

Нанопористость ультракристаллических алюминия и сплава на его основе

© В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, V. Sklenicka*, I. Saxl**

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

* Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of the Czech Republic,
CZ-61662 Brno, Czech Republic

** Mathematical Institute, Academy of Sciences of the Czech Republic,
CZ-11567 Praha, Czech Republic

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

(Поступила в Редакцию 14 февраля 2007 г.
В окончательной редакции 20 февраля 2007 г.)

Методом малоуглового рентгеновского рассеяния выявлено наличие нанопор, образовавшихся в процессе равноканального углового прессования алюминия. Определены параметры нанопор, обнаружена корреляция между уровнем нанопористости и долей большеугловых границ зерен. Полученные данные свидетельствуют о том, что уровень нанопористости может влиять на долговечность при растяжении ультракристаллического алюминия в режиме ползучести. Получены данные о некоторых закономерностях развития нанопор при деформации ультракристаллического сплава на основе алюминия в режиме сверхпластичности.

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

PACS: 62.20.Fe, 61.72.Dd

Существенную роль в формировании свойств перспективных ультракристаллических металлов и сплавов, приготовленных равноканальным угловым (РКУ) прессованием, играет большая объемная доля границ зерен, находящихся в неравновесном, аморфоподобном состоянии и имеющих пониженную плотность, т.е. повышенный свободный объем [1–3]. На фоне этого свободного объема, относительно равномерно распределенного по границам зерен, возможно образование областей избыточного свободного объема (ИСО), в предельном случае нанопор [4]. Их зарождение в процессе РКУ-прессования может быть связано как с локализацией сдвиговой и особенно ротационной деформации в этом процессе, так и с коалесценцией неравновесных, деформационных вакансий.

1. Материал и экспериментальные методы

В данной работе модернизированным методом малоуглового рентгеновского рассеяния (МРР) и прецизионного измерения плотности была проведена оценка параметров нанопор (областей ИСО) в алюминии и сплаве Al–Mg–Li–Zr после их РКУ-прессования.

Основные исследования были выполнены на Al (99.99%). Исходные заготовки, имевшие прямоугольное сечение 10×10 mm, длину 50 mm и размер зерна около 5 mm, подвергались одному (A1) или четырем (A4) проходам (с поворотом 90° после каждого прохода) при РКУ-прессовании. Размер зерен в образцах A1 и A4 оказался практически одинаковым ($\approx 1 \mu\text{m}$). На анало-

гичных образцах изучалась структура и механические свойства ультракристаллического алюминия в [5,6].

При выборе числа проходов авторы исходили из полученных ранее данных [5,6], согласно которым при переходе от одного к четырем проходам наблюдается существенное изменение механических свойств алюминия, а дальнейшее увеличение числа проходов (т.е. степени деформации при РКУ-прессовании) на свойства практически не влияет.

2. Результаты исследований и их обсуждение

Рассмотрим результаты изучения ультракристаллического Al методами МРР и измерения плотности.

МРР в ультракристаллических металлах, приготовленных РКУ-прессованием, может быть обусловлено как образованием неоднородностей электронной плотности (изолированными нанопорами или высокой объемной долей границ зерен с пониженной плотностью), так и эффектом двойных брэгговских отражений (ДБО) [4]. В данной работе рентгеновское рассеяние изучалось в области углов, где для деформированного алюминия эффектом ДБО можно пренебречь [4,7]. В пользу этого вывода свидетельствуют также приведенные далее данные, указывающие на заметное влияние на МРР гидростатического давления. На МРР, обусловленное ДБО, давление практически не влияет [8].

Для идентификации природы МРР в случае ультракристаллического алюминия, в котором рассеяние может быть связано с нанопорами или границами зерен, исследовались образцы A1 и A4 до и после наложения

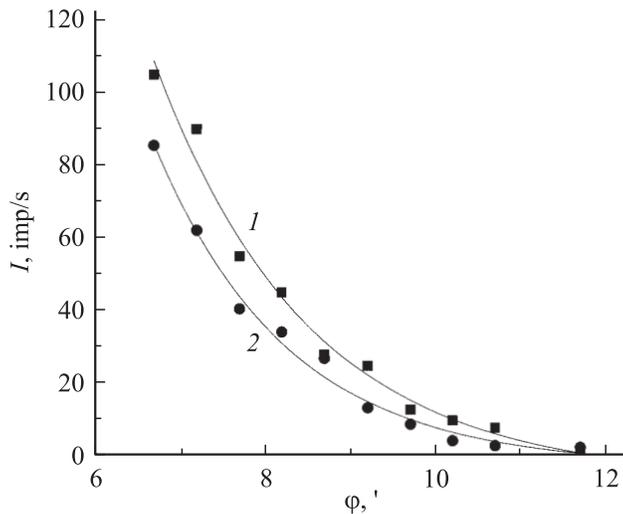


Рис. 1. Зависимость интенсивности I от угла рассеяния φ для ультракристаллического алюминия (образцы А4) до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления.

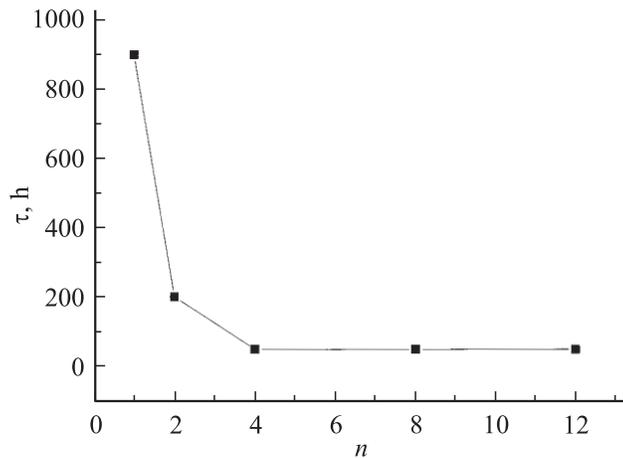


Рис. 2. Зависимость долговечности τ ультракристаллического алюминия от числа проходов n РКУ-прессования. Растяжение в режиме ползучести при $T = 200^\circ\text{C}$ и $\sigma = 15\text{ МПа}$.

высокого (1 GPa) гидростатического давления, которое интенсивно влияет на области ИСО и, как показали электронно-микроскопические исследования, практически не сказывается на элементах дислокационной структуры деформированного алюминия [8]. Отметим, что аналогичный прием был использован ранее для выявления областей ИСО в матрице металлических аморфных сплавов [9].

На рис. 1 показаны типичные зависимости интенсивности от угла рассеяния для образцов А4 до и после наложения гидростатического давления. Видно, что давление заметно повлияло на интенсивность и угловой ход рентгеновского рассеяния; это свидетельствует в пользу его связи с наличием областей ИСО.

В предположении сферической формы областей ИСО и их пустотной природы были оценены, согласно [10], средние размеры и концентрация нанопор, а также их объемные доли. Оказалось, что средние размеры нанопор в образцах А1 и А4 практически одинаковы и составляют $\approx 20\text{--}30\text{ нм}$, объемные доли различаются и составляют соответственно $\approx 3.7 \cdot 10^{-3}$ и $5 \cdot 10^{-3}$. Приложение давления уменьшает размер и объемную долю нанопор. Важно подчеркнуть, что наблюдается хорошее совпадение рентгеновских и дилатометрических (плотностных) измерений. Так, для образца А4 уменьшение пористости за счет заживающего действия давления составило $2.5 \cdot 10^{-3}$ (оценка по данным МРР) и $3 \cdot 10^{-3}$ (прямое измерение плотности).

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о том, что деформация при РКУ-прессовании сопровождается образованием нанопор, которые локализуются, очевидно, в границах микрочерен. При этом отметим, что наряду с образованием нанопор в процессе РКУ-прессования может проходить заживление имевшихся до прессования (например, в литых сплавах) пустотных образований.

Увеличение объемной доли нанопористости при переходе от одного к четырем проходам РКУ-прессования можно связать с тем, что при таком переходе резко (до 7 раз) увеличивается доля большеугловых ($> 15^\circ$) границ [5,6,11,12], что ведет, очевидно, к возникновению в границах зерен и их тройных стыков высоких внутренних напряжений. Эти напряжения могут активировать как ротационные моды деформации, способствующие образованию микронесплошностей, так и диффузионные процессы, связанные с образованием и коагуляцией вакансий.

Полученные данные об увеличении нанопористости при переходе от образцов А1 к А4 позволяют объяснить и обнаруженный в [5,6] эффект снижения почти на порядок долговечности образцов А4 по сравнению с А1 при растяжении указанных образцов в режиме ползучести (рис. 2). Из данных рис. 2 видно, что резкое изменение механических свойств (в данном случае долговечности) происходит при переходе от одного к четырем проходам РКУ-прессования; дальнейшее увеличение числа проходов до двенадцати на долговечность практически не влияет. Испытания на ползучесть в [5,6] проводились при 200°C ; при нагреве до 200°C размер зерна увеличивался с 1 до $6\text{ }\mu\text{м}$ [5,6]. В данной работе испытания в режиме ползучести проводились при 18°C , когда размер зерен оставался таким же, как при РКУ-прессовании, т.е. $1\text{ }\mu\text{м}$ [13]. Соответствующая зависимость долговечности от напряжения приведена на рис. 3. Видно, что при всех напряжениях долговечность образцов А1 более чем на полтора порядка выше, чем образцов А4, т.е. эффект изменения долговечности даже больше, чем в [5,6].

Этот результат, естественно, можно связать с разной исходной (до испытания на ползучесть) нанопористостью. Отметим, что и для поликристаллического А1 ранее был обнаружен аналогичный эффект влияния на

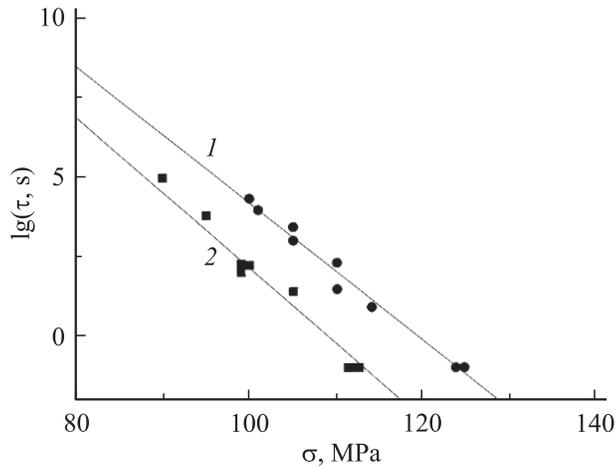


Рис. 3. Зависимость долговечности от напряжения σ при 18°C для ультракристаллического алюминия после одного (1) и четырех (2) проходов РКУ-прессования.

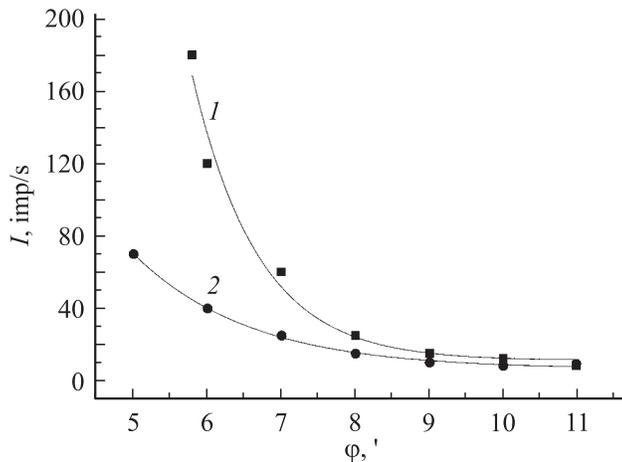


Рис. 4. Зависимость интенсивности от угла рассеяния для ультракристаллического сплава, деформированного до 500%, до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления.

долговечность именно исходной пористости при идентичности других элементов исходной дефектной структуры [14].

В [15] было показано, что переход от одного к четырем проходам РКУ-прессования сопровождается также увеличением модуля Юнга, амплитудно-независимого декремента, условного предела микротекучности; в этой же работе были высказаны соображения о причинах реверсии механических свойств при переходе от микро- к макроуровню деформации.

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о том, что РКУ-прессование ведет к образованию нанопор, которые наряду с другими структурными факторами (например, долей большеугловых границ и стыков зерен с высоким уровнем внутренних напряжений) могут вли-

ять на механические свойства ультракристаллического алюминия.

В связи с этим было интересно получить информацию о роли нанопор в важном для ультракристаллических металлов эффекте сверхпластичности. Действительно, известно, что при сверхпластической деформации поликристаллических металлов наблюдается множественное образование зернограничных пор (см., например, [16–18]).

В данной работе изучение нанопористости проводилось на образцах микрокристаллического (размер зерен $\approx 1.5\ \mu\text{m}$) сплава алюминия с 5.5% Mg, 2.2% Li, 0.12% Zr (сплав 1420), которые растягивались при 370°C со скоростью 5 mm/min до разных степеней деформации. Технология приготовления таких образцов описана в [19]. Эти образцы до и после воздействия гидростатического давления (1 GPa) изучались методом МРР.

Типичная зависимость интенсивности от угла рассеяния показана на рис. 4. Видно, что наложение давления привело к существенному снижению интенсивности МРР, что подтверждает „пустотную“ природу рассеивающих неоднородностей.

Обработка данных, проведенная согласно [10], показала, что средний размер и концентрация нанопор после деформации 100, 500 и 1200% составляют соответственно 23.8, 31, 33.8 nm и $5.7 \cdot 10^{14}$, $5.4 \cdot 10^{14}$, $5.6 \cdot 10^{14}\ \text{cm}^{-3}$. Полученные данные свидетельствуют о том, что при деформации в условиях сверхпластичности наблюдается высокая концентрация нанопор, число которых по мере деформации практически не меняется, а размеры непрерывно увеличиваются.

Механизм роста пор такого небольшого размера, согласно [17], бесспорно, диффузионный. Их коалесценция в процессе сверхпластической деформации затруднена потому, что наряду с развитием нанопор возможен процесс их частичного залечивания [20] также по диффузионному механизму. Несомненно, однако, что в условиях сверхпластической деформации преобладает процесс развития и объединения нанопор. Действительно, диапазон изменения разуплотнения при прямом измерении плотности составляет $\approx 3\%$, а величина разуплотнения по данным МРР $\approx 1.2\%$. Такое расхождение связано, очевидно, с тем, что методом МРР невозможно регистрировать микронесплошности размером более 300 nm. Отметим, что прямые электронно-микроскопические наблюдения выявляют образование на поздних стадиях сверхпластической деформации ультракристаллического сплава Al–Li–Cu–Mg–Zr зернограничных пор размером в несколько микрон [21].

Таким образом, из полученных данных следует, что эволюция зернограничной нанопористости является, очевидно, одним из факторов, который необходимо учитывать при анализе природы сверхпластичности ультракристаллических сплавов. В частности, наличие нанопор на границах может облегчать зернограничное проскальзывание в процессе сверхпластической деформации.

Авторы благодарят В.П. Пилюгина (ИФМ УрО РАН) за обработку образцов гидростатическим давлением и М.М. Камалова (ИМЕТ РАН, Москва) за предоставление образцов алюминиевого сплава, растянутых до разных степеней деформации.

Список литературы

- [1] М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. Изв. АН СССР. Металлы **1**, 115 (1981).
- [2] H. Gleiter. Progr. Mater. Sci. **33**, 233 (1989).
- [3] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexander. Progr. Mater. Sci. **45**, 103 (2000).
- [4] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, О.В. Амосова, М.В. Нарыкова, В.И. Копылов. Тр. XLIII Междунар. конф. „Актуальные проблемы прочности“. ВГТУ, Витебск (2004). Ч. 1. С. 18.
- [5] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. **389**, 696 (2004).
- [6] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. Ultrafine Grained Mater. III. TMS, Warrendale, USA (2004). P. 647.
- [7] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев. ФТТ **47**, 801 (2005).
- [8] В.И. Бетехтин, М.М. Мышляев, А.И. Петров. ФММ **36**, 4 (1973).
- [9] В.И. Бетехтин, А.М. Глезер, А.Г. Кадомцев. ФТТ **40**, 85 (1998).
- [10] A. Guinier, G. Fournet. Small-angle scattering of X-rays. J. Willey, N.Y. (1955).
- [11] S.D. Terhune, D.L. Swisher, Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon, T.R. McNelley. Metal Mater. Trans. A **33**, 2173 (2002).
- [12] T.R. McNelley, D.L. Swisher, Z. Horita, T.G. Langdon. Ultrafine Grained Mater. II / Ed. Y.T. Zhu. TMS, Warrendale, USA (2002). P. 15.
- [13] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев, В.П. Пилюгин, В. Скленичка. Тез. 45-й Междунар. конф. „Актуальные проблемы прочности“. БГУ, Белгород (2006). С. 6.
- [14] В.И. Бетехтин, А.И. Петров, А.Г. Кадомцев. ФММ **40**, 891 (1975).
- [15] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев. ФТТ **48**, 1421 (2006).
- [16] S. Sagat, D.M.R. Taplin. Acta Metallurg **24**, 307 (1976).
- [17] D.A. Miller, T.G. Langdon. Metallurg. Trans. A **10**, 1969 (1979).
- [18] Р.И. Кузнецова, Н.Н. Жуков. ФММ **47**, 1281 (1979).
- [19] М.М. Мышляев, В.В. Шпейзман, М.М. Камалов. ФТТ **43**, 2015 (2001).
- [20] П.Г. Черемской, В.В. Слезов, В.И. Бетехтин. Поры в твердом теле. Энергоатомиздат, М. (1990).
- [21] S. Kobayashi, T. Yoshimura, S. Tsurekawa, T. Watanabe, Sianzhang Cui. Mater. Trans. **44**, 1469 (2003).