

07,01

Влияние структурного состояния на упругие и микропластические свойства алюминиевого сплава АД1

© М.В. Нарыкова, Б.К. Кардашев, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, А.И. Лихачев, О.В. Амосова

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 3 июля 2023 г.

В окончательной редакции 3 июля 2023 г.

Принята к публикации 4 июля 2023 г.

Представлены результаты исследования алюминиевого сплава АД1 в четырех структурных состояниях до и после интенсивной пластической деформации. Рассмотрено как исходное крупнозернистое состояние (состояние поставки), так и три мелкозернистых состояния, отличающихся друг от друга способом получения. Акустическим методом составного вибратора определены упругие и микропластические свойства (модуль упругости, декремент упругих колебаний, микропластическая деформация). Показано, что модуль упругости в значительной степени меняется под влиянием эволюции внутренних напряжений; затухание ультразвука после интенсивной пластической деформации растет благодаря увеличению площади границ зерен.

Ключевые слова: алюминий АД1, модуль упругости, микрокристаллический алюминий, декремент упругих колебаний, микропластическая деформация.

DOI: 10.21883/FTT.2023.08.56158.139

1. Введение

Алюминиевые сплавы широко применяются в различных отраслях промышленности, что вызывает интерес для дальнейшего повышения их прочностных свойств и увеличения срока эксплуатации изделий из этого сплава. Одним из способов повышения механических свойств являются подходы, основанные на интенсивной пластической деформации (ИПД) [1]. Термическая и деформационная обработка в процессе ИПД позволяют создавать текстурированную структуру, изменять фазовый состав, размеры зерен, распределение межзеренных границ, плотность дефектов [2,3]. Однако имеется трудность прогнозирования величины изменения механических свойств, поскольку необходим учет многих структурных факторов, особенно, если сплав имеет сложный состав. Алюминий марки АД1 содержит небольшое количество примесей, поэтому этот сплав можно с успехом использовать в качестве модельного материала при отработке новых технологий. Имеющиеся примеси могут способствовать термической и механической стабильности ультрамелкозернистых материалов, полученных методами ИПД [4,5].

Разработанная в [6] термомеханическая обработка, заключающаяся в сочетании различных видов прокаток, позволяет получать длинномерные заготовки. Такой способ был успешно реализован для получения титана с однородной ультрамелкозернистой структурой и высокими механическими свойствами [7] и впервые использован для создания ультрамелкозернистой структуры в исследуемом алюминии.

Известно, что модуль упругости (модуль Юнга) позволяет охарактеризовать уровень напряжений в элемен-

тах конструкций. Одним из наиболее точных методов определения упругих характеристик твердых тел является акустический метод. Применение этого метода для исследования упругих и микропластических свойств представляет интерес также для изучения причин изменения этих характеристик. К основным факторам, влияющим на их величину, можно отнести плотность дислокаций [8], образование микронесплошностей [9] и внутренние напряжения [10]. Для поликристаллов важным структурным фактором является размер зерен и наличие границ между ними.

В настоящей работе проводится сопоставление результатов структурных и акустических исследований алюминия АД1 до и после ИПД. Результаты исследований позволяют расширить существующие представления о свойствах ультрамелкозернистых материалов.

2. Образцы и методы исследований

Исследование проводилось на техническом алюминии марки АД1, элементный состав которого согласно паспорту содержит до 0.3 wt.% Fe, до 0.3 wt.% Si, до 0.15 wt.% Ti, до 0.1 wt.% Zn, до 0.05 wt.% Cu, до 0.05 wt.% Mg, до 0.025 wt.% Mn и до 0.05 wt.% других примесей.

В состоянии поставки (исходное состояние) алюминиевый сплав был представлен в виде прутка круглого сечения диаметром 30 mm. По режиму механо-термической обработки, разработанному для формирования субмикроструктурной (СМК) структуры в титане [11], было сформировано два состояния, обозначаемых далее как СМК-1 и СМК-2. Механо-термическая

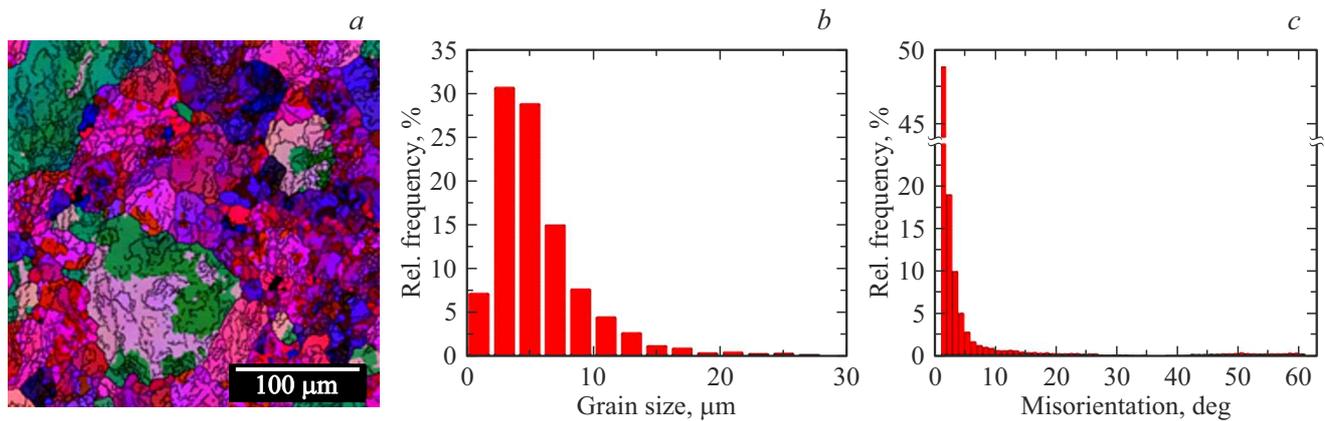


Рис. 1. Микроструктура алюминиевого сплава АД1 в исходном состоянии (состоянии поставки): карта распределений углов Эйлера (а), гистограмма зерен по размерам (b) и гистограмма углов разориентации границ зерен (с).

обработка состояла из нескольких этапов, сочетающих поперечно-винтовую и продольную прокатки. После прокатки прутки имели форму стержня круглого сечения диаметром около 7 мм. Отличие в процессе формирования субмикроструктурной структуры для указанных двух состояний состояло в температуре при финишной прокатке: СМК-1 проводилось при комнатной температуре, СМК-2 — с применением дополнительного охлаждения в жидком азоте. Из СМК-1 отжигом при температуре 250°C в течение одного часа было сформировано рекристаллизованное микроструктурное состояние, обозначаемое далее МК.

Структурные исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа (SEM) JSM 7001F (JEOL, Japan), оснащенного детектором HKL Nordlys EBSD (Oxford Instruments, England). Методом дифракции обратного рассеяния электронов (ДОРЭ) были получены карты кристаллографических ориентировок, построены гистограммы зерен по размерам и гистограммы границ зерен по углам разориентировки. Для приготовления полированных сечений использовалась установка MultiPrep 8 (Allied, San Francisco, CA, USA) с последовательным уменьшением абразивного зерна для механической шлифовки сечения. Финальная полировка поверхности сечения проводилась пучком аргоновых ионов на установке ионного травления и полировки (system of ion milling and polishing) 1061 SEM Mill (Fischione, Export, PA, USA).

Упругие и микропластические свойства (модуль Юнга E , декремент упругих колебаний δ и напряжение микропластического течения σ) определялись резонансным методом составного пьезоэлектрического вибратора [12]. Из центральной части круглых стержней изготавливались образцы прямоугольного сечения $1.4 \times 2.5 \text{ mm}^2$ длиной 25 мм. Испытания проводились на частоте около 100 кГц в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации ε , включающем линейную (амплитудно-независимую) и нелинейную (микропластическую) области. Модуль упругости определялся по формуле

$$E = 4\rho \cdot l^2 \cdot f^2, \quad (1)$$

где l — длина, ρ — плотность образцов, f — частота колебаний. Относительная погрешность определения собственной частоты образца методом двойного вибратора $\sim 10^{-3}$; относительная погрешность определения модуля упругости $\sim 4 \cdot 10^{-3}$.

Данные по микропластическим свойствам получают из измерений модуля E и декремента упругих колебаний δ , когда при больших ε в материале образца возникает нелинейное, амплитудно-зависимое поглощение $\delta_h = \delta - \delta_i$ и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга $(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i$. Здесь E_i и δ_i — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль E и декремент δ еще не зависят от ε .

Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить механические (микропластические) свойства материалов в привычных для обычных механических испытаний координатах „напряжение–деформация“. Для этого по оси ординат откладываются значения амплитуд колебательных напряжений $\sigma = E \cdot \varepsilon$ (закон Гука), а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация $\varepsilon_d = \varepsilon \cdot (\Delta E/E)_h$.

Определение плотности образцов проводов производилось гидростатическим методом на аналитических весах Shimadzu AUW 120D (Shimadzu Corporation, Japan) с использованием денситометрической приставки SMK-301. Данный метод был использован не только для определения интегральной плотности каждого из образцов ρ , но и для относительного изменения плотности образцов $\Delta\rho/\rho$ после различных обработок. Относительная погрешность определения плотности 0.02%.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

3.1. Структурные исследования

В исходном состоянии (до прокатки) структура представлена зернами преимущественно от 2 до 7 μm (рис. 1) с преобладанием малоугловых межзеренных границ.

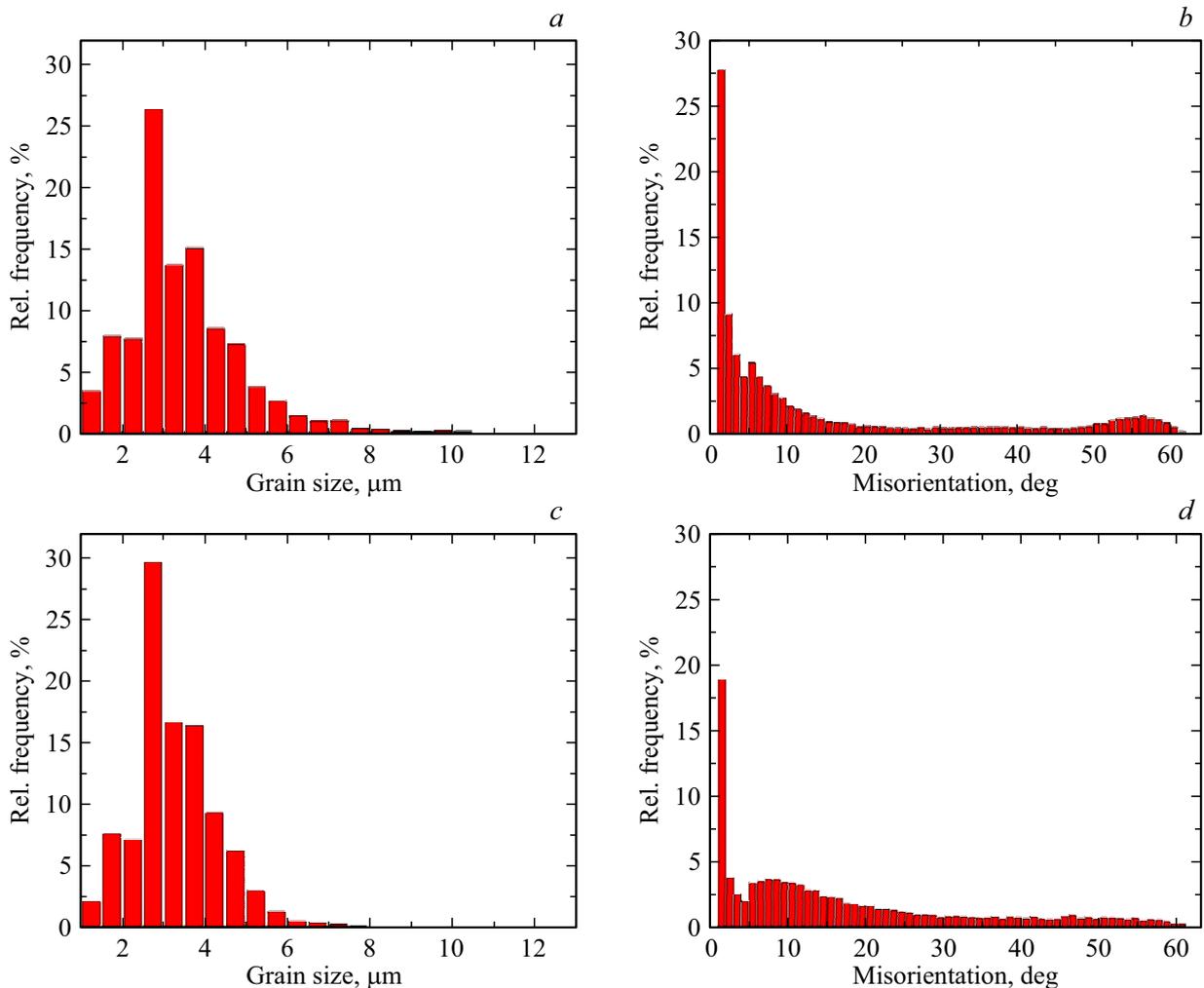


Рис. 2. Микроструктура алюминиевого сплава АД1 в СМК-1 состоянии — распределения зерен по размерам — *a, c* и углов разориентации границ зерен — *b, d* (*a, b* — центр, *c, d* — край).

При прокатке на состояние СМК-1 сформирована структура со средним значением размера зерна в поперечном сечении около 470 нм и относительно небольшой (~10%) долей зерен размером более 1 μm (согласно данным просвечивающей электронной микроскопии). Более 50% зерен имеют размер от 200 до 800 нм. Наблюдается средне выраженная радиальная текстура с осью текстуры, параллельной нормали к плоскости (110), направленной вдоль направления прокатки.

Применение жидкого азота на финишном этапе прокатки для формирования структуры СМК-2 привело к некоторому увеличению среднего размера зерна в поперечном сечении — до 500 нм. Размер крупных зерен здесь не превышал 1.8 μm, и в целом структура получилась более однородной по сравнению с состоянием СМК-1.

Для изучения однородности микроструктуры после прокатки был проведен ДОРЭ анализ в центре и с краю прутка (продольное сечение вдоль направления прокатки). Распределение зерен по размерам по сечению

прутка особенностей не выявило (рис. 2): структура в СМК-1 и СМК-2 представлена зернами от нескольких сотен нанометров до 10 μm. Зерна имеют несколько вытянутую форму в направлении прокатки.

При построении зависимостей углов разориентации для центральной части прутка и его края получены некоторые различия (рис. 2). В центральной части образца значительную долю составляют малоугловые границы (с разориентировкой до 10°) и наблюдается небольшой пик с разориентировками 50–60°. Для края прутка также характерно наличие преимущественно малоугловых межзеренных границ, но разориентации в диапазоне 25–60° никаких особенностей не имеют.

В рекристаллизованном МК-состоянии согласно данным просвечивающей электронной микроскопии средний размер зерен в поперечном сечении составляет около 1.5 μm. Кроме того, на гистограммах зерен по размерам обнаружены небольшие максимумы в области размеров 2 и 4 μm, размеры отдельных зерен достигают 7 μm.

Средний размер зерна, плотность ρ , модуль Юнга E_i , амплитудно-независимый декремент δ_i , напряжение микротекучести σ_s при неупругой деформации $\epsilon_d = 5.0 \times 10^{-8}$ и макроскопический предел текучести σ_f для различных состояний Al-АД1

Al-АД1 (состояние)	Размер зерна, nm	ρ , g/cm ³	E_i , GPa	δ_i , 10 ⁻⁵	σ_s , МПа	σ_f , МПа
Исходное	5000	2.7004	69.20	12.4	14.5	—
СМК-1	470	2.6970	69.33	34.1	17.0	128
СМК-2	500	2.6970	68.80	30.0	17.8	136
МК	1500	2.6989	68.16	12.3	11.4	90

3.2. Упругие и микропластические свойства

Основные результаты экспериментальных исследований настоящей работы представлены на рис. 3 и 4 и в таблице.

На рис. 3 показаны амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для различных структурных состояний алюминиевого сплава АД1. Зависимости $E(\epsilon)$ и $\delta(\epsilon)$ измерялись последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды при комнатной температуре. На рис. 4 из данных для $E(\epsilon)$, приведенных на рис. 3 и снятых при первом увеличении амплитуды, построены

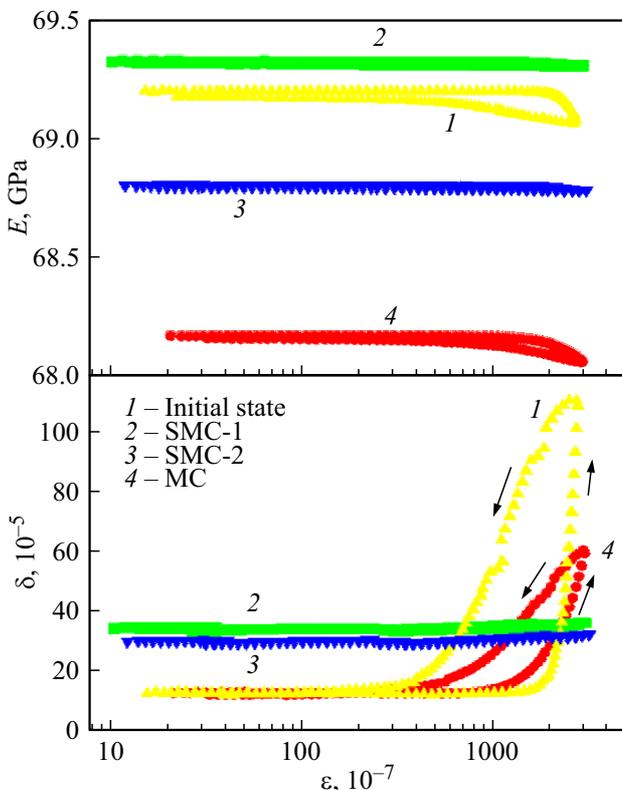


Рис. 3. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образцов алюминия АД-1 в различных структурных состояниях. Измерения выполнены при комнатной температуре.

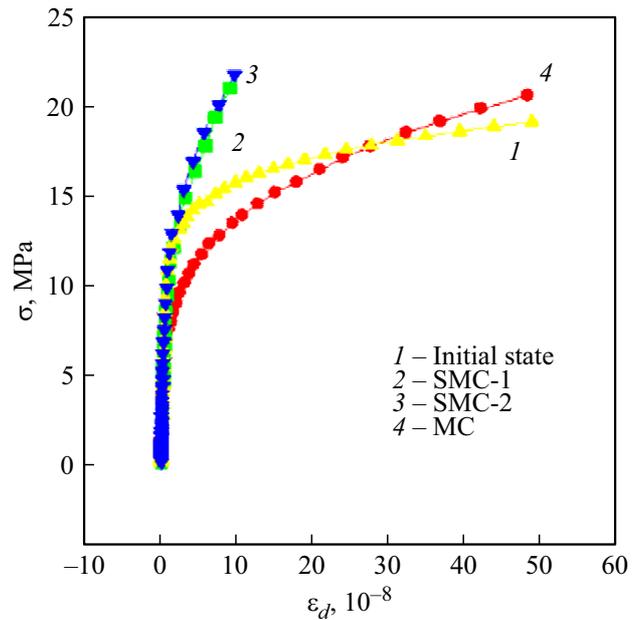


Рис. 4. Диаграммы микропластического деформирования образцов алюминия АД-1 в различных структурных состояниях.

диаграммы акустического деформирования $\sigma(\epsilon_d)$. В таблице приведены значения среднего размера зерна, плотности ρ , модуля Юнга E_i и амплитудно-независимого декремента δ_i , измеренных при малых амплитудах, и напряжения микротекучести σ_s при фиксированном значении неупругой деформации $\epsilon_d = 5.0 \times 10^{-8}$ и макроскопический предел текучести σ_f .

При рассмотрении полученных данных самое очевидное влияние ИПД (размера зерна) демонстрируют декремент δ и напряжение микропластического течения σ (аналогичные по характеру зависимости для алюминиевого сплава Al-0.2%Sc были получены авторами ранее [13]).

На рис. 3 и в таблице видно, что амплитудно-независимый декремент δ_i заметно растет при уменьшении размера зерна при переходе от исходного состояния к СМК-1 и падает при его увеличении от СМК-1 к МК. Интересно отметить, что δ_i уменьшается и при небольшом увеличении зерна у СМК-2 до 500 nm (470 nm у СМК-1). Объяснить этот эффект можно так: чем меньше размер зерна, тем больше площадь границ между зёрнами, на которых рассеивается энергия ультразвука.

Напряжения σ (рис. 4) и σ_s (таблица) также увеличиваются с уменьшением размера зерна. Это, по-видимому, связано с тем, что после ИПД в небольших по размеру зёрнах носителей неупругой деформации (дислокаций) становится меньше. Поэтому необходимо более высокое напряжение для того, чтобы достичь той же фиксированной деформации $\epsilon_d = 5.0 \times 10^{-8}$ (таблица).

Интересно отметить, что аналогичное поведение макромеханических свойств было выявлено и в результате

стандартных механических испытаний. Так, предел текучести σ_f (таблица) составил соответственно 90, 128 и 136 МПа — для МК, СМК-1 и СМК-2 состояний. Как видно из таблицы, наблюдается идентичность в характере изменения механических свойств на макро- и микроуровне.

При сравнении кривых $\sigma(\varepsilon_d)$ для крупнозернистых состояний (поставка и МК) видно (рис. 4), что при малых ε_d уровень σ для МК меньше, а при больших ε_d — больше. Это может быть связано с различным распределением дислокационных сегментов по длинам в том и другом материале. Действительно, согласно теории амплитудно-зависимого внутреннего трения [8,12] вид зависимостей декремента и дефекта модуля от амплитуды формируется точечными центрами закрепления дислокаций и их распределением вдоль дислокационной линии. Здесь при сравнении того и другого материала можно отметить синхронное поведение как $\sigma(\varepsilon_d)$ на рис. 4, так и $\delta(\varepsilon)$ на рис. 3.

На графике $\delta(\varepsilon)$ имеет место гистерезис для МК и исходного состояний и его практическое отсутствие для обоих ультрамелкозернистых состояний. В случае, когда амплитудные зависимости не совпадают друг с другом при последовательном увеличении и уменьшении амплитуды, можно считать, что дефекты, служащие эффективными стопорами для движений дислокаций, в процессе измерений смещаются, их распределение вдоль дислокационных линий заметно меняется [12].

Модуль Юнга ведет себя по-другому. Из рис. 3 и таблицы видно, что значения модуля E_i для каждого из состояний заметно отличаются. Формирование структуры СМК-1 привело к небольшому повышению модуля относительно исходного состояния — от 69.20 до 69.33 ГПа. Применение дополнительного охлаждения при прокатке на СМК-2 уменьшило модуль до 68.80 ГПа (относительно исходного состояния 69.20 ГПа). После рекристаллизационного отжига значение модуля E_i существенно уменьшилось и составило величину даже ниже, чем в состоянии поставки — до 68.16 ГПа.

Столь сложное поведение модуля можно объяснить целым рядом причин. Как известно, введение свежих дислокаций в образец в результате пластической деформации должно уменьшать модуль E_i и увеличивать декремент δ_i [8,12]. Падение модуля может произойти также в результате появления несплошностей в материале, что напрямую проявляется в уменьшении плотности согласно формуле (1). Рост E_i при увеличении δ_i объясняется увеличением уровня внутренних напряжений [10,14]. Таким образом, наблюдаемые в данной работе изменения модуля в результате ИПД и термообработок можно связать с дислокациями, плотностью материала образца и эволюцией внутренних напряжений. Преобладающее влияние высоких внутренних напряжений несомненно имеет место при формировании состояния СМК-1, где наблюдается самый высокий модуль.

4. Заключение

Формирование ультрамелкозернистой структуры в техническом алюминии АД1 привело к изменению упругих и микропластических свойств. Наблюдается заметное увеличение декремента и напряжения микропластического течения в ультрамелкозернистом состоянии. Обнаружено заметное влияние уровня внутренних напряжений на изменение модуля Юнга: более высокое значение в состоянии СМК-1 несомненно обусловлено влиянием дальнедействующих полей внутренних напряжений.

Благодарности

Авторы благодарят профессора Ю.Р. Колобова за проведение термомеханической обработки образцов АД1.

Финансирование работы

ДОРЭ-исследования выполнены с использованием оборудования федерального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. *Prog. Mater. Sci.* **51**, 4, 427 (2006).
- [2] Y. Cao, S. Ni, X. Liao, M. Song, Y. Zhu. *Mater. Sci. Eng. R* **133**, 1 (2018).
- [3] J. Gubicza. *Mater. Trans.* **60**, 7, 1230 (2019).
- [4] I. Saxl, L. Ilucová, M. Svoboda, V. Sklenička, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, P. Král. *Mater. Sci. Forum* **567**, 193 (2007).
- [5] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon. *J. Mater. Proc. Technol.* **117**, 3, 288 (2001).
- [6] Y.R. Kolobov. *Russ. Phys. J.* **61**, 4, 611 (2018).
- [7] В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, М.В. Нарыкова, Б.К. Кардашев, Е.В. Голосов, А.Г. Кадомцев. *ЖТФ* **81**, 11, 58 (2011).
- [8] G. Gremaud. *Mater. Sci. Forum* **366**, 178 (2001).
- [9] R. Chaim, J. Hefetz. *Mater. Sci.* **39**, 3057 (2004).
- [10] В.К. Кардашев, О.А. Плaksin, В.А. Stepanov, V.M. Chernov. *Phys. Solid State* **46**, 8, 1449 (2004).
- [11] М.Б. Иванов, А.В. Пенкин, Ю.Р. Колобов, Е.В. Голосов, Д.А. Нечаенко, С.А. Божко. *Деформация и разрушение материалов* **9**, 13 (2010).
- [12] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. *Упругость и дислокационная неупругость кристаллов*. Наука, М. (1985). 254 с.
- [13] В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, I. Saxl, Б.К. Кардашев, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова. *ФТТ* **52**, 8, 1517 (2010).
- [14] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев. *ФТТ* **48**, 8, 1421 (2006).

Редактор Т.Н. Василевская