

## Деформационное упрочнение и скачкообразная деформация ультрамелкозернистых поликристаллов твердого раствора Al–Li при температуре 0,5 К

Н.В. Исаев, С.Э. Шумилин, П.А. Забродин, В.Г. Гейдаров, Т.В. Григорова,  
В.С. Фоменко, И.С. Брауде, **В.В. Пустовалов**

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

Статья поступила в редакцию 25 марта 2013 г., после переработки 17 апреля 2013 г.

Изучено влияние микроструктуры, сформированной в результате интенсивной пластической деформации (ИПД) и отжига, на деформационное упрочнение и скачкообразную деформацию сплава Al–Li. Показано, что поликристаллы, подвергнутые ИПД, в ходе растяжения при температуре 0,5 К сохраняют значительную скорость деформационного упрочнения, обладают высокой прочностью и пластичностью. Вместе с тем, ИПД стимулирует неустойчивое (скачкообразное) течение поликристалла, обусловленное динамикой дислокаций, которое проявляется в виде скачков напряжения на кривой растяжения. Средняя амплитуда скачков растет с деформацией, а распределение амплитуд соответствует случаю коллективного движения дислокационных лавин, имеющих выделенный масштаб. В результате высокотемпературного отжига скачкообразная деформация частично подавляется, а распределение амплитуд скачков описывается степенным законом. Установлена взаимосвязь между коэффициентом деформационного упрочнения и средней амплитудой скачка напряжения, которая указывает на единую дислокационно-динамическую природу деформационного упрочнения и скачкообразной деформации при низких температурах. Наблюдаемые особенности низкотемпературной пластической деформации рассматриваются как следствие изменения размера зерна и плотности дислокаций в результате ИПД и отжига поликристалла.

Вивчено вплив мікроструктури, сформованої в результаті інтенсивної пластичної деформації (ІПД) та відпалу, на деформаційне зміцнення та стрибкоподібну деформацію сплаву Al–Li. Показано, що полікристали, які піддано ІПД, у ході розтягнення при температурі 0,5 К зберігають значну швидкість деформаційного зміцнення, мають високу міцність та пластичність. Разом з тим, ІПД стимулює нестійкий (стрибкоподібний) плин полікристала, обумовлений динамікою дислокацій, який проявляється у вигляді стрибків напруження на кривій розтягнення. Середня амплітуда стрибків росте з деформацією, а розподіл амплітуд відповідає випадку колективного руху дислокаційних лавин, які мають виділений масштаб. У результаті високотемпературного відпалу стрибкоподібна деформація частково згасає, а розподіл амплітуд стрибків описується степеневим законом. Установлено взаємозв'язок між коефіцієнтом деформаційного зміцнення та середньою амплітудою стрибка напруження, який вказує на єдину дислокаційно-динамічну природу деформаційного зміцнення та стрибкоподібної деформації при низьких температурах. Виявлені особливості низкотемпературної пластичної деформації розглядаються як наслідок зміни розміру зерна й щільності дислокацій у результаті ІПД і відпалу полікристала.

PACS: 62.20.F– Деформация и пластичность;  
**62.20.–x** Механические свойства твердых тел.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, деформационное упрочнение, скачкообразное течение, низкие температуры, сплав Al–Li.

## 1. Введение

Феноменологические модели пластической деформации ГЦК металлов рассматривают деформационное упрочнение кристалла как результат эволюции его дислокационной структуры [1–3]. Согласно общей схеме, средняя скорость деформационного упрочнения (ДУ) определяется балансом процессов накопления дефектов при взаимодействии дислокаций в разных системах скольжения и процессов динамического отдыха (recovery). При малых напряжениях (стадия II) формирование дислокационных скоплений приводит к упрочнению, которое слабо зависит от температуры и скорости деформации. На этой стадии скорость ДУ определяется длиной свободного пробега дислокаций, которая зависит, прежде всего, от плотности дислокаций и размера зерна поликристалла. При достаточно высоких напряжениях и температуре скопления дислокаций могут обходить удерживающие их препятствия путем поперечного скольжения, а дислокации противоположных знаков аннигилировать (стадия III). Эти процессы ведут к снижению средней скорости ДУ, т.е. к динамическому отдыху. Напряжение поперечного скольжения кристалла тем ниже, чем выше температура и энергия дефекта упаковки его кристаллической решетки [4].

Вследствие низкой энергии активации динамического отдыха разупрочнение крупнозернистых (КЗ) поликристаллов Al и большинства его сплавов, деформированных растяжением при комнатной температуре, наблюдается уже вблизи предела текучести, вызывая быструю локализацию деформации. Эффективная энергия активации динамического отдыха зависит от напряжения. Поэтому при фиксированной температуре скорость упрочнения и пластичность ультрамелкозернистых (УМЗ) поликристаллов ниже, чем КЗ аналогов из-за высоких значений деформирующего напряжения, обусловленного измельчением зерна и увеличением плотности дислокаций в ходе интенсивной пластической деформации (ИПД) [5,6]. При температурах жидкого азота, гелия и ниже вероятность поперечного скольжения и аннигиляции дислокаций в микроструктурных поликристаллах Al и его сплавах уменьшается, а скорость их ДУ и пластичность возрастают [7–10]. Экспериментальное подтверждение единого дислокационного механизма пластической деформации поликристаллов Al с размерами зерна 1–100 мкм при температурах ниже 40 К получено в [11]. Однако развитой теории деформационного упрочнения, учитывающей особенности эволюции дефектной структуры и движения дислокаций при низких и сверхнизких температурах, в настоящее время не существует.

Другой особенностью пластической деформации при низких температурах является ее скачкообразный характер. Явление, получившее название низкотемпе-

ратурная скачкообразная деформация (НТСД), наблюдалось в целом ряде металлов и сплавов с различной микроструктурой. Обзор экспериментальных, модельных и теоретических исследований, посвященных развитию НТСД, главным образом в монокристаллах и КЗ поликристаллах, сделан в [12].

В настоящее время установлено, что НТСД определяется совокупностью дислокационно-динамических и термических процессов. В ГЦК кристаллах роль триггера этих процессов могут играть упомянутые выше дислокационные скопления, которые образуются на стадии II перед мощными барьерами (например, сидячей дислокацией Ломер–Коттрелла) в плоскости скольжения [2]. Под действием приложенного напряжения скопления способны разрушать барьер или преодолевать его поперечным скольжением. Как показали исследования кинетики скачка напряжения, при достаточно высокой плотности барьеров цепная реакция приводит к локальному размножению и движению большого числа дислокаций (лавине), т.е. к локальному сдвигу решетки в условиях низкой энергии тепловых флуктуаций. Связанные с этим движением локальный разогрев и распространение теплового фронта могут приводить к стимуляции и корреляции деформационных процессов [13–15].

В режиме деформации с заданной скоростью отклик системы «образец–деформирующее устройство» на локальный сдвиг и разогрев проявляется в виде падения нагрузки (напряжения). Амплитуда и время скачка напряжения зависят от микроструктуры кристалла, условий эксперимента и характеристик нагружающего устройства [16–19]. Важно отметить, что предварительная деформация и связанное с ней накопление дефектов повышают степень неустойчивости дислокационной системы и мощность динамических процессов, способных формировать дислокационные лавины [13,15,18].

Таким образом, дислокационная природа ДУ и НТСД предполагает тесную связь этих явлений с дефектной структурой кристалла и ее эволюцией под влиянием внешних воздействий. В качестве основных параметров микроструктуры, ограничивающих длину свободного пробега дислокаций в ГЦК поликристаллах, часто рассматриваются плотность дислокаций и средний размер зерна. В связи с этим экспериментальное изучение низкотемпературной пластичности поликристалла в различных структурных состояниях представляет большой интерес. В качестве способа модификации микроструктуры в настоящее время успешно применяются методы ИПД [20,21]. Условием эффективности таких исследований в случае Al и его сплавов является максимально низкая температура, при которой эти материалы обладают значительным резервом равномерного удлинения, позволяющим изучать изменение скорости ДУ и развитие НТСД с ростом деформации. Перечисленные условия реализованы в данной работе.

Работа посвящена изучению влияния микроструктуры, сформированной в результате предварительной ИПД путем комбинированной гидроэкструзии, на деформационное упрочнение и скачкообразную пластическую деформацию поликристаллов сплава Al–Li в режиме растяжения с постоянной скоростью при температуре 0,5 К.

## 2. Методика

Исследован твердый раствор Al–3,8 ат.% Li с равновесным содержанием лития. Литые цилиндрические заготовки сплава подвергались гомогенизирующему отжигу, закалке и деформации при комнатной температуре путем комбинации прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии (УГЭ). Схема УГЭ Al–Li подробно описана в [22]. Теоретические основы и технология комбинированной гидроэкструзии изложены в [23]. Из цилиндрических заготовок, полученных в результате УГЭ, с помощью электроискровой резки и штампа вырезали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца после травления и механической полировки составляли 10×3×0,9 мм.

Микроструктура УМЗ образцов, полученных в результате УГЭ, изучалась методами оптической, трансмиссионной и растровой микроскопии. Методика и результаты структурных исследований также приведены в [22]. До низкотемпературных испытаний на растяжение образцы хранились при комнатной температуре в течение шести месяцев.

Полученные УМЗ образцы с размером зерна 1–3 мкм деформировали растяжением с постоянной скоростью  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  в деформационной установке с криостатом для жидкого гелия-3 при температурах 0,50–0,52 К. Методика эксперимента и технические характеристики установки, которая позволяет деформировать материалы при рекордно низких температурах до 0,44 К, описаны в [24]. В эксперименте регистрировали зависимости «нагрузка–время», которые перестраивали в координаты «истинное напряжение  $\sigma$  — истинная деформация  $\epsilon$ ». По кривым  $\sigma$ – $\epsilon$ , имевшим пилообразный вид, оценивали изменение среднего коэффициента деформационного упрочнения  $\theta \equiv d\sigma/d\epsilon$ , изменение средней амплитуды скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$ , где  $\sigma$  — напряжение течения в момент скачка, а также распределение амплитуд скачков напряжения.

Для изучения влияния микроструктуры часть образцов разгружали при некоторой промежуточной деформации, отжигали при двух различных температурах, а затем вновь деформировали при 0,5 К до разрушения. Отжиг УМЗ поликристаллов при температуре 373 К (порядка температуры рекристаллизации) в течение ~20 мин приводил к релаксации внутренних напряжений и незначительному росту зерен до 4–6 мкм. Отжиг

при 623 К (выше температуры рекристаллизации) в течение 2 ч вызывал быструю миграцию границ зерен [25], в результате которой средний размер зерен увеличился до 50 мкм. Наблюдали влияние отжига на форму кривой растяжения, среднюю амплитуду и статистику НТСД.

Изменение микроструктуры при деформации и отжиге контролировали стандартным методом рентгеновской дифрактометрии. Съемку на отражение проводили вдоль оси растяжения (методом  $\theta$ – $2\theta$ ) в фильтрованном  $\text{Cu-K}\alpha$  излучении с компьютерной обработкой данных. Путем анализа интенсивности и ширины дифракционных рефлексов определяли размеры областей когерентного рассеяния  $L$  и уровень средних микродеформаций  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  [26]. Полученные данные использовали для оценки средней плотности дислокаций в зависимости от деформации и отжига [27].

## 3. Результаты эксперимента

Кривые растяжения поликристаллов сплава Al–Li с различной микроструктурой представлены на рис 1. Кривая I соответствует УМЗ образцу, деформированному после УГЭ, а кривая II — КЗ образцу, полученному путем отжига УМЗ образца при температуре 623 К в течение 2 ч. До отжига, согласно данным [22], средний

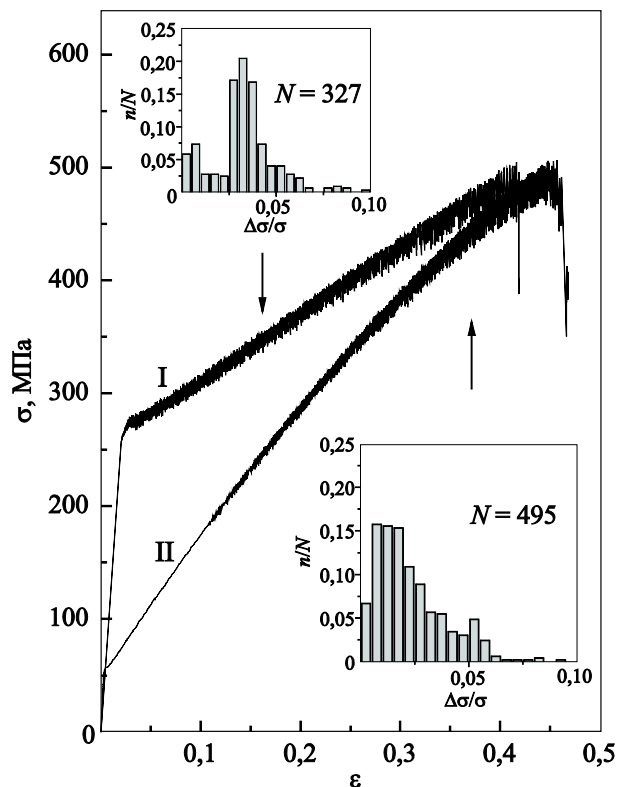


Рис. 1. Кривые  $\sigma$ – $\epsilon$  поликристаллов Al–Li, деформированных растяжением при 0,5 К после интенсивной пластической деформации (I) и отжига при 623 К (II). На вставках — распределение нормированных скачков напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  при низкотемпературной скачкообразной деформации.

размер зерна  $d \sim 1\text{--}3$  мкм, после отжига зерно увеличивается до  $\sim 30\text{--}50$  мкм (данные оптической микроскопии). Вследствие изменения  $d$  условные пределы текучести до ( $\sigma_{0,2} \sim 262$  МПа) и после отжига ( $\sim 57$  МПа) отличаются в пять раз, что приблизительно соответствует эмпирическому соотношению Холла–Петча [28,29]. Ранее было показано, что это соотношение выполняется при температурах 4,2 К и выше для чистого УМЗ Al [11].

При малых  $\varepsilon$  средняя скорость деформационного упрочнения УМЗ образца характеризуется коэффициентом  $\theta \approx 800$  МПа. Это почти вдвое меньше, чем для КЗ образца, но значительно выше, чем  $\theta$ , наблюдавшееся при повышенных температурах [22]. Кроме того, УМЗ образец, деформированный растяжением при 0,5 К, обладает сравнительно высокой пластичностью (равномерное удлинение до образования шейки  $\varepsilon_u \approx 0,4$ ). При повышенных температурах такое сочетание высокой прочности и пластичности в УМЗ материалах, как правило, не наблюдается. Так, при комнатной температуре образование шейки в УМЗ Al–Li происходит сразу после предела текучести, а при охлаждении до 77 К значения  $\theta$  и  $\varepsilon_u$  увеличиваются, но остаются значительно меньшими, чем для КЗ [7].

Сравним среднюю плотность дислокаций в образцах до и после низкотемпературной деформации. Согласно рентгеноструктурному анализу, в исходном состоянии размер когерентных доменов в УМЗ образцах составляет  $L \sim (100 \pm 10)$  нм, а средняя микродеформация решетки  $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} \sim (2,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$ . После деформации при 0,5 К значение  $L$  уменьшается вдвое, а  $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$  увеличивается в три раза. Поскольку средняя плотность дислокаций  $\rho$  прямо пропорциональна микродеформации решетки и обратно пропорциональна размеру кристаллитов [27], в ходе низкотемпературной деформации  $\rho$  увеличивается от  $\sim (0,4 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  до  $\sim (2,7 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . После отжига (КЗ образец)  $\rho < 0,1 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ , а в ходе деформации (до  $\varepsilon \sim 0,4$ ) увеличивается до  $\sim (2,2 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  и становится сравнимой с данными для деформированного УМЗ образца. Значительная разница исходных значений  $\rho$  (до деформации) в УМЗ и КЗ образцах и близкие значения этого параметра после деформации указывают на существенное влияние исходной микроструктуры на скорость накопления деформационных дефектов при низких температурах. С одной стороны, чем выше исходное значение  $\rho$ , тем медленнее накапливаются дислокации в ходе последующей деформации, и средний коэффициент  $\theta$  УМЗ образца меньше, чем КЗ (см. рис. 1). С другой стороны, сравнительно высокое значение низкотемпературного коэффициента  $\theta \approx 800$  МПа для УМЗ поликристалла, предварительно упрочненного путем многократной УГЭ при комнатной температуре, свидетельствует о том, что образец сохраняет способность накапливать дефекты и дополнительно упрочняться при низкой температуре. В соответствии с крите-

рием устойчивости Консидера  $\theta \geq \sigma$  это обеспечивает дополнительную пластичность УМЗ Al–Li, наблюдаемую при 0,5 К.

Отметим, что рентгеновские исследования образцов, деформированных при 0,5 К, проводили спустя сутки после их разгрузки и отогрева до комнатной температуры. Вследствие неконтролируемых релаксационных процессов это могло привести к заниженной оценке рентгеновской плотности дислокаций.

Процесс пластической деформации изученных поликристаллов в заданных условиях эксперимента является неустойчивым. На кривых  $\sigma\text{--}\varepsilon$  наблюдаются скачки напряжения, средняя амплитуда которых увеличивается с деформацией (см. рис. 1). Кривые отличаются тем, что в случае УМЗ образца макроскопические скачки  $\Delta\sigma \geq 0,2$  МПа регистрируются уже вблизи предела текучести, а в случае КЗ — только при деформациях  $\varepsilon \geq 0,1$ . Интервал  $\varepsilon \leq 0,1$ , где пластическая деформация КЗ образца макроскопически плавная, соответствует сравнительно малым напряжениям  $\sigma$  и высоким значениям коэффициента  $\theta$ .

При деформации путем скольжения дислокаций плотность скачков на кривой растяжения с понижением температуры, как правило, увеличивается [12]. В нашем эксперименте при температуре 0,5 К на кривых  $\sigma\text{--}\varepsilon$  регистрируется более сотни скачков, что позволяет оценить статистику НТСД. Учитывая, что амплитуда скачка  $\Delta\sigma$  зависит от напряжения  $\sigma$  в момент скачка, анализировались нормированные значения  $\Delta\sigma/\sigma$ . Соответствующие гистограммы амплитуд скачков для УМЗ и КЗ образцов приведены на вставках рис. 1. Видно, что распределение амплитуд в случае УМЗ имеет максимум, а в случае КЗ оно подобно степенному распределению. Влияние микроструктуры на статистику НТСД при 0,5 К ранее наблюдалось для технически чистого УМЗ Al [11], а также для сплава Al–Li, деформированного после гомогенизации и закалки [30]. Полученные результаты обсуждаются ниже с учетом влияния промежуточного отжига на деформационное упрочнение и статистику НТСД одного и того же образца.

Кривые растяжения  $\sigma\text{--}\varepsilon$  двух образцов I и II, вырезанных из одного бруска вдоль направления УГЭ, представлены на рис. 2(а), (в). Участки АВ на кривых I и II соответствуют деформации образцов при 0,5 К до отжига, а участки СD — после. Перед отжигом образец I деформировали до истинной деформации  $\varepsilon \sim 0,12$ , а образец II — до 0,17 (точки В). Затем образцы разгружали и отогревали до комнатной температуры. Далее образец I отжигали при температуре 623 К в течение 2 ч, а образец II — при 373 К в течение 20 мин. После отжига образцы вновь охлаждали до 0,5 К и деформировали до разрушения (С–D). На рис. 2(б), (г) показано изменение плотности дислокаций, которую оценивали на соответствующих стадиях эксперимента для каждого из образцов.

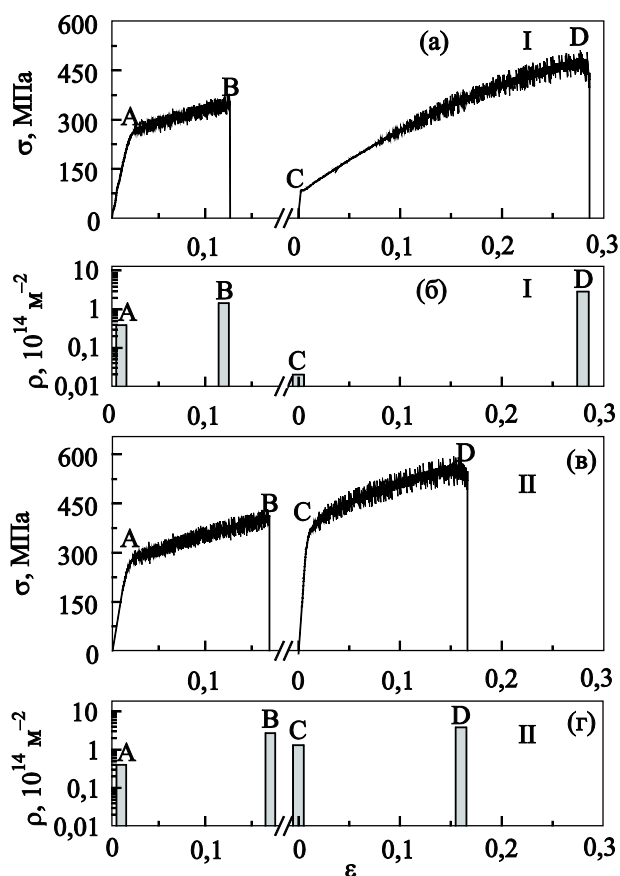


Рис. 2. Кривые растяжения  $\sigma$ - $\epsilon$  поликристаллов I (а) и II (в), деформированных при 0,52 К до (АВ) и после (СD) промежуточного отжига при температурах (а) 623 К (I); (в) 373 К (II). Средняя плотность дислокаций  $\rho$  в поликристаллах I (б) и II (г) до (А,В) и после (С,Д) отжига.

На рис. 2(а), (в) видно, что образцы I и II имеют близкие исходные значения  $\sigma_{0,2} \sim (242 \pm 5)$  и  $(251 \pm 5)$  МПа. Это объясняется близкими исходными значениями  $d \sim 1-3$  мкм [22], а также близкими значениями  $\rho \sim (0,4 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  (точки А на рис. 2(б), (г)). Напряжения при разгрузке образцов I и II составляют  $\sim (341 \pm 5)$  и  $(388 \pm 5)$  МПа соответственно (точки В, рис. 2(а), (в)), а средний коэффициент  $\theta \approx 700-900$  МПа на участках АВ характеризует ДУ образцов I и II вследствие накопления деформационных дефектов. На рис. 2(б), (г) видно, что  $\rho$  на участках АВ увеличивается, достигая в точках В значений  $\sim (1,5 \pm 0,2) \cdot 10^{14}$  и  $\sim (2,7 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  для образцов I и II соответственно. Приведенные оценки  $\rho$  не учитывают процессы релаксации структуры в результате разгрузки и отогрева образцов до комнатной температуры для рентгеновских измерений.

Вследствие отжига при 623 К (образец I) размер зерна увеличивается более чем на порядок ( $d \sim 30-40$  мкм), а  $\rho$  уменьшается до  $< 0,01 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  (точка С на рис. 2(б)). Отжиг при 373 К (образец II) вызывает слабое приращение  $d$  до  $\sim 4-6$  мкм и уменьшение  $\rho$  до  $\sim (1,3 \pm 0,2) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  (точка С на рис. 2(г)). Указанные изменения микроструктуры при отжиге существенно отражаются на форме кривых растяжения. Для образца I предел текучести  $\sigma_{0,2} \sim (69 \pm 5)$  МПа (точка С на рис. 2(а)), а для образца II  $\sigma_{0,2} \sim (329 \pm 5)$  МПа (точка С на рис. 2(в)), что приблизительно в пять раз и на 20% меньше, чем соответствующие напряжения в момент разгрузки образцов (точки В на рис. 2(а), (в)). Изменение формы кривых на участках СD свидетельствует о существенном влиянии микроструктуры на величину  $\theta$ , т.е.

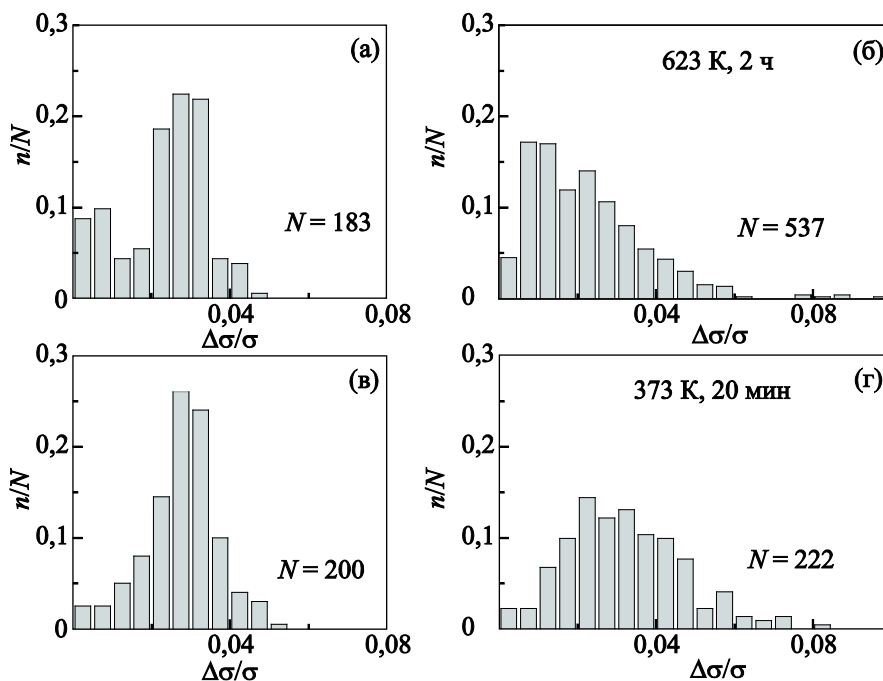


Рис. 3. Распределение амплитуд нормированных скачков напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$ : для образца I до (а) и после (б) отжига при 623 К; для образца II до (в) и после (г) отжига при 373 К.

на скорость накопления дефектов после отжига. Как показал анализ уширения рентгеновских рефлексов (данные съемки на расстоянии  $2/3$  от захвата до места разрыва образца), в результате низкотемпературной деформации после отжига плотность дислокаций в образцах I и II увеличивается до  $\rho \sim (3,0 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  и  $\rho \sim (3,8 \pm 0,4) \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$  соответственно (точки D на рис. 2(б), (г)).

Макроскопические скачки напряжения на кривых I и II (рис. 2(а), (в)) наблюдаются как до (участки АВ), так и после (участки CD) отжига образцов. Во всех случаях средняя амплитуда скачков напряжения по мере деформации увеличивается. Вместе с тем, только после отжига при 623 К появляется продолжительный участок макроскопически плавной деформации (см. участок CD на кривой I), характерный для кривой КЗ образца на рис. 1. Влияние промежуточного отжига на распределение амплитуд скачков напряжения (статистику НТСД) иллюстрирует рис. 3. Видно, что переход от распределения с максимумом к степенному распределению нормированных скачков напряжения наблюдается только в результате отжига при высокой температуре (образец I). Результаты, представленные на рис. 2 и 3, повторялись в экспериментах на четырех образцах, вырезанных из одной заготовки.

#### 4. Обсуждение результатов

##### 4.1. Кривые растяжения

Изменение формы кривых  $\sigma$ - $\varepsilon$  и микроструктуры при деформации и отжиге (см. рис. 2(а), (в)) свидетельствует о том, что напряжение течения сплава Al-Li при 0,5 К определяется, главным образом, средним размером зерна и средней плотностью дислокаций. Для оценки зависимости  $\sigma(d, \rho)$  воспользуемся эмпирическим соотношением

$$\sigma_{\text{th}}(d, \rho) = \sigma_0 + \sigma_{\text{HP}}(d) + \sigma_{\text{T}}(\rho), \quad (1)$$

где  $\sigma_0$  — напряжение трения,  $\sigma_{\text{HP}} = Kd^{-1/2}$  — напряжение Холла-Петча с коэффициентом  $K$  [28],  $\sigma_{\text{T}} = \alpha\mu bM\rho^{1/2}$  — напряжение Тейлора [1],  $\alpha$  — постоянная взаимодействия дислокаций,  $\mu$  — модуль сдвига,  $b$  — длина вектора Бюргера,  $M$  — ориентационный фактор. Рисунок 4 иллюстрирует результаты расчета напряжения  $\sigma_{\text{th}}$  в точках А, В, С, D для образцов I и II на рис. 2. Для расчетов были приняты следующие значения параметров в (1), характерные для температур вблизи абсолютного нуля:  $\sigma_0 = 30$  МПа — предел текучести образца Al-Li после гомогенизации и закалки [31];  $K = 0,16$  МПа·м<sup>1/2</sup> — оценка для технически чистого Al при 4,2 К [11];  $\alpha = 0,6$ ;  $\mu = 32$  ГПа [32],  $b = 0,286$  нм;  $M = 3,05$ . Как видно на рис. 4, соотношение (1) удовлетворительно описывает данные эксперимента  $\sigma_{\text{exp}}$  в точках А, В и С, однако недооценивает их при больших деформациях (в точках D).

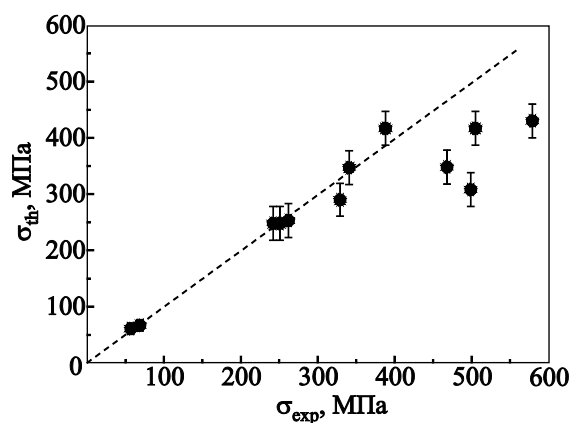


Рис. 4. Напряжение течения поликристаллов Al-Li при 0,52 К:  $\sigma_{\text{th}}$  — значения, рассчитанные согласно выражению (1);  $\sigma_{\text{exp}}$  — экспериментальные значения.

Соответствие  $\sigma_{\text{th}}$  и  $\sigma_{\text{exp}}$  в широком диапазоне  $d$  и  $\rho$  указывает на единый механизм низкотемпературного деформационного упрочнения изученных поликристаллов с КЗ и УМЗ структурой. Это позволяет качественно объяснить разницу их коэффициентов  $\theta$  изменением параметров  $d$  и  $\rho$  в рамках единой модели [3], основанной на балансе процессов накопления и аннигиляции дислокаций в металлах и сплавах с ГЦК решеткой. Согласно оценкам в [7], при низких температурах коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций в Al-Li мал, несмотря на высокую энергию дефекта упаковки решетки. В этом случае высокая плотность дислокаций  $\rho$  и малое зерно  $d$  могут стимулировать динамический отдых, особенно вблизи границ зерен. В то же время скорость размножения дислокаций внутри зерна будет ограничена его малыми размерами. В результате изменения баланса деформационных процессов средняя скорость ДУ УМЗ поликристалла уменьшается по сравнению с КЗ (см. рис. 1 и 2(а), (в)). При этом высокий коэффициент  $\theta$  для УМЗ материала при 0,5 К (по сравнению с повышенными температурами [7,22]) свидетельствует о том, что дислокационная структура, сформированная на этапе комбинированной УГЭ при комнатной температуре, не является насыщенной в условиях низкотемпературной деформации растяжением.

Низкие значения  $\sigma_{\text{th}}$  по сравнению с  $\sigma_{\text{exp}}$  в точках D (рис. 4), по-видимому, обусловлены тем, что простое соотношение (1) не учитывает возможную миграцию и разориентацию границ субзерен вследствие сложных процессов аккомодации дислокаций при больших деформациях. Другой причиной является погрешность оценки  $\rho$ , связанная с релаксацией низкотемпературной дислокационной структуры в результате разгрузки и отогрева образцов до комнатной температуры.

## 4.2. Скачкообразная деформация

При обсуждении результатов макроскопического эксперимента необходимо учитывать, что процессы самоорганизации в дислокационном ансамбле и образование в кристалле различных дислокационных структур свидетельствуют о том, что пластическая деформация по своей природе является микроскопически неоднородной [16,17,33]. По этой причине регистрируемый в эксперименте макроскопический скачок напряжения ( $\geq 10^{-1}$  МПа) следует рассматривать как результат корреляции микроскопических событий, которые происходят в дислокационной системе в условиях эксперимента. На это указывают полученные в работах [17] результаты сравнительного анализа амплитуд скачков напряжения и микроимпульсов акустической эмиссии, регистрируемых в ходе пластической деформации поликристаллов. Было показано, что независимо от дефектной структуры поликристалла плотность распределения амплитуд  $A$  микроимпульсов хорошо описывается степенным законом, характерным для динамических систем с самоорганизованной критичностью:  $D(A^2) \sim (A^2)^{-\lambda}$ , где  $\lambda \approx 1$ , а величина  $A^2$  характеризует диссипацию энергии при пластической деформации. В отличие от акустических микроимпульсов, для амплитуд макроскопических скачков напряжения  $\Delta\sigma$  степенной закон  $D(\Delta\sigma/\langle\sigma\rangle) \sim (\Delta\sigma/\langle\sigma\rangle)^{-\lambda}$ , где  $\langle\sigma\rangle$  — средняя амплитуда скачка в малом интервале деформаций, наблюдался только в присутствии слабых препятствий для движения дислокаций. Появление прочных препятствий (например, при динамическом деформационном старении) приводило к изменению статистики скачков напряжения, которая описывалась распределением с максимумом. Это объяснялось тем, что в первом случае (степенное распределение) большинство дислокаций находятся вблизи порога открепления от барьера, а во втором случае (распределение с максимумом) большинство дислокаций закреплены. Согласно расчетам, в присутствии прочных барьеров коллективное открепление дислокаций происходит путем коррелированного движения дислокационных лавин выделенного (наиболее вероятного) масштаба. Такая корреляция становится неэффективной при наличии только слабых препятствий.

В рамках существующих представлений об общей природе неустойчивой пластической деформации, в том числе при низких температурах, полученные в данной работе результаты можно объяснить следующим образом.

Интенсивный характер НТСД в УМЗ материале, наблюдаемый в виде скачков напряжения большой амплитуды уже при  $\sigma \approx \sigma_{0,2}$  (см. рис. 1 и 2(а), (в)), является следствием высокой исходной плотности дефектов, образовавшихся на этапе УГЭ. По этой причине последующая пластическая деформация при низ-

кой температуре соответствует развитой стадии III кривой растяжения [2]. Для стадии III характерна высокая плотность прочных барьеров (например, сидячих дислокаций [15]), достаточная для проявления коллективного (коррелированного) движения дислокационных лавин. В соответствии с оценками динамики дислокационных систем [17], в этом случае лавины сколь угодно малого масштаба маловероятны, и распределения скачков напряжения с максимумом (см. рис. 1 и 3(а), (в)) качественно соответствуют коллективному движению дислокационных лавин, имеющих выделенный масштаб. Необходимые для этого прочные препятствия, способные демпфировать формирование малых лавин дислокаций, могут образовываться, например, в местах больших градиентов деформации сдвига вблизи границ зерен УМЗ поликристалла [33]. Умеренная релаксация внутренних напряжений в результате отжига при 373 К не приводит к качественно изменению статистики НТСД (рис. 3(г)).

Радикальные изменения формы кривой растяжения и статистики НТСД в результате высокотемпературного отжига (при 623 К, рис. 3(б)) обусловлены значительным увеличением зерна и уменьшением средней плотности дислокаций. На кривой  $\sigma$ – $\epsilon$  появляется макроскопически плавный участок с большим коэффициентом упрочнения  $\theta$  (рис. 2(а)). При деформациях выше некоторого критического значения вновь наблюдается НТСД. Анализ гистограммы распределения нормированных скачков напряжения в двойных логарифмических координатах показал, что статистика НТСД в этом случае описывается степенным законом  $D(\Delta\sigma/\sigma) \sim (\Delta\sigma/\sigma)^{-\lambda}$ , где  $\lambda = 1,6 \pm 0,3$ .

Согласно модели [2], плавный участок кривой  $\sigma$ – $\epsilon$  после отжига обусловлен низкой плотностью препятствий для дислокационных скоплений, которая не достигает критического значения, необходимого для развития коллективного (кооперативного) движения дислокационных лавин. По мере деформации отожженного образца (с большим коэффициентом  $\theta$ ) плотность деформационных дефектов быстро увеличивается, что создает предпосылки для лавинообразного движения дислокаций (участок CD кривой I на рис. 2(а)). При этом на большей части участка CD напряжение течения меньше, а коэффициент  $\theta$  больше, чем на участке АВ. Как отмечалось выше, это соответствует низкой плотности дислокаций и высокой скорости их накопления в отожженном образце по сравнению с исходным. Можно предположить, что при некоторой критической деформации плотность дислокаций на участке CD (кривая I) достигает величины, уже достаточной для формирования макроскопических скачков  $\Delta\sigma \geq 0,2$  МПа, но еще не достаточной для образования больших дислокационных лавин. В пользу этого свидетельствует малая начальная амплитуда скачков и ее быстрый рост с деформацией (рис. 2(а)). Согласно [17], в таком режиме

сохраняется высокая вероятность малых лавин дислокаций, поэтому статистика НТСД в отожженных (крупнозернистых) поликристаллах описывается степенным законом (см. рис. 1 и 3(a)). Таким образом, наблюдаемые изменения статистики скачков напряжения при НТСД в изученных поликристаллах Al–Li качественно согласуются с выводами, сделанными в работах [17], о влиянии спектра препятствий на режим пространственно-временной неустойчивости пластической деформации.

Согласно [3–6], дислокационно-динамическая природа пластической деформации предполагает, что ключевыми параметрами, определяющими скорость деформационного упрочнения ГЦК поликристаллов, являются размер зерна, плотность деформационных дефектов и связанная с ними длина свободного пробега дислокаций. Приведенные выше результаты свидетельствуют о том, что эти же параметры в значительной степени определяют масштаб развития НТСД. По этой причине коэффициент деформационного упрочнения при низких температурах и средняя амплитуда НТСД должны согласованно изменяться вследствие эволюции микроструктуры при деформации, что и наблюдается в эксперименте. Рисунок 5 иллюстрирует изменение коэффициента упрочнения  $\theta$  и среднего скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  в результате низкотемператур-

ной деформации и отжига. Видно, что уменьшение  $\theta$  с деформацией вследствие динамического отдыха сопровождается ростом средней амплитуды НТСД. Отжиг вызывает увеличение  $\theta$ , при этом среднее значение  $\Delta\sigma/\sigma$ , наоборот, уменьшается. Изменение  $\theta$  и  $\Delta\sigma/\sigma$  зависит от температуры отжига, которая, в свою очередь, определяет микроструктуру. Поскольку коэффициент  $\theta$  тесно связан с прочностью и пластичностью материала, корреляцию этого параметра с масштабом НТСД необходимо учитывать при создании прочных конструкционных материалов, используемых при низких температурах.

## 5. Выводы

1. Скорость деформационного упрочнения поликристаллов Al–Li, деформированных растяжением при температуре 0,5 К, существенно зависит от размера зерна и плотности дислокаций в образце, подвергнутом интенсивной пластической деформации и отжигу. Дислокационная структура, сформированная путем интенсивной пластической деформации при комнатной температуре, не является насыщенной для пластической деформации при низких температурах.

2. Масштаб низкотемпературной скачкообразной пластической деформации поликристаллов Al–Li зависит от их микроструктуры, которая определяет динамику дислокационных лавин. Измельчение зерна и рост плотности дислокаций в результате интенсивной пластической деформации стимулируют развитие низкотемпературной скачкообразной деформации.

3. Статистика скачкообразной деформации изученных поликристаллов Al–Li определяется степенью однородности их микроструктуры. В случае мелкозернистого поликристалла с неоднородной микроструктурой, сформированной на этапе предварительной деформации, распределение амплитуд скачков напряжения с максимумом соответствует случаю коллективного движения дислокационных лавин, имеющих выделенный масштаб. В случае отожженного поликристалла с однородной микроструктурой статистика скачков напряжения описывается степенным законом, характерным для динамических систем с самоорганизованной критичностью.

4. Взаимосвязанное изменение среднего коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  и среднего скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  в зависимости от эволюции микроструктурой при деформации и отжиге указывает на единую дислокационно-динамическую природу деформационного упрочнения и скачкообразной деформации при низких температурах.

Авторы выражают благодарность А.А. Давиденко за помощь в приготовлении микрозернистых образцов, а также С.В. Лубенцу и В.Д. Нацкику за полезные дискуссии.

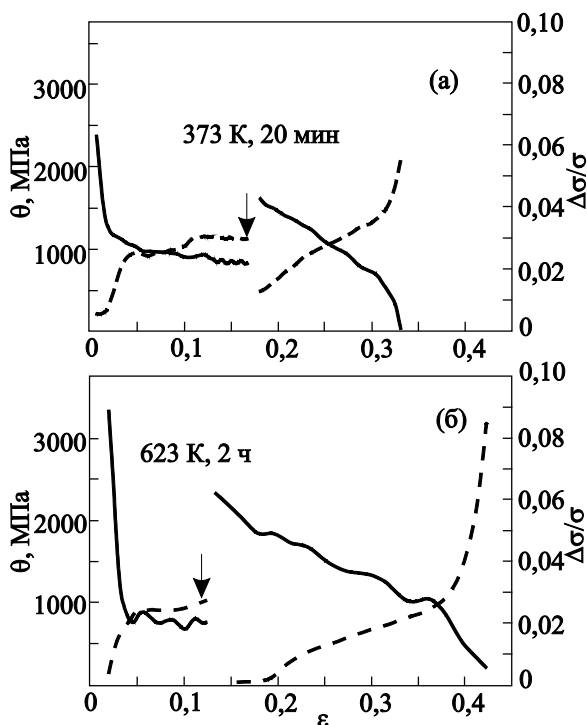


Рис. 5. Изменение среднего коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  (сплошные линии) и среднего скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  (пунктир) в зависимости от низкотемпературной деформации образцов Al–Li до и после отжига при температурах 373 (а) и 623 К (б).



1. G.I. Taylor, *Proc. Roy. Soc. A* **145**, 362 (1934).
2. A. Seeger, *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*, Wiley, New York (1957).
3. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
4. A. Seeger, R. Berner, and H. Wolf, *Zeitschrift fur Physik* **155**, 247 (1959).
5. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **47**, 236 (2005).
6. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **53**, 341 (2011).
7. Н.В. Исаев, П.А. Забродин, А.В. Русакова, *ФНТ* **38**, 1230 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 973 (2012)].
8. C.Y. Yu, P.W. Kao, and C.P. Chang, *Acta Mater.* **53**, 4019 (2005).
9. N. Tsuji, Y. Ito, and Y. Minamoto, *Scripta Mater.* **47**, 893 (2002).
10. Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, *ФТТ* **47**, 816 (2005).
11. Ю.З. Эстрин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, И.С. Брауде, С.В. Малыхин, М.В. Решетняк, М. Янечек, *ФНТ* **34**, 842 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 665 (2008)].
12. В.В. Пустовалов, *ФНТ* **34**, 871 (2008) [*Low Temp. Phys.* **34**, 683 (2008)].
13. В.С. Бобров, М.А. Лебедкин *ФТТ* **35**, 1881 (1993).
14. V. Obst and A. Nyilas, *Adv. Cryog. Eng. A* **44**, 331 (1998).
15. B. Skoczen, J. Bielski, S. Sgobba, and D. Marcinek, *Int. J. Plasticity* (2010).
16. Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, *ФТТ* **50**, 815 (2008).
17. M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, T.A. Lebedkina, and I.V. Shashkov, *Acta Mater.* **60**, 844 (2012); M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, V.S. Gornakov, T.A. Lebedkina, and I.V. Shashkov, *Acta Mater.* **60**, 3729 (2012).
18. V.V. Demirski and S.N. Komnik, *Acta Metall.* **30**, 2227 (1982).
19. В.П. Лебедев, В.С. Крыловский, С.В. Лебедев, С.В. Савич, *ФТТ* **49**, 1994 (2007).
20. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*, Логос, Москва (2000).
21. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mat. Sci.* **51**, 427 (2006).
22. 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)].
23. V. Spuskanyuk, A. Spuskanyuk, and V. Varyukhin, *J. Mater. Process. Technol.* **203**, 305 (2008).
24. И.Н. Кузьменко, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ПТЭ* **1**, 196 (1988).
25. Н.К. Ценев, В.Н. Перевезенцев, М.Ю. Щербань, А.Н. Ценев, *Журнал технической физики* **80**, 68 (2010).
26. М.А. Кривоглаз, *Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами*, Наука, Москва (1967).
27. Л.И. Миркин, *Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов*, Физ.-мат. лит., Москва (1961).
28. E.O. Hall, *Proc. Phys. Soc. B* **64**, 747 (1951).
29. N.J. Petch, *J. Iron Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
30. Т.В. Григорова, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **33**, 507 (2007) [*Low Temp. Phys.* **33**, 377 (2007)].
31. В.С. Фоменко, Н.В. Исаев, В.В. Пустовалов *ФНТ* **19**, 429 (1993) [*Low Temp. Phys.* **19**, 301 (1993)].
32. B. Noble, S.J. Harris, and K. Dinsdale, *J. Mater. Sci.* **17**, 461 (1982).
33. Г.А. Малыгин, *УФН* **169**, 979 (1999).
34. М.А. Лебедкин, Л. Р. Дунин-Барковский, *ЖЭТФ* **113**, 1816 (1998).

### Strain hardening and jump-like deformation of ultra-fine grained polycrystals of Al–Li solid solution at temperature 0.5 K

N.V. Isaev, S.E. Shumilin, P.A. Zabrodin, V.G. Geidarov, T.V. Grigorova, V.S. Fomenko, I.S. Braude, and V.V. Pustovalov

The effect of microstructure formed by severe plastic deformation (SPD) and annealing on strain hardening and jump-like deformation of Al–Li alloy is studied. It is shown that SPD processed polycrystals in the course of tension at 0.5 K retain considerable strain hardening rate and possess high strength and ductility. At the same time the SPD stimulates the unstable (jump-like) flow of polycrystal caused by dislocation dynamic which is revealed as stress jumps in tension curve. The average jumps amplitude increases with deformation, whereas the amplitude distribution corresponds to the collective motion of dislocation avalanches of predominantly scale. After a high-temperature annealing the jump-like deformation mode is partially suppressed whereas the jumps amplitude distribution is described by power law. The observed correlation between the mean coefficient of strain hardening and the average stress jump amplitude imply the common dislocation-dynamic nature of strain hardening and jump-like deformation at low temperatures. The detected peculiarities of low-temperature plastic deformation are considered due to grain size and dislocation density changes during SPD processing and annealing.

PACS: 62.20.F– Deformation and plasticity;  
**62.20.–x** Mechanical properties of solids.

Keywords: severe plastic deformation, strain hardening, jump-like flow, low temperatures, Al–Li alloy.