05

Механические свойства и особенности диссипации энергии в ультрамелкозернистых алюминиевых сплавах АМЦ и В95 при динамическом сжатии

© А.Н. Петрова, И.Г. Бродова, О.А. Плехов, О.Б. Наймарк, Е.В. Шорохов

Институт механики сплошных сред УрО РАН, 614013 Пермь, Россия e-mail: poa@icmm.ru

(Поступило в Редакцию 22 августа 2013 г.)

Экспериментально исследованы термомеханические характеристики ультрамелкозернистых алюминиевых сплавов АМц и B95 со средним размером кристаллитов 200-600 nm при динамическом сжатии. Исследуемые материалы получены методом динамического канально-углового прессования. Установлено, что предыстория деформации сплавов и начальные характеристики их структурного состояния влияют на процессы последующей пластической деформации и диссипации приложенной энергии. Исследования термодинамики процессов деформирования в сочетании со структурными исследованиями до и после процесса динамического сжатия позволили установить основные механизмы структурной релаксации материалов в процессе динамического сжатия и определить диссипативную способность различных дефектных структур.

Введение

Эволюция структуры металлических материалов при пластическом деформировании является объектом интенсивных исследований специалистов различных специальностей на протяжении многих лет. В настоящие время детально исследованы и качественно описаны процессы эволюции структуры материала при пластическом деформировании в широком диапазоне интенсивностей [1-4]. В рамках теории пластичности построены механические модели деформирования металлов, описывающие баланс энергии в процессе деформации, с учетом эволюции различных структурно-чувствительных параметров [5-8]. Анализ опубликованных результатов показал отсутствие работ, посвященных комплексному структурно- механическому исследованию процесса деформирования, в которых бы результаты механического и термодинамического исследований процесса деформирования напрямую сопоставлялись с результатами структурных исследований.

Особенно остро вопрос понимания термодинамических особенностей эволюции структуры стоит в прогнозировании свойств конструкций из ультрамелкозернистых (УМЗ) (ultrafine-grained — UFG) металлов. Измельчение зерна, рассматриваемое в последнее время как один из перспективных способов повышения механических свойств материалов, приводит к необходимости исследования свойств и создания моделей поведения сильновзаимодействующих ансамблей дефектов высокой плотности.

Одним из эффективных методов исследования термодинамики пластического деформирования металлов является инфракрасная термография [5–9]. В работе [9] был исследован эффект аномальной диссипации энергии при динамическом сжатии УМЗ титана. Было показано, что доля диссипированной энергии в УМЗ титане выше, чем в крупнозернистом, и слабо зависит от скорости и интенсивности деформирования.

В настоящей работе продолжено исследование особенностей диссипации энергии в металлах с мелким размером зерна в процессе динамического сжатия в разрезном стержне Гопкинсона-Кольского на примере алюминиевых сплавов Al-Mn (AMц) и Al-Zn-Mg-Cu (В95), имеющих УМЗ структуру, созданную методом динамического канально-углового прессования (ДКУП) (dynamic channel angular pressing — DCAP) [10]. Данные материалы являются соответственно сплавами со слабым твердорастворным и сильным твердорастворным и дисперсионным упрочнением. Вследствие различной подвижности дислокаций, зависящей от степени легирования алюминиевого твердого раствора и наличия дисперсных вторичных фаз, в исследованных сплавах действуют различные механизмы структурной релаксации в процессе пластического деформирования, что приводит к формированию широкого спектра структурных состояний. Как показали структурные исследования [11–13], в сплавах АМц и В95 при различных режимах ДКУП формируются структурные состояния, характеризующиеся различным размером фрагментов структуры в диапазоне 200-600 nm, механизмами образования, уровнем внутренних напряжений, состоянием межзеренных границ, спектром разориентировок границ, соотношением фрагментированной структуры и структуры динамической рекристаллизации.

Основной особенностью настоящей работы является комплексный подход, включающий в себя детальный анализ структуры материала до и после процесса деформирования и сопоставление результатов структурных исследований с результатами механических и термодинамических испытаний.

В результате экспериментов по динамическому сжатию образцов со скоростями деформации $10^3 \, s^{-1}$ установлено, что структурные особенности УМЗ сплавов

Таблица 1. Характеристики исследованных материалов

Марка сплава	Химический состав, wt.%	Фазовый состав
АМц (А3003)	Al-1.5Mn-0.1Zn-0.5Cu-0.6Si-0.7Fe	Слаболегированный однофазный Аl-твердый раствор (HB = 30)
B95 (A7075)	Al-7.0Zn-2.3Mg-1.8Cu-0.5Si-0.5Fe-0.25Cr	Пересыщенный Al-твердый раствор, дисперсоиды тугоплавких металлов, упрочняющая фаза MgZn ₂ (HB = 68)

оказывают существенное влияние на термодинамику процесса деформирования и механические свойства материалов.

1. Материалы и методика эксперимента

Исследовали УМЗ сплав АМц и УМЗ сплав В95. Химический и фазовый составы сплавов представлены в табл. 1.

Характеристики структурного состояния в сплавах сильно зависят от условий ДКУП. Методами электронной микроскопии установлено, что наибольшее влияние на процесс измельчения структуры сплавов оказывают скорость движения образца и степень накопленной деформации, зависящая от числа циклов прессования. При ДКУП [10,11] образец продавливается в матрице через два пересекающихся под углом 90° канала с помощью воздействия импульсных источников энергии. Таким образом, при обработке материалов данным методом большие пластические деформации реализуются со скоростью порядка $10^3 - 10^5 \text{ s}^{-1}$. Начальная скорость движения образца в матрице — V — в различных экспериментах составляла 150, 300 m/s, число циклов прессования N — 1, 2, 4. Повторные проходы осуществляли по маршруту В. В табл. 2 представлены режимы обработки заготовок из сплавов АМц и В95.

Исследование механического поведения УМЗ образцов было проведено в условиях динамического сжатия с использованием разрезного стержня Гопкинсона (РСГ) при скоростях деформации $(4-6) \cdot 10^3 \, \text{s}^{-1}$. Также были исследованы образцы крупнокристаллических (КК) (coarse-grained — CG) сплавов. Схема установки для ди-

Таблица 2. Условия деформации образцов методом динамического канально-углового прессования

Марка сплава	V, m/s	Ν
	150	1
АМц		4
(A3003)	300	4
		1
B95	150	1
(A7075)		2

намических испытаний соответствует схеме, описанной в [9].

В процессе динамического сжатия распределение температуры на поверхности образца регистрировалось инфракрасной камерой FLIR SC 5000 (спектральный диапазон $3-5\mu$ m, температурная чувствительность 0.025 K, частота съемки 3 kHz, пространственное разрешение 0.2 mm). Имея данные об изменении температуры образца в процессе деформации, можно определить долю диссипированной и запасенной энергии [9]. В условиях динамического нагружения потери тепла в процессе обмена с окружающей средой пренебрежимо малы, в результате доля диссипированной энергии может определяться как

$$\beta_d = \frac{E_2}{E_1}$$

где E_1 — энергия, затраченная на деформирование образца, E_2 — энергия, преобразованная в тепло в результате деформирования.

Тонкую структуру образцов до и после деформации исследовали с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) тонких фольг на микроскопах JEM-200CX при ускоряющем напряжении 200 kV и Philips CM-30 при ускоряющем напряжении 300 kV. Средний размер фрагментов структуры рассчитывали по темнопольным электронно-микроскопическим снимкам с помощью промышленного программно-аппаратного комплекса анализа изображений SIAMS 700. При этом обрабатывалось не менее 300 структурных фрагментов для получения статистически достоверных результатов.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили в Со K_{α} излучении на дифрактометре ДРОН-3. С помощью программы Profile методом аппроксимации осуществляли обработку профилей рентгеновских линий. По эффекту уширения рентгеновских линий определяли значения среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки материалов $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ и плотности решеточных дислокаций.

Для определения твердости *H* материалов использовали прибор ПМТ-3. Для всех исследованных состояний нагрузка при вдавливании алмазной пирамидки составляла 0.2 N, выдержка под нагрузкой — 5 s. При используемой нагрузке относительная ошибка измерения диагонали отпечатка составляет не более 10%.

Макротвердость образцов, полученных методом ДКУП, измеряли на поперечных металлографических шлифах при испытаниях по Бринеллю при нагрузке 250 kg и диаметре шарика 10 mm. Для каждого образца проводили не менее 3 вдавливаний индентора.

2. Результаты исследований и их обсуждение

2.1. Диссипация энергии и механические свойства УМЗ сплава В95

Расчет отношения энергии, преобразованной в тепло, к энергии, затраченной на деформирование УМЗ сплава В95 для образцов, имеющих различную предысторию, показал, что при увеличении степени предварительно накопленной деформации (N = 2) диссипативная способность УМЗ материала сильно возрастает. Доля диссипированной энергии в 1.8 раз превышает соответствующую характеристику для КК сплава (рис. 1).

Такое поведение материала при динамическом сжатии объясняется формированием УМЗ неравновесной сильнодеформированной структуры в результате развития процесса фрагментации при увеличении накопленной деформации при ДКУП. Так, в сплаве В95 после однократного ДКУП формируется зеренно-субзеренная структура (рис. 2, а). Средний размер зерен составляет 200 nm. После двукратного прессования формируется высокоразориентированная структура, состоящая в основном из кристаллитов, разделенных большеугловыми неравновесными границами (рис. 2, b). Средний размер кристаллитов не изменяется и составляет 200 nm, однако двукратное ДКУП приводит к увеличению в структуре доли кристаллитов, имеющих размер менее 100 nm. Результаты расчета значений среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ (рис. 3) и плотности решеточных дислокаций деформированного сплава свидетельствуют об усилении внутренних напряжений с ростом циклов ДКУП. Плотность решеточных дислокаций увеличивается в 5 раз после первого цикла прессования и составляет 4.5 · 10¹⁴ m⁻², а повторный цикл прессования приводит к дальнейшему повышению плотности решеточных дислокаций до 10¹⁵ m⁻².



Рис. 1. Влияние количества циклов предварительной деформации N методом ДКУП на долю диссипированной энергии в процессе динамического сжатия образцов (скорость деформации $6 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$).



Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения структуры сплава В95, деформированного методом ДКУП: a - N = 1, b - N = 2.



Рис. 3. Зависимость среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки сплава В95 от числа циклов ДКУП.

При динамическом сжатии происходит процесс интенсивной пластической деформации образцов, что отражается на их структурных характеристиках и свойствах. На основании данных РСА и ПЭМ установлено, что состояние материала после динамического сжатия напрямую зависит от исходного состояния (размера зерна, уровня напряженного состояния, дислокационной структуры и дефектности границ зерен). В частности, субзеренная структура КК образца (рис. 4, *a*) трансформируется в дисперсную структуру с высокой плотностью дислокаций, которые выстраиваются в стенки, образуя малоугловые границы (рис. 4, *b*), средний размер фрагментов структуры уменьшается в 6 раз с $1.5-2 \mu$ m до 300 nm (рис. 4, *c*). В отличие от КК образцов, динамическое сжатие ДКУП образцов не приводит к изменению размеров кристаллитов, структурные изменения УМЗ сплава связаны в основном с преобразованием границ и дислокационного ансамбля. На светло-



Рис. 4. Трансформация структуры КК образца из сплава В95 в процессе динамического сжатия: *а* — светлопольное ПЭМ изображение исходной субзеренной структуры, *b* светлопольное ПЭМ изображение, *с* — темнопольное ПЭМ изображение структуры после динамического сжатия.



Рис. 5. Структура полученного методом ДКУП УМЗ образца (*N* = 2) после динамического сжатия.



Рис. 6. Изменение среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки алюминия (*a*) и твердости (*b*) КК и УМЗ сплава В95 при динамическом сжатии.

польных снимках (рис. 5) видно, что после динамического сжатия на стыке двух фрагментированных кристаллитов возникают мелкие бездефектные зерна, являющиеся зародышами последующей рекристаллизации. По всем признакам в материале прошел динамический возврат и уменьшилось количество зернограничных дефектов. Данные структурные изменения в ДКУП образцах после сжатия подтверждаются результатами РСА и измерениями твердости (рис. 6). Из данных по изменению среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки следует, что состояние УМЗ сплава становится менее напряженным, а КК аналога более напряженным (рис. 6, *a*). Плотность решеточных дислокаций в КК сплаве повышается с $9.5 \cdot 10^{13}$ до $2 \cdot 10^{14}$ m⁻². Твердость исходного КК сплава повышается, а УМЗ образцов понижается (рис. 6, *b*).

Таким образом, замена фрагментированной структуры на структуру динамического возврата в УМЗ сплаве сопровождается возрастанием доли диссипированной энергии при динамическом сжатии. При динамическом сжатии исходно КК сплава часть энергии деформации расходуется на образование новых большеугловых и малоугловых границ, решеточных и зернограничных дефектов, при этом возникают дальнодействующие поля внутренних напряжений, которые определяют размер "накопленной" энергии (конфигурационный вклад в общем балансе энергии пластической деформации).

На рис. 7 представлены деформационные зависимости для сплава B95 в УМЗ и КК состояниях при различной скорости деформирования. Скорость деформирования регулировалась изменением начальной скорости удар-



Рис. 7. Зависимость напряжения от деформации для КК и УМЗ образцов сплава B95 с различной предысторией при скорости деформации $4 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}(a)$, зависимость напряжения от деформации для УМЗ образцов (*b*) при скорости деформирования $4 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$.

ника, что дало возможность исследовать скоростную чувствительность этих материалов в интервале скоростей деформации $(4-6) \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$. Средний динамический предел текучести УМЗ сплава выше на 10-15% по сравнению с КК сплавом (рис. 7, *a*).

При увеличении скорости деформации динамические механические характеристики УМЗ сплава В95 проявляют обратную скоростную чувствительность: динамический предел текучести снижается на 30%. Такие изменения механических характеристик с ростом скорости динамического сжатия обусловлены снижением дефектности границ зерен и сменой механизма внутризеренного дислокационного скольжения на механизм зернограничного проскальзывания. Возврат границ и снижение общего количества структурных дефектов, которое наблюдается при увеличении скорости динамического сжатия ДКУП образцов, сопровождается уменьшением внутренних напряжений. Последнее должно увеличивать долю энергии, перешедшей в тепло. Данный факт подтверждается результатами измерений: доля диссипированной энергии при скорости деформирования $4 \cdot 10^3 \, \text{s}^{-1}$ составила 0.62, а при скорости деформирования $6 \cdot 10^3 \, \mathrm{s}^{-1} - 0.8$.

2.2. Диссипация энергии и механические свойства УМЗ сплава АМц

Установленные для сплава B95 закономерности взаимосвязи размера зерна с процессом накопления энергии при деформации были подтверждены результатами экспериментов по динамическому сжатию образцов из сплава АМц. Кроме того, ранее в работах [11,14] было показано, что изменение условий деформации ДКУП приводит к реализации кроме процесса фрагментации процесса динамической рекристаллизации. Таким образом, сплав АМц, подвергнутый ДКУП, является подходящим материалом для изучения диссипативной способности структур различной дефектности. Условия формирования фрагментированной и рекристаллизованной структур в сплаве АМц при ДКУП представлены в табл. 3.

Для УМЗ сплава АМц исследовалось влияние степени деформации на долю диссипированной энергии. Регистрация температуры образцов при динамическом сжатии со скоростью $6 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ УМЗ образцов с фрагментированной структурой (V = 150, 300 m/s, N = 1) показала, что сплав в таком состоянии проявляет сильную чувствительность к степени деформации. Средняя температура и доля диссипированной энергии снижаются на 44% (со 180°С до 80–90°С) и 40% (с 0.96 до 0.56) соответственно при уменьшении степени деформации ε с 1.74 до 0.68 (степень деформации рассчитана как $\varepsilon = \ln(\frac{h_0}{h})$, где h_0 и h — начальная и конечная высоты цилиндрического образца).

Для выяснения дополнительных (кроме масштаба структуры) факторов, влияющих на диссипативную способность материала, были исследованы ДКУП образцы

Таблица 3. Эволюция структуры ДКУП образцов из сплава АМц в процессе динамического сжатия до степени деформации $\varepsilon = 0.82$ при скорости деформации $4 \cdot 10^3 \, {
m s}^{-1}$

Режим ДКУП	Масштаб структуры	Вид структуры до сжатия	Вид структуры после сжатия	Доля диссипированной энергии
$N = 1,$ $V = 150 \mathrm{m/s}$	400-600 nm	Фрагментированная	Структура динамического возврата	0.56
N = 4, $V = 300 m/s$	400-600 nm	Рекристаллизованная	Смешанная: рекристаллизован- ная + фрагментированная	0.49



Рис. 8. Структура сплава АМц с различной предысторией после динамического сжатия: a — исходный КК образец, b — образец после ДКУП N = 4, V = 300 m/s, c — образец после ДКУП N = 1, V = 150 m/s.

с равным размером кристаллитов, но разной степенью дефектности структуры. Проведено сравнение деформационного поведения в процессе динамического сжатия двух УМЗ состояний, сформированных в результате фрагментации и динамической рекристаллизации и отличающихся структурой БУГ и количеством решеточных и зернограничных дефектов. В табл. 3 на основании данных ПЭМ и инфракрасного сканирования показано, какие структурные изменения претерпевает УМЗ сплав в процессе динамического сжатия до степени деформации $\varepsilon = 0.82$ и как при этом меняется доля диссипированной энергии. Фрагментированная УМЗ структура обладает на 13% большей диссипативной способностью, чем УМЗ структура, сформированная в процессе динамической рекристаллизации.

Средний размер кристаллитов в сплаве АМц, имеющем рекристаллизованную структуру, после сжатия остается неизменным. Структурные исследования выявили признаки активизированного динамическим сжатием кристаллографического сдвига. В данном образце внутри кристаллитов наблюдаются скопления дислокаций высокой плотности и новообразовавшиеся малоугловые границы (рис. 8, а). Таким образом, при сжатии в этом образце вновь вступает в действие процесс фрагментации. Противоположно этим результатам образец, имевший до сжатия фрагментированную структуру с сочетанием малоугловых и большеугловых границ кристаллитов, претерпевает динамический возврат. Это отражается на образовании чистых от дислокаций равновесных границ, а также мелких бездефектных зерен — зародышей последующей рекристаллизации (рис. 8, b), и заметным снижением микротвердости (рис. 9).

Чем выше степень деформации такого образца, тем интенсивнее протекает возврат, что отражается на процессе тепловыделения. Благодаря циклическим изменениям структуры, связанным с чередованием при деформации процессов фрагментации, динамического возврата и динамической рекристаллизации, в сплаве АМц при динамическом сжатии реализуются различные каналы диссипации упругой энергии, меняющие количество накопленной энергии, и энергии, переходящей в тепло.

Динамическое сжатие КК сплава приводит к формированию в нем структуры со средним размером кристаллитов порядка 600 nm (рис. 8, *c*). В структуре



Рис. 9. Изменение твердости НВ сплава АМц с различной предысторией при динамическом сжатии.



Рис. 10. Деформационные кривые образцов из сплава АМц, полученные при динамическом сжатии: a - VM3 и КК сплав при деформации со скоростью $6 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$, b - КК сплав при различной скорости деформации.

наблюдаются кристаллиты с малоугловыми и большеугловыми границами, высокая плотность решеточных дислокаций $2.2 \cdot 10^{14}$ m⁻². Такая дисперсная структура схожа по характеристикам и механизму формирования (при фрагментации) со структурой образца после однократного ДКУП при V = 150 m/s. Микротвердость материала после сжатия (рис. 9) превышает исходную в 1.5 раза, что практически соответствует твердости образов после ДКУП.

Полученные в процессе динамического сжатия деформационные кривые для УМЗ сплава АМц показаны на рис. 10, *а*. Для них характерен повышенный, по сравнению с КК аналогом, динамический предел текучести. При скорости деформации $4 \cdot 10^3 \, {\rm s}^{-1}$ он в среднем составляет 330 MPa, что на 30% выше динамического предела текучести исходно КК сплава. На деформационных кривых УМЗ образцов четко наблюдается участок разупрочнения, что совершенно не характерно для КК сплава.

Повышение скорости деформации с $4 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ до $6 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ приводит к повышению на 22% динамического предела текучести КК сплава АМц (рис. 10, *b*). Такая скоростная чувствительность механических свойств характерна для крупнозернистых металлических материалов.

Выводы

1. По результатам инфракрасного сканирования процесса динамического сжатия УМЗ образцов из сплавов АМц и В95, полученных методом ДКУП, установлена структурно-чувствительная зависимость диссипативной способности материалов.

2. При сравнении с КК аналогом показано, что доля диссипированной энергии в УМЗ алюминиевых сплавах, полученных при разных режимах ДКУП, существенно выше. Данное повышение доли диссипированной энергии обусловлено разным количеством энергии, заключенной в полях напряжений структурных дефектов, в общем балансе энергии при высокоскоростной деформации. Если в процессе динамического сжатия протекают процессы, увеличивающие этот вклад, доля накопленной энергии возрастает, и наоборот, если преобладают процессы динамического возврата, то наблюдается рост диссипативной способности.

3. В условиях динамического сжатия в УМЗ сплаве В95 установлена обратная скоростная зависимость динамического предела текучести. С ростом скорости деформации (в диапазоне $(4-6) \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) динамический предел текучести понижается на 30%. Подобное поведение УМЗ материала объясняется изменением структурного состояния, снижением дефектности границ зерен и переходом от сдвигового к ротационному механизму пластической деформации.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы президиума РАН (проект № 12-П-2-1009) и РФФИ (проекты № 11-03-00047, № 12-01-33072).

Список литературы

- Конева Н.А., Козлов Э.В. Структурные уровни пластической деформации и разрушения / Под ред. акад. В.Е. Панина. Новосибирск: Наука, 1990. С. 123–186.
- [2] Бондарь М.П., Псахье С.Г., Дмитриев А.И., Никонов А.Ю. // Физическая мезомеханика. 2003. Т. 16. № 2. С. 5–13.
- [3] Мышляев М.М., Миронов С.Ю., Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г. // ДАН. 2010. Т. 430. № 5. С. 618–621.
- [4] Бадаева В.Ф., Каминский П.П., Хон Ю.А. // Физическая мезомеханика. 2002. Т. 5. № 6. С. 35–41.
- [5] Bever M.B., Holt D.L., Tichener A.L. // Prog. Mater. Sci. 1973.
 N 17. P. 1–190.
- [6] Rosakis P., Rosakis A.J., Ravichandran G., Hodowany J. // J. Mech. Phys. Solids. 2000. N 48. P. 581–607.
- [7] Плехов О.А. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 2. С. 143–146.
- [8] Oliferuk W., Maj M. // Eur. J. Mech. A. Solids. 2009. V. 28. N 2. P. 266–272.
- [9] Плехов О., Чудинов В., Леонтьев В., Наймарк О. // ПЖТФ. 2009. Т. 35. N 2. С. 82–90.
- [10] Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З. Способ динамической обработки материалов. Пат. 2283717 // Бюл. № 26. 2006. С. 64.
- [11] Brodova I.G., Shorokhov E.V., Petrova A.N., Shirinkina I.G., Minaev I.V., Zhgilev I.N., Abramov A.V. // Rev. Adv. Mater. Sci. 2010. N 25. P. 128–135.
- [12] Бродова И.Г., Ширинкина И.Г., Петрова А.Н., Шорохов Е.В., Насонов П.А. // Перспективные материалы. 2011. № 12. С. 60–65.
- [13] Brodova I., Shirinkina I., Petrova A. // Mater. Sci. Forum. 2011. Vol. 667–669. P. 517–521.
- [14] Ширинкина И.Г., Петрова А.Н., Бродова И.Г. Пилюгин В.П., Антонова О.В. // Физика металлов и металловедение. 2012. Т. 113. № 2. С. 181–186.