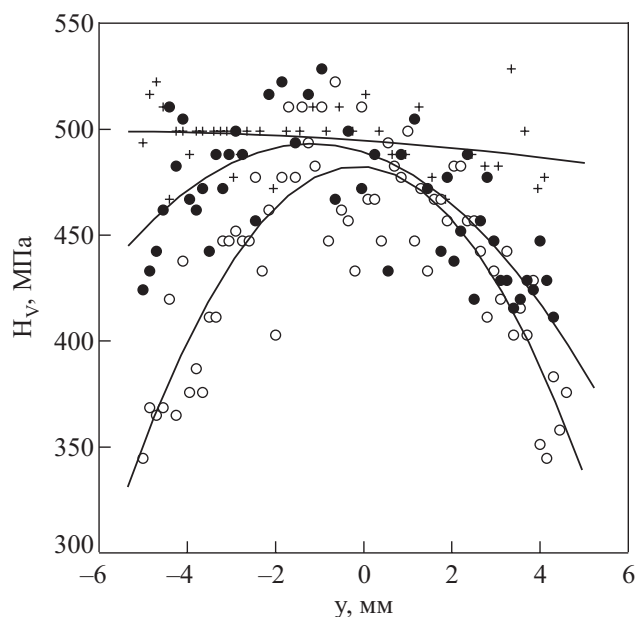


Рис. 4. Зависимости микротвердости от координаты индентирования в направлении  $y$ , перпендикулярном продольной оси образца (заготовки) (см. рис. 1). Число проходов РКУП: 1 (○), 4 (●), 8 (+).

ние произошло на стороне, испытавшей деформацию «сжатие–растяжение–сжатие», т.е. прилегающей к внешнему изгибу фильеры. Следует иметь в виду, что в макромеханических испытаниях образцов, приготовленных из разных частей заготовки, это должно проявиться в естественном разбросе данных измерений, который может быть значительным. Конечно, с увеличением числа проходов разброс будет уменьшаться.

### 2.3. Температурная зависимость микротвердости

Микротвердость алюминия в интервале 77–300 К как в отожженном состоянии с размером зерна  $\sim 150$  мкм, так и ультрамелкозернистого, прошедшего обработку РКУП, сильно (почти линейно) зависит от температуры (рис. 5). Для крупнозернистого Al наблюдалось увеличение  $H_V$  при температуре 77 К по сравнению с комнатной температурой в  $\sim 1,7$  раза, а для ультрамелкозернистого — в 1,5 раза после одного прохода и в  $\sim 1,8$  раза после восьми проходов РКУП. Это свидетельствует о термоактивационном характере пластической деформации при микроиндентировании. Усиление зависимости  $H_V(T)$  с увеличением числа проходов РКУП показывает, что при такой обработке происходит не только измельчение зерна, что проявляется в значительном упрочнении материала, но и образование дефектов, которые скользящие дислокации перерезают с помощью тепловых флуктуаций. Такими дефектами, по-видимому, являются внутривершинные дислокации леса, вакансионные диски и/или слабые малоугловые границы блоков.

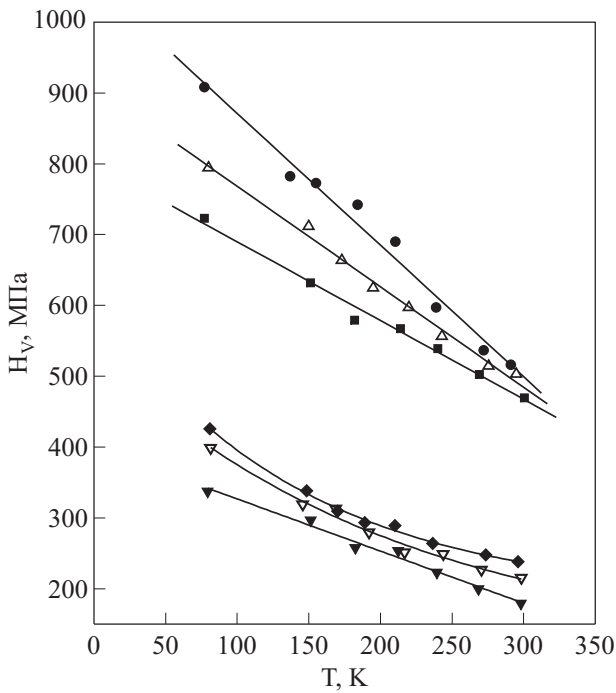


Рис. 5. Температурные зависимости микротвердости крупнозернистого и ультрамелкозернистого алюминия. Крупнозернистый: электрополировка (▼), механическая полировка (◆), электрополировка после механической полировки (▽); ультрамелкозернистый, число проходов: 1 (■), 4 (△), 8 (●).

Механическая полировка поверхности крупнокристаллического образца несколько изменила характер температурной зависимости микротвердости, сохранив общую тенденцию роста  $H_V$  с понижением температуры. Нелинейность  $H_V(T)$  может быть обусловлена градиентом структурной неоднородности механически полированного образца. При постоянной нагрузке глубина проникновения индентора с уменьшением температуры постепенно убывает и, соответственно, возрастает вклад упрочненного слоя в формирование остаточного отпечатка.

2.4. Зависимость микротвердости от размера зерна

Упрочнение (увеличение предела текучести, напряжения течения или твердости) поликристаллических металлов и сплавов при уменьшении среднего размера зерна  $d$  достаточно хорошо описывается эмпирическим соотношением Холла-Петча:

$$H_V = H_V^0 + k_H d^{-1/2}, \tag{2}$$

где  $H_V^0$  и  $k_H$  — параметры, определяемые свойствами материала. Они могут зависеть от условий эксперимента, в частности от температуры, поскольку распространение скольжения через границы зерен происходит, очевидно, не без участия термоактивационных процессов [20,21]. На рис. 6 в соответствии с этим со-

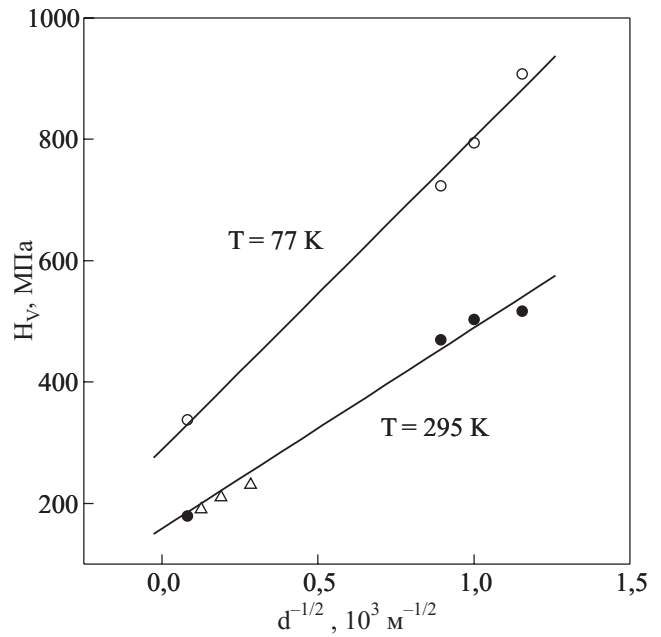


Рис. 6. Зависимости микротвердости алюминия от среднего диаметра зерна:  $T = 295$  (●),  $77$  (○) К, (△) — данные [22] при 295 К.

отношением показаны зависимости  $H_V(d)$  для алюминия при температурах 295 и 77 К и данные работы [22] (в этой работе размер зерна варьировался путем прокатки и последующего отжига; для простоты из множества экспериментальных точек показаны средняя и две крайние). Подгоночные прямые отвечают приведенным в табл. 1 значениям параметров.

Таблица 1. Параметры графиков Холла-Петча для микротвердости и предела текучести

$T, K$	$H_V^0, MPa$	$k_H, MPa \cdot m^{1/2}$	$k_\sigma, MPa \cdot m^{1/2}$		
295	144	0,34	0,091 [7]	0,11 [24]	0,074 [25]
77	288	0,51	0,153 [7]		0,068 [25]

Примечание:  $H_V^0$  — первый член уравнения (2),  $k_H$  — коэффициент Холла-Петча в уравнении (2),  $k_\sigma$  — коэффициент Холла-Петча в аналогичном уравнении для предела текучести.

Отдельно взятые данные [22], полученные на крупнозернистых образцах Al с диаметром зерна в интервале от ~ 12 до ~ 60 мкм, дают коэффициент  $k_H \approx 0,24 MPa \cdot m^{1/2}$ , что примерно в 1,4 раза меньше приведенного в табл. 1. Коэффициент Холла-Петча при температуре жидкого азота в 1,5 раза больше, чем при комнатной температуре.

Согласно [23], между микро- и макромеханическими свойствами должна существовать корреляция. Микротвердость и напряжение течения металла при деформации  $\epsilon = 0,076$  связаны соотношением

$$H_V = 3\sigma_{0,076}. \quad (3)$$

Подобное соотношение справедливо и для коэффициентов Холла–Петча. В случае меди [6] соотношение (3) выполнялось только для субмикроструктурного состояния (средний размер зерна  $\sim 1$  мкм). Для крупнозернистого алюминия в работе [22] получен коэффициент пропорциональности 4. Из наших измерений следует, что этот коэффициент принимает значения в пределах от 3,7 до 4,2 для всех ультрамелкозернистых образцов, испытанных при температурах 77 и 295 К. Кривые деформации на растяжение приведены в работе [7].

Данные табл. 1 показывают, что отношение  $k_H/k_\sigma$  находится в пределах от 3,3 до 3,7 [7,24], но может превышать эти значения: сравнение с [25] дает величины 4,6 и 7,5 для комнатной и азотной температур соответственно.

### Выводы

1. Проанализировано влияние нагрузки на индентор и состояния поверхности образцов алюминия на величину микротвердости, измеряемой по остаточному отпечатку, определены оптимальные условия измерения микротвердости: электрополированная поверхность (особенно для отожженных образцов), нагрузка на индентор  $P \geq 0,5$  Н.

2. Методом микроиндентирования изучена степень структурной однородности алюминия после обработки РКУП вдоль направления прессования и в перпендикулярном направлении. Показано, что основные структурные изменения, вызывающие упрочнение, происходят в процессе первого прохода. Последующие проходы выравнивают механические свойства по сечению заготовки, почти не изменяя уровня упрочнения в центральной части.

3. Температурная зависимость микротвердости алюминия усиливается с увеличением числа проходов РКУП. Она обусловлена термоактивационным взаимодействием дислокаций со структурными дефектами в зоне пластической деформации под индентором.

4. Данные по зависимости микротвердости от размера зерна согласуются с соотношением Холла–Петча, в котором коэффициент  $k_H$  увеличивается при понижении температуры.

5. Для ультрамелкозернистого алюминия микротвердость и напряжение течения при деформации  $\varepsilon \approx 0,076$  и температурах 77 и 295 К связаны соотношением  $H_V = (3,7 - 4,2)\sigma_{0,076}$ , а коэффициенты Холла–Петча  $k_H = (3,3 - 3,7)k_\sigma$ .

Авторы выражают благодарность Н.В. Исаеву за полезные дискуссии, а Р.И. Хельмигу, Т. Ламарку и З. Зуберовой также и за помощь в экспериментах по РКУП.

1. V.M. Segal, *Mater. Sci. Engrn.* **A386**, 269 (2004).
2. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *JOM* **58**, 33 (2006).
3. S.C. Baik, Y. Estrin, H.S. Kim, and R.J. Hellmig, *Mater. Sci. Engrn.* **A351**, 86 (2003).
4. Li Saiyi, I.J. Beyerlein, C.T. Necker, D.J. Alexander, and M. Bourke, *Acta Mater.* **52**, 4859 (2004).
5. Wei Wei, A.V. Nagasekhar, Guang Chen, Yip Tick-Hon, and Kun Xia Wei, *Scripta Mater.* **54**, 1865 (2006).
6. Y. Estrin, N.V. Isaev, S.V. Lubenets, S.V. Malykhin, A.T. Pugachev, V.V. Pustovalov, E.N. Reshetnyak, V.S. Fomenko, L.S. Fomenko, S.E. Shumilin, M. Janecek, and R.J. Hellmig, *Acta Mater.* **54**, 5581 (2006).
7. Ю.З. Эстрин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, И.С. Брауде, С.В. Мальных, М.В. Решетняк, М. Янечек, *ФНТ* **34**, 842 (2008).
8. Б.В. Мотт, *Испытание на твердость микровдавливанием*, Металлургиздат, Москва (1960).
9. Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац, *Физика микроиндентирования*, Штиинца, Кишинев (1986).
10. G. Berg and P. Grau, *Cryst. Res. Technol.* **28**, 647 (1993).
11. H.-J. Weiss, *Phys. Status Solidi (a)* **99**, 491 (1987).
12. Б.А. Галанов, О.Н. Григорьев, Ю.В. Мильман, И.П. Рагозин, *Проблемы прочности* № 11, 93 (1983).
13. G. Hays and E.G. Kendall, *Metallography* **6**, 275 (1973).
14. М.Х. Шоршоров, В.П. Алехин, С.И. Бульчев, *ФММ* **43**, 374 (1977).
15. P. Feltham and R. Banerjee, *J. Mater. Sci.* **27**, 1626 (1992).
16. F. Fröhlich, P. Grau, and W. Grellmann, *Phys. Status Solidi* **A42**, 79 (1977).
17. A.S. Argon, in: *Surface Effects in Crystal Plasticity. Ser. E: Applied Science*, No. 17, J.T. Fourie (ed.), Noordhoff-Leyden (1977).
18. С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, *ФТТ* **32**, 3144 (1990).
19. Fuqian Yang, Lingling Peng, and Kenji Okazaki, *J. Mater. Res.* **19**, 1243 (2004).
20. G.D. Hughes, S.D. Smith, C.S. Pande, H.R. Johnson, and R.W. Armstrong, *Scripta Metall.* **20**, 95 (1986).
21. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
22. A.S. Taha and F.H. Hammad, *Phys. Status Solidi* **A119**, 455 (1990).
23. D. Tabor, *J. Inst. Metals* **1**, 79 (1951).
24. N. Tsuji, Y. Ito, and Y. Minamino, *Scripta Mater.* **47**, 893 (2002).
25. C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Acta Mater.* **53**, 4019 (2005).

### Investigation of structural inhomogeneity and low-temperature micromechanical properties of ultrafinegrained aluminum

Yu.Z. Estrin, L.S. Fomenko, S.V. Lubenets, S.E. Shumilin, and V.V. Pustovalov

Conditions of sample surface preparation (electropolishing) and the indentation load (no less than 0.5 N) were determined for optimal measurement

of aluminium microhardness. The degree of structural uniformity of aluminum after the deformation by equal-channel angular pressing (ECAP) has been studied. It is found that the microhardness of the extruded billet is not the same in its cross-section and has a maximum value in the central part. The inhomogeneity decreases with increasing a number of passes. The main structural changes resulting in hardening occur during the first pass. The temperature dependence of microhardness in the range from 77 to 295 K becomes stronger with increasing a number of ECAP passes. The hardening of aluminum due to grain refinement via ECAP follows the Hall–Petch relation, the Hall–Petch factor

increasing with decrease in temperature. The relation between microhardness and flow stress at strain  $\varepsilon = 0,076$  is described by  $H_V = (3,7 - 4,2) \sigma_{0,076}$ .

PACS: 81.40.Ef Cold working, work hardening; annealing, post-deformation annealing, quenching, tempering recovery, and crystallization;  
62.20.Qp Friction, tribology, and hardness;  
68.35.Gy Mechanical properties; surface strains.

Keywords: ultrafinegrained aluminum, structural inhomogeneity, microhardness.