

Низкотемпературные микромеханические свойства отожженного и гидроэкструдированного сплава Al–3,8 ат.% Li

А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, П.А. Забродин

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: lubenets@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 11 июля 2013 г.

Методом микроиндентирования изучено структурное состояние исходных крупнозернистых (КЗ) и экструдированных ультрамелкозернистых (УМЗ) заготовок твердого раствора замещения Al–3,8 ат. % Li, а также образцов этого сплава, деформированных растяжением до разрушения при температурах 4,2, 77, 295 и 350 К, исследована зависимость микротвердости КЗ и УМЗ образцов от температуры в интервале 77–295 К. Измерения выявили анизотропию микромеханических свойств УМЗ образцов, которая является следствием текстуры, сформированной в процессе экструзии. Показано, что в образцах, деформированных растяжением до разрушения, наблюдается корреляция между значением микротвердости как меры локального деформационного упрочнения и величиной локального пластического сдвига. В случае УМЗ образцов, деформированных при температурах 295 и 350 К, эта корреляция нарушается — микротвердость не зависит от степени пластического сдвига. Температурные зависимости микротвердости КЗ и УМЗ образцов проанализированы в рамках представлений о термоактивированном движении дислокаций через сетку локальных препятствий. Наиболее вероятными потенциальными барьерами для движения дислокаций в изученном сплаве являются атомы примеси, их небольшие комплексы и дислокации леса. Интенсивная пластическая деформация в процессе гидроэкструзии качественно не повлияла на энергетические параметры спектра препятствий.

Методом мікроіндентування вивчено структурний стан вихідних крупнозернистих (КЗ) та екструдованих ультрадрібнозернистих (УДЗ) заготовок твердого розчину заміщення Al–3,8 ат.% Li, а також зразків цього сплаву, які деформовано розтягненням до руйнування при температурах 4,2, 77, 295 та 350 К, досліджено залежність мікротвердості КЗ і УДЗ зразків від температури в інтервалі 77–295 К. Вимірювання виявили анізотропію микромеханічних властивостей УДЗ зразків, яка є наслідком текстури, що сформувалась в процесі екструзії. Показано, що у зразках, які деформовано розтягненням до руйнування, спостерігається кореляція між значенням мікротвердості як міри локального деформаційного зміцнення та величиною локального пластичного зсуву. У випадку УДЗ зразків, які деформовано при температурах 295 та 350 К, ця кореляція порушується — мікротвердість не залежить від ступеня пластичного зсуву. Температурні залежності мікротвердості КЗ і УДЗ зразків проаналізовано в межах уявлень про термоактивований рух дислокацій через сітку локальних перешкод. Найбільш вірогідними потенціальними бар'єрами для руху дислокацій у вивченому сплаві є атоми домішки, їх невеликі комплекси та дислокації лісу. Інтенсивна пластична деформація у процесі гідроекструзії якісно не вплинула на енергетичні параметри спектра перешкод.

PACS: 81.40.Ef Холодная обработка, деформационное упрочнение, отжиг, последеформационный отжиг; закалка с последующим возвратом и кристаллизация;

62.20.Qr Трение, трибология и твердость;

68.35.Gy Механические свойства, поверхностная деформация.

Ключевые слова: угловая гидроэкструзия, крупнозернистый и ультрамелкозернистый сплав Al–3,8 ат.% Li, размерный эффект при индентировании, локальное деформационное упрочнение, низкотемпературная микротвердость.

1. Введение

Сплавы Al–Li вызывают повышенный интерес физиков и металлургов благодаря оптимальным прочностным характеристикам и низкой плотности, что делает их особенно привлекательными для авиационной и космической техники [1]. Прочностные свойства сплавов Al–Li могут быть существенно улучшены путем измельчения зерна до микронных размеров методами интенсивной пластической деформации [2–6]. Однако при высокой удельной прочности (большом отношении предела прочности к плотности) данные сплавы в микрокристаллическом состоянии обладают низкой пластичностью, т.е. низким значением предельной деформации до разрушения [7,8]. Как правило, низкий ресурс пластичности таких материалов объясняют уменьшением способности к накоплению дислокаций, вызванной изменением баланса процессов их образования и аннигиляции [9,10].

Экспериментальные исследования особенностей пластической деформации ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава Al–3,8 ат.% Li при растяжении с постоянной скоростью в интервале температур 4,2–300 К [7] выявили низкую пластичность этого сплава при температурах выше температуры жидкого азота, которая выражалась в малых значениях равномерной деформации до начала ее локализации в виде шейки. В результате разрушение образца происходило при величине общей деформации порядка нескольких процентов, в то время как локальная деформация в шейке достигала 100%. Было высказано предположение [7], что низкая пластичность УМЗ сплава и сильная локализация деформации обусловлена низкой скоростью деформационного упрочнения вследствие усиления динамического возврата в микроструктурах.

Выяснению природы низкой пластичности УМЗ сплава могут способствовать исследования структуры деформированных образцов. Одним из эффективных методов исследования локальной структуры материалов является метод микроиндентирования, который позволяет измерять микротвердость в малых объемах образца и тем самым характеризовать дефектную структуру этого объема. Естественно предположить, что накопление в образце в процессе деформации дефектов кристаллической решетки, в частности дислокаций, приведет к росту микротвердости. Закон роста микротвердости с увеличением плотности дислокаций, очевидно, не должен существенно отличаться от закона увеличения деформирующего напряжения в процессе деформации, который согласно соотношению Гейлора имеет вид: $\sigma(\varepsilon) \propto \rho^{1/2}$; соответственно, $H_V \propto \rho^{1/2}$, где ρ — полная плотность дислокаций в объеме образца под индентором.

В настоящей работе изучено влияние уменьшения размера зерна до микронных размеров на микротвердость сплава Al–3,8 ат.% Li и исследована однородность структуры крупнозернистых (КЗ) и УМЗ загото-

вок. Метод микроиндентирования был применен для исследования изменений дефектной структуры КЗ и УМЗ образцов после деформации растяжением с постоянной скоростью до разрушения при температурах в интервале 4,2–350 К. Локальное упрочнение в деформированных образцах, которое можно оценить по значениям микротвердости, сопоставлено с локальной пластической деформацией. В работе получены и проанализированы температурные зависимости микротвердости КЗ и УМЗ образцов сплава.

2. Методика эксперимента

Объектами исследования были поликристаллы твердого раствора замещения Al–Li с равновесной концентрацией лития 3,8 ат.%. В качестве исходного КЗ материала (средний размер зерна $d \approx 1$ мм) использовали образцы, полученные прокаткой с последующим отжигом при 823 К и закалкой в ледяную воду. УМЗ структурное состояние получали из литой заготовки цилиндрической формы методом прямой гидроэкструзии (средний размер зерна $d \approx 4$ мкм), а также методом комбинированной прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии УГЭ (средний размер зерна $d \approx 1$ –2 мкм), схемы которых подробно описаны в [11–13]. Экструдированные заготовки имели диаметр 12 мм. Методика приготовления образцов и их деформирования растяжением при температурах 4,2–350 К приведена в работах [7,8].

Микротвердость по Виккерсу исходных КЗ и УМЗ заготовок, а также деформированных образцов измеряли при комнатной температуре с помощью стандартного твердомера ПМТ-3 при нагрузках на индентор $P = 0,01$ –2,2 Н и времени выдержки под нагрузкой $t = 10$ с. Температурные зависимости микротвердости получали в интервале 77–300 К на специальном низкотемпературном твердомере [14] со свободно подвешенным индентором при нагрузке на индентор $P = 2$ Н (см. раздел 3.1) и $t = 10$ с.

Перед измерением микротвердости поверхность образцов шлифовали механически на наждачной бумаге с разным размером зерна, окончательную зеркально гладкую поверхность получали полировкой на мягкой замше с пастой ГОИ. Микротвердость по Виккерсу вычисляли по формуле

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

где $2a$ — длина диагонали остаточного отпечатка индентора. Каждая точка на графиках $H_V(P)$ и $H_V(T)$ соответствует среднему значению микротвердости, вычисленному по 10 отпечаткам индентора. На графиках зависимости микротвердости от координаты вдоль оси деформированных образцов $H_V(x)$ каждая точка соответствует одному отпечатку.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

3.1. Сопротивление индентированию поверхностного слоя образцов. Истинная (классическая) твердость

Механическая обработка образцов перед измерениями микротвердости, как известно, влияет на дефектную структуру поверхностного слоя. Характер, степень изменений и глубину искаженного слоя можно определить, измеряя зависимость микротвердости от величины нагрузки на индентор (глубины внедрения индентора). В работе такие измерения, как первый этап исследования, были проведены для всех изученных КЗ и УМЗ образцов. Они важны также для определения величины нагрузки на индентор, начиная с которой измеряемая микротвердость характеризует свойство объема образца, а не поверхностного слоя.

На рис. 1 приведены результаты измерений $H_V(P)$ для восьми образцов с разным размером зерна. Несмотря на естественное различие в твердости, обусловленное особенностями КЗ и УМЗ структур, качественно зависимости $H_V(P)$ для изученных образцов подобны: при уменьшении нагрузки на индентор микротвердость увеличивается (для УМЗ образцов слабо), а затем, начиная с некоторого значения P (для УМЗ образцов $P \leq 0,15$ Н, для КЗ образцов $P \leq 0,05$ Н), уменьшается.

Причиной такой зависимости микротвердости от нагрузки являются, очевидно, структурные изменения в поверхностном слое в результате механической шлифовки и полировки. Глубина этого слоя, по нашим оценкам, составляет 2,5–3 мкм (см. рис. 2). Аналогичную картину мы наблюдали ранее при изучении УМЗ образцов чистого алюминия. Поверхностный слой КЗ образцов алюминия в результате механической обработки упрочнялся [15]. Многократная электрополировка поверхности как КЗ, так и УМЗ образцов алюминия

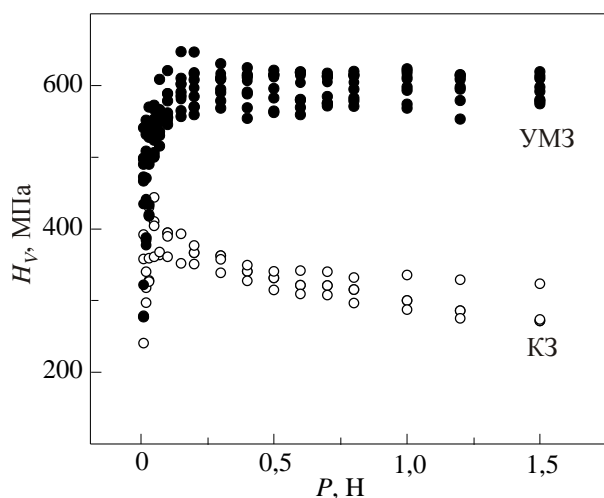


Рис. 1. Зависимости микротвердости от нагрузки для КЗ (○) и УМЗ (●) образцов сплава Al–3,8 ат.% Li.

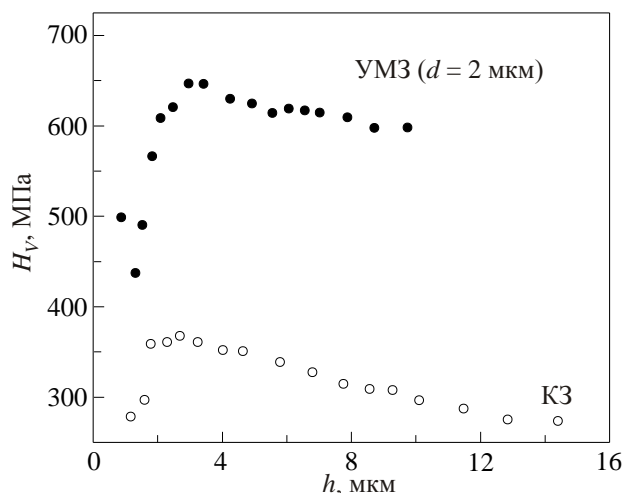


Рис. 2. Зависимость микротвердости от глубины внедрения индентора.

ослабляла влияние нагрузки на микротвердость, сведя его к минимальному при удалении поверхностного слоя на глубину до 15 мкм. Такая большая глубина искаженного механической шлифовкой и полировкой поверхностного слоя характерна для мягких материалов [16], для более прочного сплава Al–Li эта глубина, как видим, существенно меньше.

Постоянное значение H_V , называемое истинной твердостью, наблюдалось для УМЗ образцов при $P \geq 0,3$ Н, в то время как для КЗ образцов зависимость $H_V(P)$ становилась достаточно слабой лишь при $P \geq 1$ Н. При этом величина истинной твердости составила примерно $H_V \approx 615$ МПа для УМЗ образцов и $H_V \approx 300$ МПа для КЗ образцов. Обработка сплава в режиме прямой гидроэкструзии ГЭ, а также комбинированной ГЭ+УГЭ, привела к увеличению микротвердости материала при комнатной температуре более чем в 2 раза.

Полученные зависимости $H_V(P)$ позволяют считать обоснованным выбор нагрузки на индентор $P \geq 1$ Н для дальнейших измерений микротвердости, включая измерения температурной зависимости $H_V(T)$ КЗ и УМЗ образцов.

Отметим, что градиентное изменение физических свойств поверхностного слоя различными методами химической и/или физической обработки, такими как дробеструйная обработка, поверхностная закалка, цементация, науглероживание, цианирование, индукционная закалка, пламенная поверхностная закалка, ионная имплантация, облучение электронами, нейтронами, дейтронами, широко используется в технологии для модификации механических и трибологических свойств металлов и керамик без изменения их объемных свойств. Вариации пластических свойств поверхностного слоя могут быть обусловлены также градиентами температуры, концентрации легирующих элементов или атомов и молекул окружающей среды, плотности дислокаций,

распределения зерен по размерам и др. Градиент микромеханических свойств в образцах Al–Li, описанный выше, сформирован в процессе шлифовки и полировки и связан, очевидно, исключительно с перераспределением дислокаций и зерен по размерам в поверхностном слое.

Микро- и наноиндентирование являются основными методами изучения механических свойств поверхности. Однако интерпретация экспериментов по индентированию не всегда простая задача [17–21]. В случае градиента механических свойств по глубине на размерный эффект при индентировании (indentation size effect ISE), который в случае однородного материала можно объяснить в рамках модели геометрически необходимых дислокаций [22–24], накладывается размерный эффект, связанный с исходным градиентом состава или структуры исследуемого образца. После того, как вершина индентора достигла основного однородного материала, наблюдаемый размерный эффект можно связать главным образом с геометрически необходимыми дислокациями, плотность которых зависит от глубины внедрения индентора [24].

В модели [24] в предположении, что в сопротивление деформации вносят вклад статистически запасенные дислокации ρ_s и геометрически необходимые дислокации ρ_G , получена следующая зависимость твердости H от глубины внедрения индентора h :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}, \quad (2)$$

где H_0 — твердость в отсутствие геометрически необходимых дислокаций (истинная или классическая твердость [25]), плотность которых $\rho_G \propto (1/h)$, $h^* \propto (1/\rho_s)$ — длина, которая характеризует зависимость твердости от глубины.

На рис. 2 показаны зависимости микротвердости от глубины внедрения индентора для двух образцов сплава Al–Li с КЗ и УМЗ структурами. Данные измерений $H_V(h)$, за исключением области малых глубин (малых нагрузок на индентор), представлены отдельно на рис. 3 в координатах $H_V^2 - (1/h)$ в соответствии с (2). Видно, что экспериментальные точки вполне соответствуют зависимости (2). Линейная аппроксимация дает значения параметров H_0 и h^* , соответственно, 230 МПа и 6,6 мкм для КЗ образца и 570 МПа и 0,79 мкм для УМЗ образца. Величины H_0 близки к вышеприведенным значениям истинной твердости, определенной качественно по данным рис. 1, а меньшее значение h^* для более твердого УМЗ образца свидетельствует о слабой зависимости твердости от глубины, как и следовало ожидать [24].

Таким образом, в целом, зависимости микротвердости от нагрузки на индентор (глубины внедрения индентора) изученных образцов Al–Li, как исходных крупнозернистых, так и экструдированных, обусловлены су-

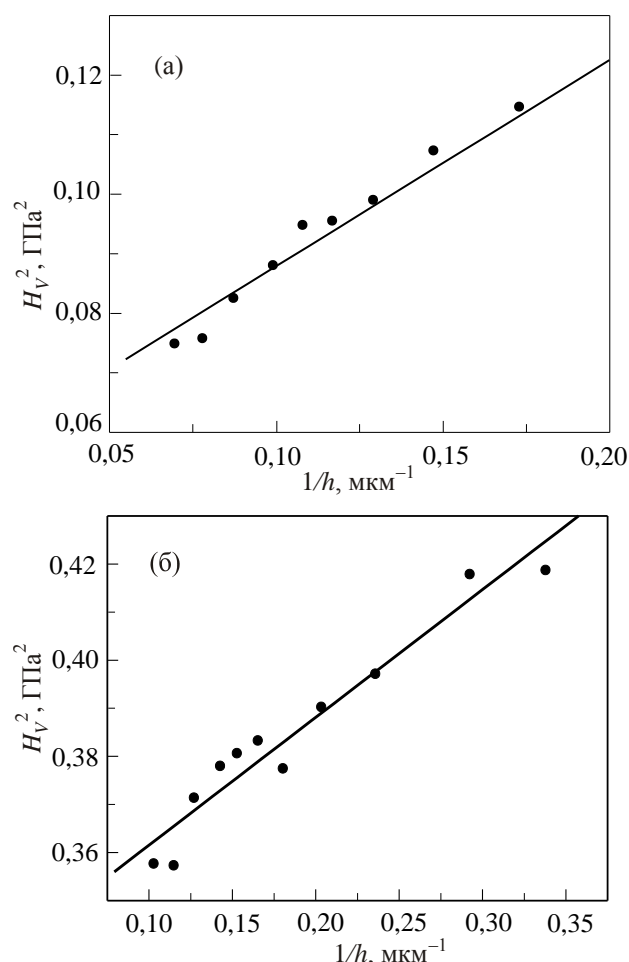


Рис. 3. Графики $H_V^2(1/h)$ для глубин внедрения индентора $h > 3\text{--}5$ мкм (см. рис. 2); образец КЗ (а), образец УМЗ (б).

перпозицией двух эффектов: в поверхностном слое — градиентом микромеханических свойств (структурный размерный эффект) и образованием геометрически необходимых дислокаций, а в объеме однородного материала, не испытывавшего влияния шлифовки и полировки, образованием геометрически необходимых дислокаций.

3.2. Исследование однородности структуры экструдированных заготовок сплава

С целью тестирования однородности структуры экструдированных заготовок были изучены зависимости микротвердости от координаты индентирования на двух гранях образца, вырезанного из заготовки со средним диаметром зерна $d \approx 2$ мкм (схема образца на рис. 4(а)). Индентирование проводили в двух взаимно перпендикулярных направлениях на плоскости (xy), содержащей ось экструзии y , и на торцевой плоскости (xz), перпендикулярной оси экструзии. Полученные результаты представлены на рис. 4(б). Видно, что в центральной части образца значения микротвердости несколько выше, чем на периферии, т.е. в приповерхностном слое; различие достигает 25%. Глубина слоя,

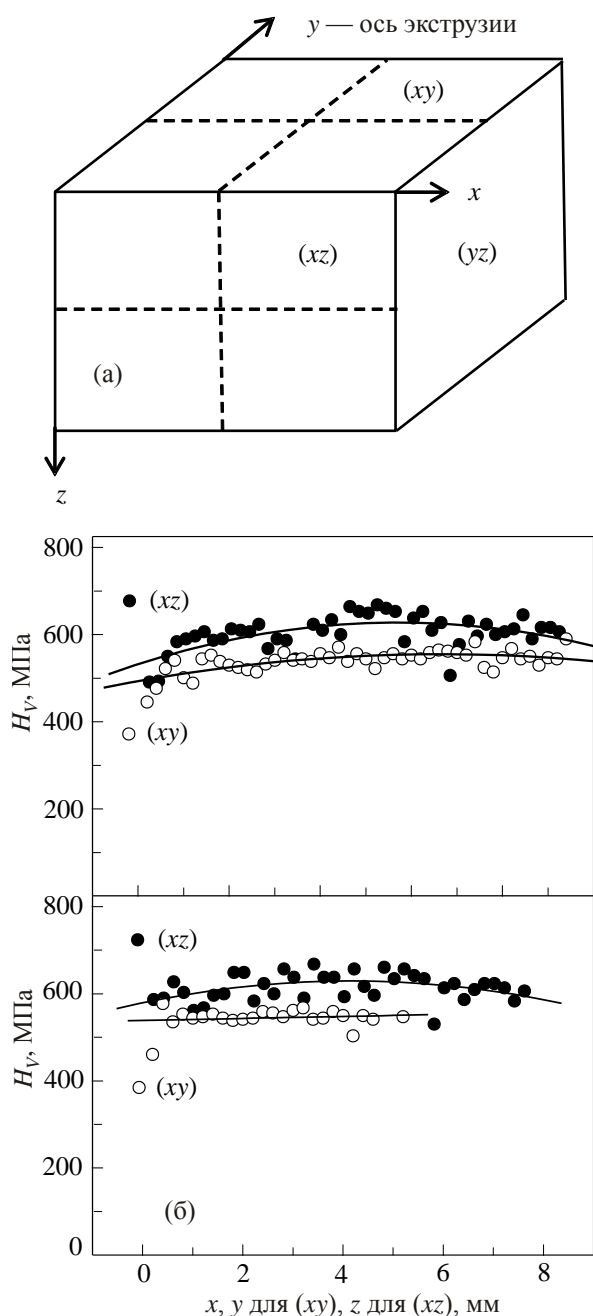


Рис. 4. Схематическое изображение образца для измерения структурной однородности экструдированной заготовки. Микротвердость измеряли вдоль штриховых линий (а). Зависимость микротвердости от координаты индентирования УМЗ образца сплава Al–3,8 ат.% Li; диаметр зерна $d \approx 2$ мкм. $P = 1$ Н (б).

где микротвердость заметно меньше, чем в центральной части, составляет примерно 1–2 мм. Отметим, что, как видно на верхней части рис. 4(б), микротвердость поверхности xy , параллельной оси экструзии y , меньше микротвердости торцевой поверхности xz . Анизотропия механических свойств УМЗ образца, очевидно, является следствием текстуры, сформированной в процессе экструзии.

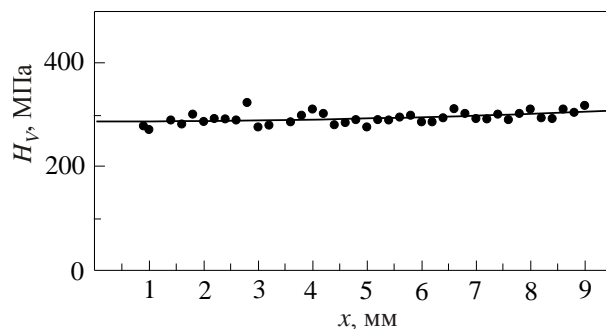


Рис. 5. Зависимость микротвердости от координаты индентирования КЗ образца сплава Al–3,8 ат.% Li, $P = 1$ Н.

Для исходного КЗ образца систематической зависимости микротвердости от координаты индентирования в плоскости прокатки, как и следовало ожидать, не наблюдалось (рис. 5); отклонения значений микротвердости относительно среднего значения не превышали 5%.

3.3. Микротвердость деформированных КЗ образцов сплава

Как показали недавние исследования [7], пластическое течение образцов Al–Li при растяжении с постоянной скоростью сопровождается значительным деформационным упрочнением, причем коэффициент упрочнения растет с понижением температуры эксперимента. Упрочнение материала при его деформировании происходит в результате накопления в объеме образца дефектов решетки, главным образом дислокаций, что должно проявиться в увеличении микротвердости.

Воспользуемся возможностью метода микроиндентирования, а именно, локальностью испытания, для изучения картины деформационного упрочнения КЗ образцов, растянутых до разрыва при разных температурах [7], и для оценки степени локального упрочнения. На рис. 6 показаны результаты измерения зависимости микротвердости от координаты индентирования, полученные на образцах, деформированных при температурах 295 К (рис. 6(а)) и 4,2 К (рис. 6(б)). Видно, что деформирование привело к увеличению микротвердости, которое в отдельных участках рабочей части образца достигало 40–80 % от начального значения.

Обратим внимание на то, что зависимости $H_V(x)$ для КЗ образцов имеют немонотонный (волнообразный) характер с двумя-тремя максимумами при измерении на каждой из двух частей разрушенного образца. Поскольку расстояние между максимумами равно примерно 5–6 мм, что почти на порядок больше размера зерна, то колебания значений H_V не могут быть связаны с анизотропией второго рода, обусловленной зависимостью микротвердости от ориентации плоскости индентирования. Анизотропия второго рода в ГЦК кристаллах проявляется слабее, чем в металлах более

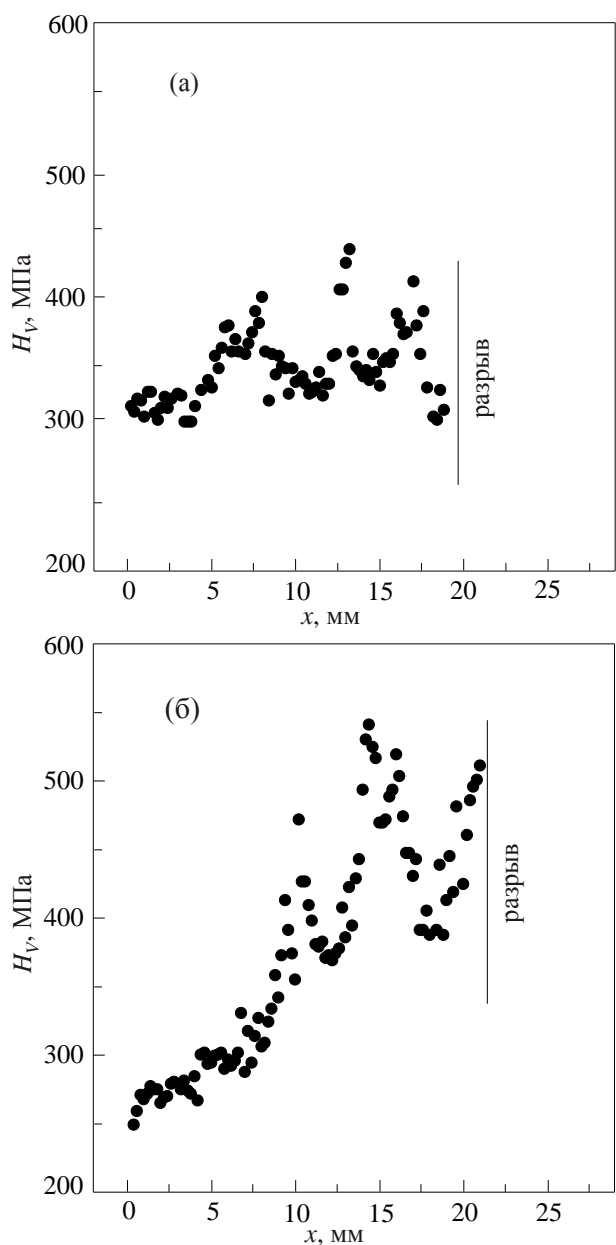


Рис. 6. Зависимость микротвердости от координаты индентирования КЗ образцов сплава Al-3,8 ат.% Li, деформированных до разрыва при T , К: 295 (а), 4,2 К (б), $P = 1$ Н.

низкой симметрии [26,27]. По-видимому, по этой причине в недеформированном КЗ образце никаких особенностей на зависимости микротвердости от координаты индентирования не обнаружено (см. рис. 5).

В работе [8] было установлено однозначное соответствие между локальными значениями микротвердости и величины деформации вдоль оси деформированного образца; распределение деформации $\varepsilon(x)$ [8] имеет такой же волнообразный характер, как и зависимость $H_V(x)$: большее значение локальной микротвердости, как мера степени деформационного упрочнения, отвечает большей величине локальной деформации.

Таким образом, измерения микротвердости дают важную информацию о механической (структурной) неоднородности деформированных образцов, прямо связанной с локальной деформацией.

3.4. Микротвердость деформированных УМЗ образцов сплава. Связь микротвердости с локальной деформацией

Как отмечалось выше, в работе [8] была установлена корреляция между приращением микротвердости и величиной локальной деформации в УМЗ образцах, деформированных растяжением при температурах 4,2 и 77 К. На рис. 7 приведены зависимости изменения микротвердости ΔH_V от координаты индентирования для УМЗ образцов сплава с диаметром зерна $d \approx 2$ мкм в результате деформации при повышенных температурах 295 и 350 К. ΔH_V — это разность между значением микротвердости, измеренной на рабочей части деформированного образца, и средним значением микротвердости на лопатке. На рис. 7 видно, что для образцов, деформированных в области повышенных температур, корреля-

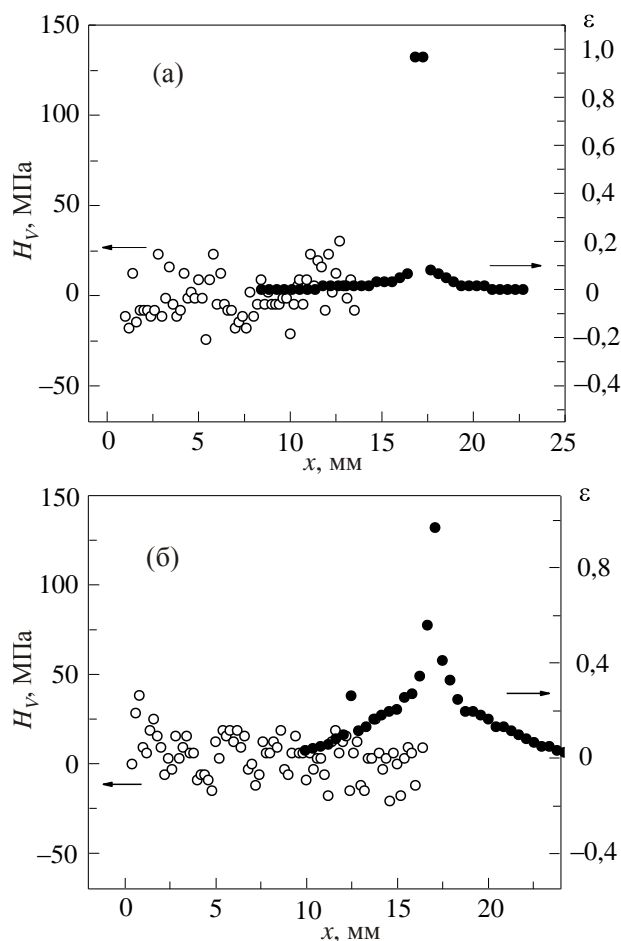


Рис. 7. Зависимости деформации ε и приращения микротвердости от координаты индентирования УМЗ образца сплава Al-3,8 ат.% Li (диаметр зерна $d \approx 2$ мкм), деформированного до разрыва при T , К: 295 (а), 350 (б), $P = 1$ Н.

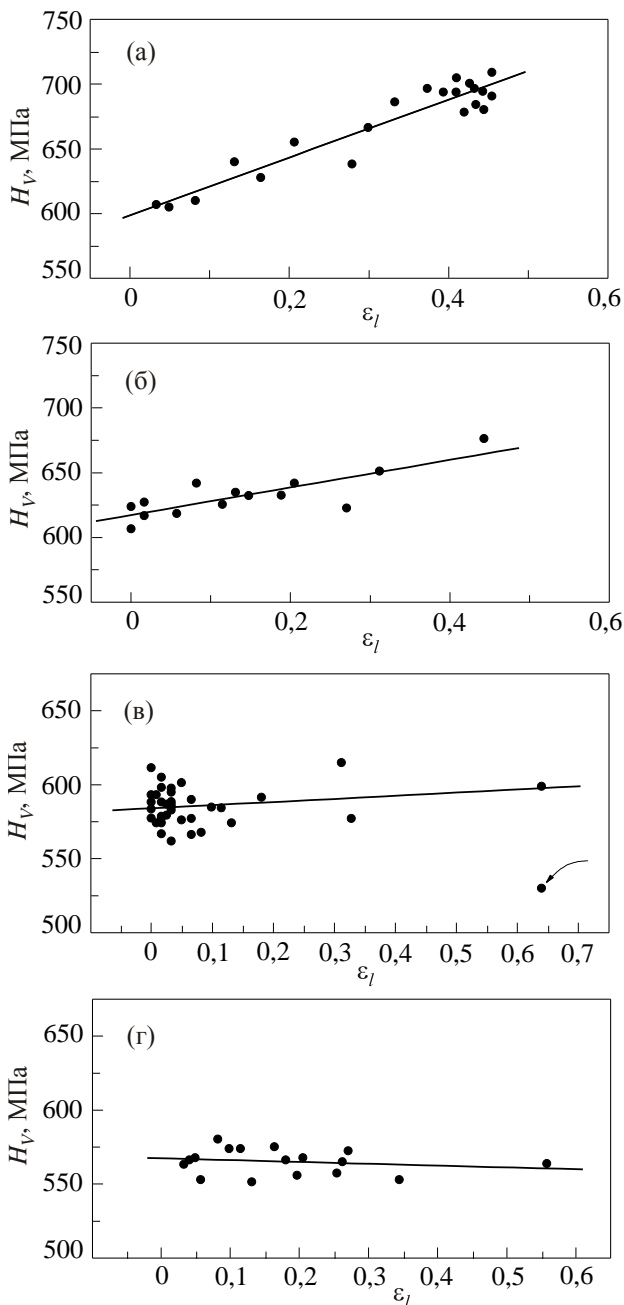


Рис. 8. Зависимость микротвердости от локальной деформации ϵ_l УМЗ образца сплава Al–3,8 ат.% Li (диаметр зерна $d \approx 2$ мкм), деформированного до разрыва при низких и повышенных T , К: 4,2 (а), 77 (б), 295 (в), 350 (г).

ция между $\Delta H_V(x)$ и $\epsilon(x)$ отсутствует. Разброс микротвердости в пределах ± 50 МПа относительно среднего значения такой же, как и в измерениях на недеформированной части образца. Увеличения микротвердости не выявлено даже в измерениях непосредственно на поверхности разрыва, где деформация достигала значений около 100% (см. рис. 8(в), соответствующая точка отмечена стрелкой), а меньшее значение микротвердости по сравнению с остальными данными связано с текстурой, как и в случае обсуждавшихся выше результатов, пока-

занных на рис. 4(б). Это можно объяснить усилением динамического возврата в микрозернах при повышенных температурах, в результате чего процессы упрочнения и разупрочнения друг друга компенсируют. Активность динамического возврата в области температур выше 77 К существенно уменьшает пластичность УМЗ сплава, что выражается в локализации пластической деформации с образованием шейки уже при малых деформациях [7]. Этим отличается поведение при деформации образцов УМЗ и КЗ структуры. В КЗ образцах заметное деформационное упрочнение наблюдалось и при комнатной температуре [7], что проявилось в корреляции между локальными значениями микротвердости и деформации.

Характер корреляции для УМЗ образцов с $d \approx 2$ мкм, деформированных при разных температурах, хорошо виден на зависимости микротвердости от локальной деформации $H_V(\epsilon_l)$ (см. рис. 8). Зависимости $H_V(\epsilon_l)$ построены на основании кривых $\Delta H_V(x)$ и $\epsilon_l(x)$, представленных на рис. 5 и 6 настоящей работы и рис. 6 работы [8]. Как показано в [7], пластичность экструдированных образцов сплава повышается с понижением температуры деформации, при температурах 77 и 4,2 К деформация протекает со значительным деформационным упрочнением. Увеличение плотности дефектов в процессе деформационного упрочнения вследствие уменьшения скорости динамического возврата приводит к увеличению микротвердости на $\sim 5\%$ при $T = 77$ К и на $\sim 15\%$ при $T = 4,2$ К. При этом, как показано на рис. 8(а),(б), рост микротвердости однозначно связан с величиной локальной деформации ϵ_l :

$$H_V = H_{V0} + H_{V\epsilon} \epsilon_l, \quad (3)$$

где H_{V0} отвечает значению микротвердости недеформированного УМЗ образца и равно $\sim (608 \pm 10)$ МПа, а наклон $H_{V\epsilon} = 106,4$ МПа для температуры деформации 77 К и $H_{V\epsilon} = 223,5$ МПа для температуры деформации 4,2 К.

«Коэффициент упрочнения» для микротвердости $H_{V\epsilon} = dH_V/d\epsilon_l$ уменьшается с повышением температуры деформации, так что для образцов, деформированных при температурах 295 и 350 К, упрочнение не наблюдалось (рис. 8(в),(г)). Качественно подобное поведение можно отметить и для коэффициента упрочнения при активной деформации УМЗ образцов [7].

Полученные результаты указывают на дополнительный резерв повышения прочностных характеристик сплава путем их низкотемпературной деформации. Деформация при повышенных температурах не приводит к упрочнению, что свидетельствует о динамическом равновесии структуры, созданной в процессе гидроэкструзии.

3.5. Температурная зависимость микротвердости

На рис. 9 показаны температурные зависимости микротвердости $H_V(T)$ для КЗ (кривая 1) и УМЗ образцов с диаметром зерна ~ 1 мкм (кривая 2). При понижении температуры от комнатной до температуры жидкого азота микротвердость увеличилась в 1,5–2 раза. Вид зависимости $H_V(T)$ свидетельствует о термоактивированном характере пластического течения материала под индентором.

Кинетика термоактивированного процесса пластического течения твердых тел описывается соотношением Аррениуса:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left[-\frac{U(\tau^*)}{kT}\right]. \quad (4)$$

где $\dot{\epsilon}$ — скорость пластического течения, $\dot{\epsilon}_0$ — предэкспоненциальный множитель, независящий от температуры, $\tau^* = \tau - \tau_i$ — эффективное сдвиговое напряжение в плоскости скольжения, которое равно разности между деформирующим напряжением τ и характерным значением дальнедействующего внутреннего напряжения τ_i , $U(\tau^*)$ — эффективная энергия (энтальпия) активации, конкретный вид которой зависит от силового закона взаимодействия дислокации с центром закрепления и статистики распределения этих центров вдоль дислокационной линии. Практически полезным и часто используемым, в том числе и в численных расчетах, оказывается следующее выражение для энтальпии активации [28–33]:

$$U(\tau^*) = U_0 \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c^*} \right)^p \right]^q, \quad (5)$$

где τ_c^* — эффективное напряжение безактивационного отрыва дислокации от барьера, U_0 — высота потенци-

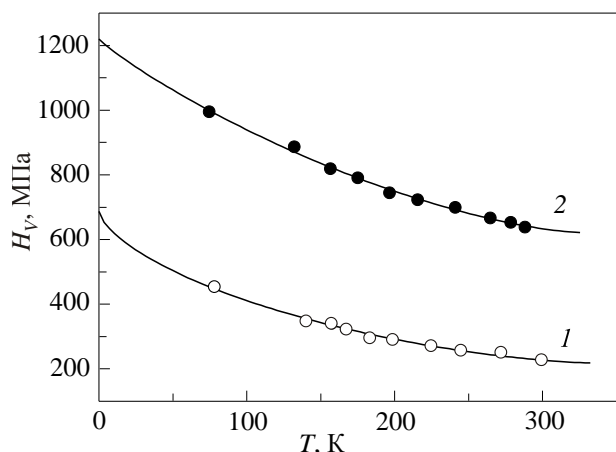


Рис. 9. Температурные зависимости микротвердости КЗ (1) и УМЗ образцов (диаметр зерна ~ 1 мкм) (2), $P = 2,2$ Н. Сплошные линии — графики функции (8) с параметрами, которые приведены в табл. 1.

ального барьера, феноменологические параметры p и q могут рассматриваться в качестве характеристик подножия (и статистики распределения барьеров вдоль линии дислокации) и вершины силового барьера. Они изменяются в пределах $0 \leq p \leq 1$ и $1 \leq q \leq 2$. Из уравнения Аррениуса (4) с учетом (5) получаем следующее выражение для зависимости эффективного напряжения сдвига от температуры:

$$\tau^* = \tau_c^* \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{1/p}. \quad (6)$$

Используем выражения (4)–(6) для анализа температурной зависимости микротвердости, учитывая, что по определению величина микротвердости характеризует среднее нормальное напряжение под индентором и для пирамиды Виккерса вычисляется по формуле (1) как отношение деформирующей нагрузки P к площади поверхности контакта индентора с материалом $(2a)^2/1,854$. Это напряжение (т.е. микротвердость) отвечает уровню нормального напряжения течения поликристалла σ_{ϵ_r} при деформации ϵ_r на диаграмме сжатия (растяжения): $H_V = C\sigma_{\epsilon_r}$, где множитель Тейбора $C = 3$, $\epsilon_r = 0,076$ — предствительная деформация [34]. Переход от нормального напряжения течения σ к сдвиговому в плоскости скольжения τ осуществляется согласно критерию текучести Мизеса для поликристаллических материалов: $\sigma = M\tau$, $M = \sqrt{3}$. Заметим, что численные расчеты Тейлора дали другое значение $M = 3,06$ [35]. Таким образом, между микротвердостью и сдвиговым напряжением τ_{ϵ_r} имеется связь:

$$H_V = CM\tau_{\epsilon_r}, \quad (7)$$

коэффициенты C и M используются для преобразования твердости в сдвиговое напряжение течения [24,36].

В случае сплава Al–Li, испытанного в данной работе и деформированного растяжением в работе [7], соотношение Тейбора между микротвердостью и нормальным напряжением течения при деформации 0,076 с множителем $C = 3$ выполняется для УМЗ образцов при температурах 295 и 77 К (сравни рис. 7 настоящей работы и рис. 3 [7]). Для КЗ образца множитель $C > 10$, что не удивительно, ибо соотношение Тейбора справедливо только для мелкозернистых структур.

Заменив в (6) символ τ на H_V , получим выражение для температурной зависимости микротвердости:

$$H_V^* = H_{Vc}^* \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (8)$$

где $H_V^* = H_V - H_{Vi}$, $H_{Vc}^* = H_{V0} - H_{Vi}$, H_{Vi} — атермическая компонента микротвердости (значение H_V при

Таблица 1. Эмпирические значения параметров в выражении (8)

Образец	p	q	H_{Vi} , МПа	H_{Vc}^* , МПа	T_0 , К	U_0 , эВ
КЗ, $d = 1$ мм	2/3	3/2	217,8	469,3	327,1	0,56
УМЗ, $d = 1$ мкм	2/3	1,1	621,1	599	335,7	0,58

пороговой температуре T_0 , выше которой исчезает зависимость микротвердости от температуры), H_{V0} — микротвердость при $T = 0$ К, $T_0 = U_0/(kA)$, $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$. При вычислении высоты барьера приняли $A = 20$, что для ГЦК металлов приблизительно соответствует эксперименту (см., например, [33]).

Сплошные линии на рис. 9 — графики функции (8), параметры подгонки приведены в табл. 1. При сопоставлении теоретического выражения (8) с экспериментальными данными $H_V(T)$ следует, вообще говоря, иметь в виду, что параметры H_{Vi} , H_{Vc}^* и U_0 пропорциональны модулю сдвига и, следовательно, зависят от температуры. Однако, поскольку в ГЦК металлах модули упругости слабо зависят от температуры и к тому же измерения проведены в достаточно узком температурном интервале 77–295 К, это обстоятельство при анализе $H_V(T)$ не учитывалось. Видно, что выражение (8) хорошо согласуется с экспериментальными точками. Значение параметра $p = 2/3$ может свидетельствовать о том, что распределение локальных барьеров вдоль линии дислокации соответствует статистике Фриделя [32,33]. Такими барьерами в сплавах Al–Li, по-видимому, являются отдельные атомы примеси и небольшие комплексы атомов примеси, а также дислокации леса. Спектр препятствий в изученных УМЗ и КЗ образцах может зависеть как от исходной дефектной структуры, так и от деформации под индентором, т.е. от плотности геометрически необходимых дислокаций, что должно проявиться в различии параметров функции (7) (см. табл. 1).

Проведенные исследования показывают, что интенсивная пластическая деформация путем УГЭ привела к значительному увеличению микротвердости, прежде всего за счет уровня компоненты H_{Vi} , обусловленной дальнедействующими препятствиями для движения дислокаций. При этом спектр локальных барьеров, если и изменился, то незначительно.

Авторы выражают благодарность Н.В. Исаеву и В.Д. Нацку за внимательное прочтение рукописи и полезные замечания.

1. И.Н. Фридляндер, К.В. Чуистов, А.Л. Березина, Н.Н. Колобнев, *Алюминий-литиевые сплавы. Структура и свойства*, Наукова думка, Киев (1992).
2. В.М. Сегал, Р.И. Резников, В.И. Копылов и др., *Процессы пластического структурообразования металлов*, Наука и техника, Минск (1994).

3. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*, Логос, Москва (2000).
4. М.А. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
5. М.М. Мышляев, М.А. Прокунин, В.В. Шпейзман, *ФТТ* **43**, 833 (2001).
6. М.М. Мышляев, С.Ю. Миронов, Е.В. Коновалова, В.В. Камалов, М.А. Прокунин, М.М. Мышляева, *ФММ* **102**, 350 (2006).
7. Н.В. Исаев, П.А. Забродин, В.З. Спусканюк, А.А. Давиденко, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, И.С. Брауде, *ФНТ* **38**, 102 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 80 (2012)].
8. Н.В.Исаев, П.А.Забродин, А.В.Русакова, *ФНТ* **38**, 1230 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 973 (2012)].
9. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
10. Y.M. Wang and E. Ma, *Mater. Sci. Eng. A* **375**, 46 (2004).
11. В.А. Белошенко, В.Н. Варюхин, В.З. Спусканюк. *Теория и практика гидроэкструзии*, Наукова думка, Киев (2007).
12. V. Spuskanyuk, A. Spuskanyuk, and V. Varyukhin, *J. Mater. Process. Technol.* **203**, 305 (2008).
13. V. Spuskanyuk, A. Davydenko, A. Berezina, A. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, and D. Spiridonov, *J. Mater. Process. Technol.* **210**, 1709 (2010).
14. Б.Я. Фарбер, Н.С. Сидоров, В.И. Кулаков, Ю.А. Иунин, А.Н. Изотов, Г.А. Емельченко, В.С. Бобров, Л.С. Фоменко, В.Д. Нацки, С.В. Лубенец, *Сверхпроводимость* **4**, 2393 (1991).
15. Ю.З. Эстрин, Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, С.Э. Шумилин, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **34**, 975 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 771 (2008)].
16. Б.В. Мотт, *Испытание на твердость микровдавливанием*, Металлургиздат, Москва (1960).
17. S. Suresh, *Science* **292**, 2447 (2001).
18. А.Е. Giannakopoulos, *Int. J. Solids and Structures* **39**, 2495 (2002).
19. Y.P. Cao and J. Lu, *J. Mater. Res.* **19**, 1703 (2004).
20. Yu.V. Milman, A.A. Golubenko, and S.N. Dub, *Acta. Mater.* **59**, 7480 (2011).
21. D.K. Yang, P. Cizek, D. Fabijanic, J.T. Wang, and P.D. Hodgson, *Acta Mater.* **61**, 2840 (2013).
22. N.A. Stelmashenko, M.G. Valls, L.M. Brown, and Yu.V. Milman, *Acta. Metall. Mater.* **41**, 2855 (1993).
23. W.J. Poole, M.F. Ashby, and N.A. Fleck, *Scripta Mater.* **34**, 559 (1996).
24. W.D. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Solids* **46**, 411 (1998).
25. Y. Huang, F. Zhang, K.C. Hwang, W.D. Nix, G.M. Pharr, and G. Feng, *J. Mech. Phys. Solids* **54**, 1668 (2006).

26. В.К. Григорович, *Твердость и микротвердость металлов*, Наука, Москва (1976).
27. Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац, *Физика процессов микровдавливания*, Штиинца, Кишинев (1986).
28. А. Формен, М. Мейкин, в кн.: *Актуальные вопросы теории дислокаций*, А.Н. Орлов (ред.), Мир, Москва (1968).
29. К. Оно, *J. Appl. Phys.* **39**, 1803 (1968).
30. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.F. Ashby, *Thermodynamics and Kinetics of Slip. Progress in Materials Science*, S. Chalmers, J.W. Christian, and T.S. Massalski (eds.), Pergamon Press, Oxford (1975), Vol. 19.
31. В.С. Фоменко, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **19**, 429 (1993) [*Low Temp. Phys.* **19**, 301 (1993)].
32. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Philos. Mag. A* **70**, 423 (1994).
33. Н.В. Исаев, В.Д. Нацик, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **24**, 786 (1998) [*Low Temp. Phys.* **24**, 593 (1998)].
34. D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
35. Р. Хоникомб, *Пластическая деформация металлов*, Мир, Москва (1972).
36. K. Durst, B. Backes, O. Franke, and M. G ken, *Acta Mater.* **54**, 2547 (2006).

Low-temperature micromechanical properties
of annealed and hydrostatic extruded
Al–3.8 at.% Li alloy

A.V. Rusakova, S.V. Lubenets,
L.S. Fomenko, and P.A. Zabrodin

The structural state of as-received coarse-grained (CG) and extruded ultrafine-grained (UFG) stocks of the Al–3.8 at.% Li substitution solid solution and the samples of this alloy deformed in tension to failure at

the temperatures of 4.2, 77, 295 and 350 K was studied by the microindentation method. The temperature dependence of microhardness was investigated in the range of 77 to 295 K. The measurements have revealed anisotropy of the micromechanical properties of the UFG samples which appears to be due to the texture formed during extrusion. The results reported herein revealed that in the specimens deformed by uniaxial tension to failure there was correlation between microhardness value as a measure of work hardening and magnitude of local plastic shear. The correlation breaks down for the UFG samples deformed at the temperatures of 295 and 350 K — microhardness does not depend on the amount of plastic shear. The temperature dependences of microhardness of the CG and UFG samples were analyzed in the framework of thermally activated motion of dislocations in the local obstacles array. The most probable potential barriers to the dislocation motion in the alloy studied are the impurity atoms, their small complexes and forest dislocations. Intensive plastic deformation during hydrostatic extrusion had no qualitatively effect on the energetic parameters of the obstacle spectrum.

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: angle hydrostatic extrusion, coarse-grained and ultrafine-grained Al–3.8 at.% Li alloy, indentation size effect, local work hardening, low-temperature microhardness.