Механическое поведение микрокристаллического алюминий-литиевого сплава в условиях сверхпластичности

© М.М. Мышляев*, М.А. Прокунин*, В.В. Шпейзман

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия * Институт металлургии им. А.А. Байкова Российской академии наук, 123456 Москва, Россия

E-mail: shpeizm.v@pop.ioffe.rssi.ru

(Поступила в Редакцию 18 сентября 2000 г. В окончательной редакции 6 октября 2000 г.)

Показано, что алюминий-литиевый сплав 1420, имеющий после равноканального углового прессования размер зерна около 3 μ m, в области температур $T = 320-395^{\circ}$ C при растяжении с постоянной скоростью относительной деформации в интервале $10^{-2}-10^{-3}$ s⁻¹ обладает сверхпластичностью. Осевая деформация к моменту разрыва может превышать 1800%. При столь больших значениях деформации обработку результатов следует проводить, используч значения истинных деформаций ε_t и напряжений σ_t . На кривой деформации после коротской стадии упрочнения следует длительная стадия разупрочнения. Их можно описать зависимостью $\dot{\varepsilon}_t \sim \sigma_t^n \exp(-U/kT)$ с постоянным коэффициентом $n \approx 2$ и энергиями активации $U \approx 1$ eV для стадии разупрочнения и $U \approx 1.4$ eV для стадии упрочнения, а на стадии упрочнения — самодиффузией в объеме зерен.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 00-01-00482), Научного совета МНТП "Физика твердотельных наноструктур (проект № 97-3006) и INTAS (проект № 1997-1243).

В последние годы материаловеды, конструкторы и металлофизики проявляют повышенный интерес к алюминий-литиевым сплавам в связи с уникальным сочетанием их физико-механических свойств: повышенным модулем упругости, малой плотностью, достаточно высокими прочностью и пластичностью. Их использование позволяет существенно снизить массу аэрокосмической техники со всеми вытекающими из этого преимуществами. Из сплавов этого класса широкое распространение получил разработанный в России наиболее перспективный, самый легкий (плотность $2.47 \,\mathrm{g}\cdot\mathrm{cm}^{-3}$), коррозионностойкий, свариваемый сплав 1420 [1-6]. Он нашел применение в различных сварных конструкциях, уменьшая их массу до 20-25% при повышении жесткости до 6%. Сплав сверхпластичен и широко применяется в производстве деталей сложного профиля. Типичные характеристики сверхпластичности (СП) в его обычном состоянии (размер зерен около 50 µm): деформация до разрушения $\varepsilon = 350\%$ и коэффициент скоростной чувствительности напряжения (σ) $m = d \ln \sigma / d \ln \varepsilon = 0.45$ при деформировании со скоростью $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-3} \, \mathrm{s}^{-1}$ при 480°С [7,8]. При деформировании в тех же условиях сплава с зернами размером $d = 6 - 8 \,\mu \text{m}$ характеристики СП составили: $\varepsilon = 800\%$ и m = 0.55 [9].

В настоящее время интенсивно ведутся работы, направленные на улучшение свойств этих сплавов, в том числе за счет формирования в них нано- и микрокристаллической структуры посредством интенсивной пластической деформации. При этом общепринято, что одним из наиболее перспективных методов является равноканальное угловое прессование (РКУ-прессование) [10,11]. С использованием этого метода в сплаве 1420 в [12] была сформирована зеренная структура с $d = 4.5 \,\mu\text{m}$ и достигнута деформация более 700% при 320°С и скорости деформации, близкой к $10^{-3} \,\text{s}^{-1}$; позднее в [13,14] были получены структура с $d = 1.2 \,\mu\text{m}$ и при 350°С и скорости деформации, близкой к $10^{-2} \,\text{s}^{-1}$, деформация 1180%, а в [15] на образцах со средним размером зерен $\sim 3 \,\mu\text{m}$ СП проявилась при скорости деформации $1.7 \times 10^{-2} \,\text{s}^{-1}$ в интервале температуры $340-395^{\circ}$ С и была достигнута деформация 1878% при 370°С.

Исходя из изложенного, представлялось целесообразным исследовать механическое поведение в условиях СП таких же образцов (из той же серии), какие использовали в [15]. При этом предполагалось сосредоточить основное внимание в первую очередь на установлении зависимости, описывающей связь между скоростью деформации, напряжением и температурой, и определении численных значений параметров, входящих в эту зависимость.

1. Материал и методические вопросы

Опыты выполнены на алюминий-литиевом сплаве 1420 (Al–5.5%Mg–2.2%Li–0.12%Zr). Заготовки для РКУ-прессования были вырезаны из горячекатанной плиты с рекристаллизованной структурой с зернами размером около 20 μ m. Заготовки были закалены с 470°C в воду и затем подвергнуты десятикратному РКУ-прессованию на воздухе при 370°C. В результате были получены прутки диаметром 20 и длиной 70–80 mm. Закалка и РКУ-прессование были проведены в Уфимском государственном авиационном институте. Структурное состояние прутков оказалось качественно аналогичным наблюдавшемуся у прутков первой партии в [15]. Ему отвечали зерна со средним размером порядка 3 μ m (изредка встречались более крупные зерна — до 10–15 μ m) и развитой субструктурой: субзернами, дислокационными ячейками и сплетениями, отдельными дислокациями, а также выделениями фазы Al₂LiMg и частицами фазы δ' (Al₃Li).

Из РКУ прессованных прутков изготавливали плоские образцы в виде двойной лопатки для механических испытаний. Образцы имели толщину 0.85 mm и длину рабочей части 5 mm. Фронтальные и боковые поверхности образцов были тщательно отполированы. Слои материала с привнесенными при изготовлении образцов изменениями в структуре были удалены. Различия как по толщине, так и по ширине вдоль оси рабочей части образцов не превышали 0.01 mm. Ось симметрии образца, расположенная вдоль его длинной стороны, была задана параллельно оси прутков.

Деформирование образцов осуществляли на испытательной машине Instron в условиях одноосного растяжения с постоянной скоростью вдоль их оси при заданной температуре. Ошибки измерений прилагаемой к образцу нагрузки и удлинения образца были не больше 0.25 и 1% соответственно. В ходе испытания температура поддерживалась постоянной с погрешностью ±2.5 K.

Основными характеристиками, использованными при анализе деформации, были истинное напряжение σ_t , истинная деформация ε_t и скорость истинной деформации $\dot{\varepsilon}_t$. Их определяли по формулам

$$\sigma_t = P(l_0 + \Delta l) / S_0 l_0, \tag{1}$$

$$\varepsilon_t = \ln(l + \Delta l/l_0), \tag{2}$$

$$\dot{\varepsilon}_t = V/(l_0 + \Delta l). \tag{3}$$

Здесь P — нагрузка, S_0 и l_0 — начальные площадь поперечного сечения и длина рабочей части образца, Δl — его удлинение, V — скорость растяжения образца. Переход к истинным напряжениям, деформациям и их скоростям от обычно применяемых условных (σ , ε и $\dot{\varepsilon}$) обусловлен прежде всего большой деформацией образцов, при которой их длина увеличивалась почти в 20 раз.¹

Результаты экспериментов и обсуждение

Первичная диаграмма, получаемая при испытаниях на растяжение, отражает зависимость нагрузки от удлинения образца при заданных скорости растяжения V (или $\dot{\varepsilon} = V/l_0$) и температуре T. Такая диаграмма, полученная в условиях СП, показана на рис. 1, *а*. Видно, что вслед за упругой деформацией следуют короткая стадия упрочнения, стационарная стадия с постоянной



Рис. 1. Диаграмма растяжения алюминий-литиевого сплава 1420 в координатах: нагрузка–удлинение (*a*), истинные напряжения–деформация (*b*), истинные скорость деформации–деформация (*c*). $T = 395^{\circ}$ С. Начальная скорость деформации $\dot{\varepsilon} = 1.7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

нагрузкой, часто вырождающаяся в точку, и наиболее длительная стадия разупрочнения. Суммарное удлинение в оптимальных условиях достигало 90.4 mm, что отвечает относительной деформации 1808%. Эта диаграмма является основным первичным документом, но не

¹ Истинная деформация использовалась при анализе сверхпластичности металлов при кручении в [16].



Рис. 2. Силовая (*a*) и температурная (*b*) зависимости скорости истинной деформации сплава 1420 на участке разупрочнения. Координаты соответствуют формуле (4). *a*) $\dot{\varepsilon} = 1.7 \times 10^{-1}$ (*1*, 2), 1.7×10^{-2} (3–5), 1.7×10^{-3} s⁻¹ (*b*). T = 395 (*1*,3), 370 (*2*, 4, 6), 320°C (5). Римскими цифрами обозначены усредненные прямые для 395 (*I*), 370 (*II*) и 320°C (*III*), n = 2.23. *b*) $\sigma_t = 20$ MPa, U = 0.98 eV.

отражает истинной зависимости деформации от напряжений. Поэтому была получена диаграмма, отражающая связь истинного напряжения с истинной деформацией в приближении равномерности деформации по длине образца (рис. 1, b). На ней тоже три стадии пластической деформации. Первая стадия, следующая за участком упругости, — весьма продолжительная (в отличие от диаграммы в условных координатах) стадия деформационного упрочнения. Вторая стадия — стационарная — короткая, но заметно более выраженная, чем на рис. 1, a. Ее характеризует постоянство σ_t . Третья стадия — стадия монотонного уменьшения σ_t с ростом ε_t , которая занимает примерно половину диаграммы деформации.

Чтобы определить, при каких скоростях истинной деформации происходит деформация на этих стадиях, была получена зависимость $\dot{\varepsilon}_t$ от ε_t при тех же условиях испытания (рис. 1, *c*). Видно, что ее характеризует монотонное падение скорости деформации с ростом деформации. Из сопоставления данных рис. 1, *b* и 1, *c* следует, что первой и третьей стадиям отвечают скорости деформации порядка 10^{-2} и 10^{-3} s⁻¹ соответственно. Первая скорость является характерной для СП деформации (СПД) за счет внутризеренного скольжения [17–20]. Вторая скорость типична для СПД, связанной со скольжением по границам зерен [9,21–23].

Анализ совокупности опытных данных с учетом литературных данных показал, что связь между $\dot{\varepsilon}_t, \sigma_t$ и *T* наиболее адекватно описывает известное уравнение

$$\dot{\varepsilon}_t = \dot{\varepsilon}_{t0} \times \exp(-U/kT)$$
$$= A(\sigma/\sigma_0)^n T^{-1} \times \exp(-U/kT), \qquad (4)$$

где в случае СПД $n \approx 2$, U — энергия активации СПД, k — постоянная Больцмана, A — постоянная,

 σ_0 — параметр, введенный из соображений размерности, $\sigma_0=1\,{\rm MPa}.$

Оценки значений *n* и U по данным наших опытов проводили, используя стандартные методики. Так, для оценки величины *n* получали зависимости $\dot{\varepsilon}_t$ от σ_t при разных температурах в области СП. Полученные зависимости для третьей стадии приведены на рис. 2, а. Здесь толстые сплошные и штриховые линии отвечают опытам. Легко видеть, что для всех температур с достаточно хорошим приближением можно провести усредненные прямые, наклон которых дает $n = 2.23 \pm 0.10$. Это значение *n* с весьма высокой точностью совпадает с величиной n = 2 в уравнении (4). Экспериментальное значение энергии активации пластической деформации на третьей стадии определяли в соответствии с (4) по углу наклона зависимости, представленной на рис. 2, b. Полученное значение составило $U = 0.98 \, \text{eV}$. Здесь учтено, что температура входит в (4) не только в экспоненту, но и в знаменатель предэкспоненциального члена. Без учета этого обстоятельства получили $U = 0.94 \, \text{eV}.$ Различие не является существенным. Определив параметры *n* и *U*, вычислили значение $A = 1.6 \times 10^{6} \,\mathrm{K} \cdot \mathrm{s}^{-1}$. Данные значения энергии активации СПД находятся в согласии с энергией самодиффузии по границам зерен $Q_{sb} = W + R_{sb} = 0.99 \,\mathrm{eV}$, где $W = 0.8 \,\mathrm{eV} \,[24]$ — энергия образования вакансий и $R_{sb} = 0.19 \, \text{eV} \, [25]$ — энергия их миграции по границам зерен или вдоль дислокаций (трубочная диффузия).

Выше изложены результаты анализа третьей стадии. Обратимся теперь к первой стадии. Чтобы использовать для нее (4), следует из массива данных $\{\dot{\varepsilon}_t, \sigma_t, T\}$ про-извести такие выборки, которым, как можно было бы считать, соответствует одинаковая структура. В первом



Puc. 3. To see, что на рис. 2, на участке упрочнения. *a*) $\varepsilon_t = 1$, T = 395 (1), 370 (2), 320°C (3), n = 2.23. *b*) $\varepsilon_t = 0.5$, $\dot{\varepsilon} = 1.7 \times 10^{-1}$ (4), 1.7×10^{-2} (5), 1.7×10^{-3} s⁻¹ (6). U = 1.4 eV.

приближении можно выбрать точки диаграмм с одинаковой величиной деформации ε_t .

По такому принципу были выбраны семейства $\{\hat{\varepsilon}_t, \sigma_t, T\}$ для $\varepsilon_t = 0.5$ и 1. В качестве примера на рис. 3, *а* приведена зависимость $\dot{\varepsilon}_t(\sigma_t)$ для $\varepsilon_t = 1$, демонстрирующая справедливость выражения $\dot{\varepsilon}_t \sim \sigma_t^n$, где n = 2.23. Данные для $\varepsilon_t = 0.5$ аналогичны. Температурная зависимость $\ln \dot{\varepsilon}_t - T^{-1}$ при $\sigma_t = \text{const}$ и разных скоростях растяжения в модифицированных координатах для $\varepsilon_t = 0.5$ представлена на рис. 3, *b*. Полученное значение энергии активации U = 1.4 eV. Оно согласуется с энергией самодиффузии в объеме зерен (1.4-1.5 eV [24,26-29]). Данные для $\varepsilon_t = 1$ аналогичны. Анализ приведенных на рис. 3 данных показал, что предэкспоненциальный член $\dot{\varepsilon}_{t0} = 5 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$.

Представляется естественным деформацию на первой стадии, стадии упрочнения, и само упрочнение связать с движением и взаимодействием дислокаций. Тогда параметр $\dot{\varepsilon}_{t0}$ следует представить в виде

$$\dot{\varepsilon}_{t0} = \rho b \lambda \nu, \tag{5}$$

где ρ — плотность подвижных дислокаций, b — величина вектора Бюргерса, λ — длина пробега дислокаций после преодоления барьера, ν — частота атаки барьеров. Оценим нижнюю границу величины λ . Для этого из формулы

$$\sigma = Gb\sqrt{\rho},\tag{6}$$

где G — модуль сдвига, найдем максимальную плотность дислокаций, взяв соответствующее концу рассматриваемой стадии максимальное значение $\sigma = 20$ MPa (рис. 1, *b*). При этом учтем, что частота атаки не может превышать дебаевскую, воспользуемся экспериментально найденным значением $\dot{\varepsilon}_{t0}$ и примем $b = 3 \times 10^{-8}$ cm [23] и G = 28.5 GPa [30]. В результате получим, что длина пробега должна удовлетворять условию $\lambda \ge 3 \times 10^{-4}$ cm, что отвечает среднему размеру зерен. Заметим, для всех известных механизмов движения дислокаций $\lambda \le b$.

В целом из всего изложенного выше следует, что СПД на первой стадии обусловлена кооперативным действием всех структурных элементов, не исключая проскальзывание по границам зерен, при доминировании внутризеренной деформации скольжением дислокаций. Представляется разумным, что она осуществляется процессами, подобными тем, которые ответственны за ползучесть металлов при умеренных температурах [20,31–33] и СП алюминия при кручении [17–20] в условиях динамической рекристаллизации "на месте" (или динамической рекристаллизации на уровне субзерен).

Полученные столь разные значения энергий активации, отвечающих первой и третьей стадиям, свидетельствуют о протекании пластической деформации на этих стадиях по разным механизмам. Тогда, естественно, вторая стадия является переходной от одного механизма к другому и определение для нее параметров уравнения (4) нецелесообразно.

Для повышения достоверности получаемых результатов были выполнены опыты по методике определения величины n с использованием скачков скорости растяжения от V_1 до V_2 или от V_2 до V_1 и измерения величин



Рис. 4. Диаграмма нагрузка–удлинение сплава 1420 при $T = 370^{\circ}$ С и скачках скорости деформации от 0.5 (1) до 1.0 сm/min (2) и обратно (a), b — рассчитанные по данным (a) значения параметров n и m.

нагрузки P_1 при V_1 и P_2 при V_2 . Заметим, что эти опыты позволяют также проверить верность выполненного выше анализа диаграмм растяжения и параметров уравнения (4).

Значение *п* находили по известной формуле

$$n = m^{-1} = \left[\ln(P_2/P_1) / \ln(V_2/V_1) \right]^{-1}$$
(7)

где *m* — параметр скоростной чувствительности напряжения течения.

Пример первичной диаграммы $P(\Delta l)$ при скоростях растяжения $V_1 = 0.5$ и $V_2 = 1.0$ сm/min и оптимальных для СПД условиях представлен на рис. 4, *a*. Результаты определения параметров *n* и *m* приведены на рис. 4, *b*. Видно, их значения для первой и третьей стадий практически совпадают и составляют 2.05 ± 0.05 и 0.49 ± 0.01 соответственно. Они также хорошо согласуются с величинами *n*, полученными для этих стадий в приведенном выше анализе.

Полученные значения деформации до разрушения и параметров *m* и *n* в уравнении (4) являются общепризнанными как отвечающие СПД.

Таким образом, в настоящей работе установлена стадийность протекания СПД и получены зависимости скорости истинной деформации от температуры и напряжений для стадий деформационного упрочнения и разупрочнения. Показано, что условные деформации сплава достигают значений 1800% и для обеих стадий параметры скоростной чувствительности напряжений $n \approx 2$ и $m \approx 0.5$, что действительно отвечает СП.

Деформация на стадии упрочнения диаграммы протекает со скоростью $\dot{\varepsilon}_t \approx 10^{-2} \, {\rm s}^{-1}$ и контролируется самодиффузией в объеме зерен, что характерно для СПД за счет внутризеренного скольжения. Ей отвечает динамическая рекристаллизация "на месте" (или динамическая рекристаллизация на уровне субзерен).

На стадии разупрочнения деформация протекает со скоростью $\dot{\varepsilon}_t \approx 10^{-3} \, {
m s}^{-1}$ и контролируется самодиффу-

зией по границам зерен, что типично для СПД мелкозеренных материалов, обусловленной скольжением по границам зерен.

Список литературы

- [1] И.Н. Фридляндер. Алюминиевые деформируемые конструкционные сплавы. Металлургия, М. (1979). 208 с.
- [2] И.Н. Фридляндер, В.С. Сандлер. В кн.: Металловедение алюминиевых сплавов. Наука, М. (1985). С. 40.
- [3] И.Н. Фридляндер. Металловедение и термическая обработка металлов 4, 2 (1990).
- [4] I.N. Fridlyander. Aluminium-lithium alloys **3**, 1359 (1989).
- [5] И.Н. Фридляндер, В.С. Сандлер, З.Н. Арчакова. В кн.: Алюминиевые сплавы. Промышленные алюминиевые сплавы. Металлургия. М. (1984). С. 207.
- [6] Registration record of international alloy designation and chemical composition limits for wrought aluminium and wrought aluminium alloys. The aliuminium association (1985). 20 p.
- [7] I.N. Fridlyander, N.I. Kolobnev, L.V. Khokhlatova, E.Yu. Semyonova. Aluminium 5, 11, 21 (1990).
- [8] И.Я. Новиков, В.К. Портной, И.Л. Константинов, Н.И. Колобнев. В кн.: Металловедение алюминиевых сплавов. Наука, М. (1985). С. 84.
- [9] М.Х. Рабинович, О.А. Кайбышев, В.Г. Трифонов. Металловедение и термическая обработка металлов (1981). С. 58.
- [10] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy, V.I. Kopylov. Russian Metallurgy 1, 99 (1981).
- [11] V.M. Segal. Mater. Sci. Eng. A197, 157 (1995).
- [12] M.V. Markushev, C.C. Bampton, M.Yu. Murashkin, D.A. Hardwick. Mater. Sci. Eng. A234–236, 927 (1997).
- [13] P.B. Berbon, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. Proc. TMS Meeting, Superplasticity and Superplastic Forming (1998). P. 127.
- [14] P.B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, T.G. Langdon. Proc. Hot Deformation of Aluminum Alloys II / Ed. by T.R. Bieler, L.A. Lalli, S.R. MacEwen. The Minerals, Metals and Materials Society (1998). P. 111.

- [15] М.М. Мышляев, Л.Д. Григорьева, М.А. Прокунин. Материалы XYIII Российской конференции по электронной микроскопии. ИПТМ РАН, Черноголовка (2000). С. 178.
- [16] И.Е. Куров, В.А. Степанов, В.В. Шпейзман. Физика металлов и металловедение. ЛПИ, Л. (1969). № 305. С. 71.
- [17] В.А. Лихачев, М.М. Мышляев, О.Н. Сеньков. Закономерности сверхпластического поведения алюминия при кручении. Институт физики твердого тела АН СССР, Черноголовка (1981). С. 1.
- [18] В.А. Лихачев, М.М. Мышляев, О.Н. Сеньков. Проблемы механики деформируемого твердого тела. Межвузовский сборник. ЛГУ, Л. (1982). № 14. С. 179.
- [19] V.A. Likhachev, M.M. Myshlyaev, O.N. Sen'kov. Laws of the Superlastic Behavior of Aluminum in Torsion. Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, CA (1987). P. 1.
- [20] М.М. Мышляев. Автореф. докт. дис. Черноголовка (1981).
- [21] М.В. Грабский. Структурная сверхпластичность металлов. Металлургия, М. (1975). 270 с.
- [22] О.А. Кайбышев. Пластичность и сверхпластичность металлов. Металлургия, М. (1975). 279 с.
- [23] О.А. Кайбышев. Сверхпластичность промышленных сплавов. Металлургия, М. (1984). 263 с.
- [24] J. Friedel Dislocations. Oxford, Pergamon press (1964).
 [Ж. Фридель. Дислокации. Мир, М. (1967). 643 с.].
- [25] Дж.П. Старк. Диффузия в твердых телах. Энергия, М. (1980). 239 с.
- [26] P.M. Brick, A. Phillips. Trans. Met. Soc. AIME **124**, 331 (1937).
- [27] A.H. Beerwald. Z. Electrochem. Phys. Chem. 45, 789 (1939).
- [28] J.E. Dorn. Creep and Recovery. American Society for Metals, Cleveland (1957). Р. 255. [Дж. Е. Дорн. В сб.: Ползучесть и возврат. Металлургиздат, М. (1961). С. 291].
- [29] G.B. Gibbs. Mem. Sci. Rev. Metallurgie 62, 841 (1965).
- [30] И.Н. Фридляндер, К.В. Чуистов, А.Л. Березина, Н.И. Колобнев. Алюминий-литиевые сплавы. Структура и свойства. Наук. думка, Киев (1992). 192 с.
- [31] М.М. Мышляев. Ползучесть и дислокационная структура кристаллов при умеренных температурах. Черноголовка, ОИХФ АН СССР (1977). 44 с.
- [32] M.M. Myshlyaev. Dislocation Creep. Annual Reviews of Material Sci. 11, 31 (1981).
- [33] M.M. Myshlyaev. Basic Processes of Creep and Their Investigation in the EM. Kristall und Technik 14, 10, 1185 (1979).