Физика низких температур, 1996, т. 22, № 1, с. 99–103 УДК 539.389.1

Низкотемпературный предел текучести сплавов алюминий — литий

Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко, С. Э. Шумилин

Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины, Украина, 310164, г. Харьков, пр. Ленина, 47
E-mail: pustovalov@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 5 июля 1995 г., после переработки 9 августа 1995 г.

Изучена зависимость предела текучести бинарных сплавов Al—Li от температуры деформации в интервале 0,5–295 K. Показано, что в процессе старения сплава она становится очень слабой. Полученная температурная зависимость рассматривается как результат суперпозиции механизмов взаимодействия дислокаций с атомами примеси и когерентными, упорядоченными δ'-преципитатами.

Вивчено залежність границі плинності бінарних сплавів Al—Li від температури деформації в інтервалі 0,5–295 K. Показано, що в процесі старіння сплава вона стає дуже слабкою. Одержана температурна залежність розглянута як результат суперпозиції механізмів взаємодії дислокацій з атомами домішки та когерентними, упорядкованими δ'-преципітатами.

1. Введение

В настоящее время установлено, что прочность бинарных Al—Li сплавов обусловлена выделениями мелкодисперсной когерентной упорядоченной фазы δ' (Al_3Li) со структурой $L1_2$. Механизмы взаимодействия дислокаций с такими выделениями интенсивно исследовались при деформации моно- [1–3] и поликристаллов [4–6], преимущественно в области комнатных и повышенных температур. Было показано, что приращение предела текучести сплава связано с перерезанием упорядоченных δ'-преципитатов парными дислокациями винтового типа. При этом ведущая дислокация в паре формирует антифазную границу (АФГ), а ведомая дислокация восстанавливает в частице первоначальный порядок. На фоне сильного упрочнения за счет упорядочения другие известные механизмы взаимодействия между дислокациями и выделениями вызывают слабое увеличение предела текучести сплава. Напряжение трения в твердом растворе также считалось незначительным при комнатных температурах. Однако проведенные недавно исследования показали, что в области низких температур роль этой компоненты напряжения существенно возрастает из-за термически активированного движения дислокаций через систему примесных барьеров [7].

Влияние твердорастворного упрочнения на предел текучести двухфазных сплавов Al—Li в интервале температур 0,5–295 K учитывается в настоящей работе при анализе температурной зависимости компоненты преципитатного упрочнения.

2. Методика эксперимента

Исследовались бинарные сплавы Al—Li с исходным содержанием лития 7,0 и 10,4 ат.%. Поликристаллические образцы для растяжения приготавливались так, как описано в [7]. Размеры рабочей части образца составляли 15×3×1 мм при среднем диаметре зерна 0,3 мм. После механической полировки образцы подвергались гомогенизирующему отжигу в атмосфере аргона при температуре 813 K в течение 4 ч, закалке в воду и старению при температуре 473 K. Содержание примеси и режим старения сплавов выбирались таким образом, чтобы, согласно диаграмме состояния [8] и данным о кинетике распада [9–14], получить образцы с различной объемной долей δ'-преципитатов, перерезаемых подвижными дислокациями.

Образцы деформировали растяжением на специальной установке, описанной в [15], со скоростью $\dot{\varepsilon} = 10^{-5}\,\mathrm{c}^{-1}$ с в интервале температур $T =$ = 0,5–295 K. Для термостатирования образца использовались жидкий азот, жидкий ^{4}He и ^{3}He. За условный предел текучести σ_0 принимали напряжение в конце участка пропорциональности на диаграмме растяжения, что позволяло снизить погрешность, обусловленную деформационным упрочнением. Необходимая для расчетов величина критического сдвигового напряжения τ_0 оценивалась как $1/3\sigma_0$.

© Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко, С. Э. Шумилин, 1996

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

Температурные зависимости условного предела текучести σ_0, полученные для образцов Al—Li, деформированных после закалки и старения, представлены на рис. 1 и 2. В закаленных образцах Al—7,0 и 10,4 ат.% Li ниже некоторой характерной температуры T_0 (140 и 170 K соответственно) σ_0 резко возрастает. Ниже 40–50 K величина σ_0 вдвое больше, чем при комнатной температуре. В интервале 0,5–50 K зависимость $\sigma_0(T)$ слабая. После кратковременного старения участки с различным наклоном $\partial\sigma_0/\partial T$ еще сохраняются. Однако после 7–8 ч старения они исчезают, и слабая зависимость $\sigma_0(T)$ наблюдается во всем интервале температур. Форма зависимости $\sigma_0(T)$ изменяется таким образом, что приращение предела текучести в процессе старения оказывается несколько бо́льшим при повышенных температурах. Для иллюстрации этого на рис. 3 приведены зависимости σ_0 от времени старения t_a для двух температур деформации сплава Al—10,4 ат.% Li. Видно, что величина σ_0 быстро достигает максимума и при дальнейшем старении изменяется слабо. Рост $\sigma_0(t_a)$ характерен для случая, когда объемная доля преципитатов увеличивается до насыщения, а их радиус еще не превышает критический оровановский радиус (25–30 нм) [9–14]. Заметим, что приведенные на рис. 1–3 значения σ_0 несколько ниже, чем полученные в [1–6] для аналогичных режимов термообработки. Возможно, это обусловлено крупнозернистой структурой и низкой скоростью растяжения образца в данной работе, а также различием в способах нагружения (например, из-за $S-D$-эффекта, роль которого может возрастать при низких температурах [16]).

При обсуждении полученных результатов будем считать, что в случае перерезания подвижными

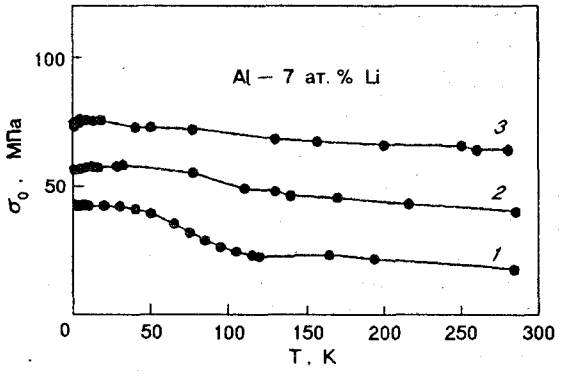

Рис. 1. Температурная зависимость предела текучести сплава Al—7 ат.% Li: после закалки (*1*); после старения 1,5 ч при 473 K (*2*); после старения 7 ч при 473 K (*3*).

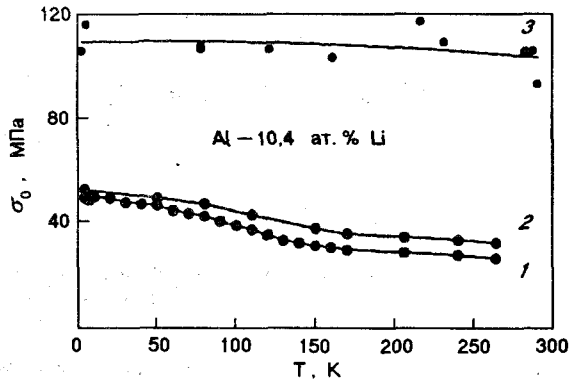

Рис. 2. Температурная зависимость предела текучести сплава Al—10,4 ат.% Li: после закалки (*1*); после старения 0,25 ч при 473 K (*2*); после старения 8 ч при 473 K (*3*).

дислокациями когерентных, упорядоченных выделений δ'-фазы в Al—Li сплавах полное критическое напряжение сдвига (КНС) τ_0 складывается из напряжения, обусловленного взаимодействием дислокаций с такими выделениями, τ_p, и напряжения трения в матрице твердого раствора τ_m. Представим его в виде суммы

$$\tau_0(T) = \tau_m(T) + \tau_p(T) \ , \qquad (1)$$

так что $\tau_0(T)$ определяется не только зависимостью $\tau_m(T)$. Выражение (1), по-видимому, справедливо, так как атомы лития являются слабыми препятствиями для дислокаций по сравнению с преципитатами. Тем не менее, поскольку строгая оценка параметров препятствий в работе не проводилась, ниже будет проиллюстрирована возможность квадратичного закона сложения компонент напряжения (см. рис. 4).

Для оценки τ_m в (1) можно использовать экспериментальное значение τ_0 закаленного образца с неравновесным содержанием примеси, если эта величина определяется только барьерами в атомнодисперсной фазе, а их концентрация близка к кон-

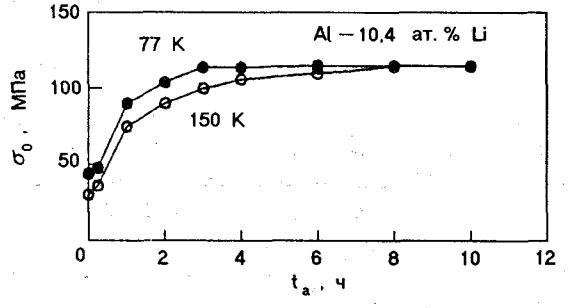

Рис. 3. Зависимость предела текучести сплава Al—10,4 ат.% Li от времени старения при 473 K для двух температур деформации: 77 и 150 K.

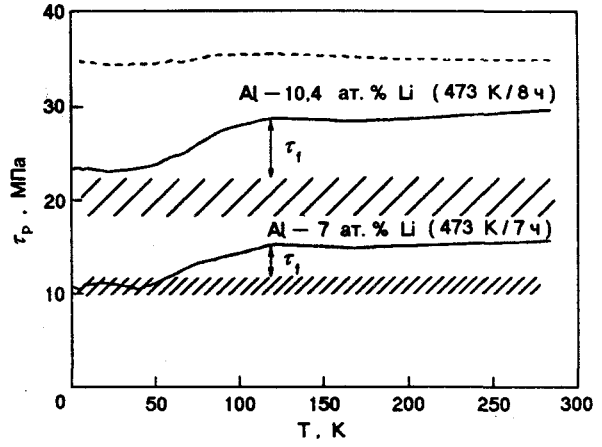

Рис. 4. Температурная зависимость компоненты напряжения τ_p (сплошные линии), определенная из выражения $\tau_0 = \tau_m + \tau_p$, где τ_m — КНС закаленного сплава Al—7 ат.% Li. В скобках указаны температура и время старения. Заштрихованы области значений τ_γ, определяемых выражением (2). Для сравнения пунктиром показана зависимость $\tau_p(T) = (\tau_0^2 - \tau_m^2)^{1/2}$.

центрации примесных атомов в матрице двухфазного сплава. В [7,17,18] было показано, что для сплавов Al—Li это не всегда справедливо. Доля δ'-выделений, образовавшихся при закалке образца с 7,0 ат.% Li, незначительна, и выделения существенно не влияют на КНС. Рост τ_0 при $T < T_0$ обусловлен в этом сплаве термически активированным движением дислокаций через примесные барьеры, а характерная температура T_0 = 140 K соответствует случаю, когда указанные барьеры образованы атомами лития или их кластерами. На кривой $\tau_0(T)$ сильно пересыщенного сплава Al—10,4 ат.% Li при $T < T_0$ также выделяется участок, характерный для термически активированной пластической деформации. Однако полученные при термоактивационном анализе в [17] параметры этого процесса (например, высокое значение характерной температуры T_0 = 170 K) не исключают существенного влияния δ'-преципитатов на величину КНС закаленного образца.

С учетом изложенного выше напряжение τ_p, обусловленное взаимодействием дислокаций с когерентными упорядоченными выделениями δ'-фазы в состаренном сплаве Al—10,4 ат.% Li можно оценить из выражения (1), используя в качестве $\tau_m(T)$ критическое напряжение сдвига закаленного сплава Al—7,0 ат.% Li. Такая оценка не противоречит данным о равновесном содержании Li в матрице, которое, согласно [19], составляет 6,6 ат.% при 473 K. Для оценки $\tau_p(T)$ состаренного сплава Al—7,0 ат.% Li будем использовать эту же зависимость $\tau_m(T)$, учитывая слабое пересыщение при 473 K. Полученные таким образом температурные зависимости составляющей $\tau_p(T)$, связанной с δ'-преципитатами, представлены на рис. 4. Теория упрочнения за счет атомного упорядочения [20] предсказывает, что когерентные преципитаты упрочняют матрицу на величину

$$\tau_\gamma = \frac{\gamma}{2b}\left[Z(\gamma f r/E)^{1/2} - f\right], \qquad (2)$$

где γ — энергия АФГ в плоскости скольжения (111); r и f — радиус и объемная доля частиц; E — сила линейного натяжения дислокации; b — длина вектора Бюргерса; Z — константа порядка 1. Выражение (2) справедливо для частиц радиусом $r < 4E/\gamma\pi$, при перерезании которых первая дислокация выгибается, а вторая остается локально прямолинейной.

Исследования кинетики распада показывают, что после старения при 473 K в течение 5–10 ч Al—Li сплавов с исходным содержанием Li 7,0 и 10,4 ат.% объемная доля δ'-частиц достигает равновесного значения f = 0,03–0,06 и 0,15–0,20, а их средний радиус r = 10–15 нм и 15–20 нм соответственно [1,2,9–15]. Сила линейного натяжения винтовых дислокаций, доминирующих в этом сплаве, не превышает $(2-2{,}5)\cdot 10^{-9}$ Н [21]. В значительно бóльших пределах изменяется величина энергии АФГ. Оценки, учитывающие корреляцию γ с расстоянием между дислокациями в паре или температурой перехода порядок—беспорядок [4,20], приводят к значениям γ = 130–190 мДж/м^2. Однако в [21] указано на возможную погрешность таких оценок, а для вычисления γ использована связь энергии АФГ с минимальным диаметром огибаемой частицы. Полученное значение $\gamma = (57 \pm 15)$ мДж/м^2 согласуется с данными в [22], где на основе строгого термодинамического расчета показано, что значение γ не превышает 72 мДж/м^2.

При приведенных значениях r, f и γ предсказываемые выражением (2) значения τ_γ лежат внутри заштрихованной полосы на рис. 4. В интервале температур $T < 50$ K рассчитанные из (1) на основании экспериментальных данных значения τ_p удовлетворительно согласуются с величиной τ_γ, рассчитанной из (2) для обоих изученных сплавов. Выше 50 K величина τ_p превышает величину τ_γ, а выражение (2) не предсказывает температурную зависимость напряжения. В отличие от линейного квадратичный закон сложения приводит к слабой зависимости $\tau_p(T)$, однако полученные данные не согласуются с рассчитанными из (2) и в дальнейшем не обсуждаются.

Естественно предположить, что различие между τ_p и τ_γ обусловлено дополнительным механизмом взаимодействия дислокаций с преципитатами, который носит термически активированный характер и объясняет наклон $\partial\tau_p/\partial T > 0$. Одним из таких механизмов может быть блокировка Керра—Вильсдорфа в упорядоченной структуре, связанная с поперечным скольжением винтового сегмента парной дислокации в плоскость (100), где энергия АФГ минимальна [23,24]. Такой сегмент рассматривается как дополнительный центр пиннинга для скольжения в плоскости (111). Чем выше температура деформации, тем выше вероятность поперечного скольжения и выше τ_f — напряжение трения внутри перерезаемой частицы. Роль этого механизма в упрочнении Al—Li-сплавов впервые проанализирована в [1], где наблюдали положительную температурную зависимость КНС. В результате расчета эффективного расстояния между частицами, их среднего радиуса в плоскости скольжения и доли дислокационных сегментов внутри частиц было показано, что соответствующее напряжение трения сопоставимо с напряжением, описываемым выражением (2). Как видно из рис. 4, напряжение трения τ_f составляет 10–15 МПа и возрастает с ростом объемной доли преципитатов (см. данные для двух сплавов на рис. 4) и температурой деформации, что качественно соответствует обсуждаемому механизму.

Таким образом, в предположении (1), полное КНС состаренного сплава можно представить следующим выражением:

$$\tau_0(T) = \tau_m(T) + \tau_\gamma + \tau_f(T) \ . \qquad (3)$$

Здесь напряжение, связанное с взаимодействием между дислокациями и упорядоченными преципитатами определяется атермичной компонентой τ_γ в соответствии с механизмом (2) и напряжением трения Керра—Вильсдорфа τ_f. В области низких температур положительная зависимость $\tau_f(T)$ компенсируется отрицательной зависимостью $\tau_m(T)$, что в сумме приводит к слабой зависимости от температуры деформации полного критического напряжения сдвига τ_0 состаренного сплава.

4. Выводы

1. В интервале температур 0,5–295 K предел текучести Al—Li сплавов, состаренных при 473 K, слабо зависит от температуры деформации.

2. С учетом роста напряжения трения в твердом растворе при понижении температуры слабая зависимость $\sigma_0(T)$ свидетельствует о том, что в линейном приближении компонента напряжения, обусловленная взаимодействием дислокаций с δ'-преципитатами, также зависит от температуры деформации.

3. Положительная температурная зависимость этой компоненты напряжения не объясняется только механизмом упрочнения за счет АФГ. Такую зависимость можно связать с дополнительным напряжением, вызванным трением в упорядоченном преципитате по механизму Керра—Вильсдорфа.

Авторы выражают благодарность В. Д. Нацику за ценные замечания и обсуждение работы, а также С. В. Лубенцу и В. В. Демирскому за полезные дискуссии.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Международного научного фонда и Правительства Украины (грант U2P20), а также Государственного комитета Украины по вопросам науки и технологий (проект 2.3/574 «Бион»).

1. Y. Miura, A. Matsui, M. Furukawa, and M. Nemoto, in: *Proc. 3rd Int. Conf. Al–Li Alloys*, London (1986), p. 427.
2. H.-J. Gudladt, J. Lendvai, and J. Schneider, *Acta Metall.* **37**, 3327 (1989).
3. Y. Miura, K. Yusu, M. Furukawa, and M. Nemoto, *J. Phys. (Paris)* **48**, C3-549 (1987).
4. O. Jensrud, in: *Proc. 3rd Int. Conf. Al–Li Alloys*, London (1986), p. 411.
5. T. H. Sanders, Jr. and E. A. Starke, Jr., *Acta Metall.* **30**, 927 (1982).
6. M. Furukawa, Y. Miura, and M. Nemoto, *Trans. Jpn. Inst. Met.* **26**, 414 (1985).
7. В. С. Фоменко, Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, *ФНТ* **4**, 429 (1993).
8. A. G. Khachaturyan, T. F. Lindsey, and J. W. Morris, Jr., *Metall. Trans.* **19A**, 249 (1988).
9. K. Trinckauf, J. Pesicka, C. Schesier, and E. Nembach, *Phys. Status Solidi* **A131**, 345 (1992).
10. G. Schmitz and P. Haasen, *Acta. Metall. Mater.* **40**, 2209 (1992).
11. V. Gerold, H.-J. Gudladt, and J. Lendvai, *Phys. Status Solidi* **A131**, 509 (1992).
12. C. K. L. Davies, S. Poolay-Mootien, and R. N. Stevens, *J. Mater. Sci.* **27**, 6159 (1992).
13. К. В. Чуистов, *Металлофизика* **14(3)**, 17 (1992).
14. J. Lendvai and H.-J. Gudladt, *Z. Metallkd* **B84**, 242 (1993).
15. Б. И. Веркин, В. В. Пустовалов, *Низкотемпературные исследования пластичности и прочности*, Энергоиздат, Москва (1982).
16. Р. И. Гарбер, *Металлофизика и новые технологии* **16**, 55 (1994).
17. Н. В. Исаев, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **20**, 832 (1994).
18. Н. В. Исаев, В. С. Фоменко, *ФНТ* **20**, 260 (1994).
19. Y. Miura, S. Nishitani, M. Furukawa, and M. Nemoto, in: *Proc. 8th Inter. Conf. Strength of Metals and Alloys*, Tampere (Finland), Pergamon Press, Oxford (1988), p. 955.
20. J. C. Juang and A. J. Ardell, *Mater. Sci. Engng.* **A104**, 149 (1988).
21. J. Glazer and J. W. Morris, Jr., *Philos. Mag.* **A56**, 507 (1987).
22. A. G. Khachaturyan and J. W. Morris, Jr., *Philos. Mag.* **A56**, 517 (1987).
23. B. H. Kear, *Acta Metall.* **12**, 555 (1964).
24. S. Takeuchi and E. Kuramoto, *Acta Metall.* **21**, 415 (1973).

Low-temperature yield stress of Al—Li alloys

N. V. Isaev, V. V. Pustovalov,
V. S. Fomenko, and S. E. Shumilin

The dependence of yield stress of Al—Li binary alloys on deformation temperature is studied at temperatures ranged between 0.5 and 295 K. The dependence is shown to become very weak during the ageing of the alloys. It may be assumed that the temperature dependence is resulted from the superposition of interaction mechanisms of dislocations with impurity atoms and coherent ordered δ'-precipitates.