

УДК 539.533

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1420 ПРИ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ В УСЛОВИЯХ ПОСТОЯННОЙ НАГРУЗКИ

© Александр Евгеньевич Огородников¹, Владимир Николаевич Перевезенцев^{1,2}, Михаил Юрьевич Щербань¹, Качанов Вячеслав Алексеевич¹

¹) Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,

²) Институт проблем машиностроения РАН, 603024 г. Нижний Новгород,
ogorodnikov.a.e@yandex.ru

Аннотация. Исследовано влияние низкотемпературного отжига при $0,4T_m$ (T_m – температура плавления) на микротвердость и удельное электросопротивление субмикрокристаллического (СМК) алюминиевого сплава 1420, полученного методом интенсивной пластической деформации. Установлено, что зависимости микротвердости, удельного электросопротивления и показателя степени напряжения n от времени отжига носят нелинейный характер. При 8 минутах отжига наблюдаются локальный максимум микротвердости и минимумы значений удельного электросопротивления и показателя степени напряжения n . Дано возможное объяснение наблюдаемых особенностей поведения СМК сплава.

Ключевые слова: СМК сплавы, равноканальное угловое прессование, микротвердость, удельное электросопротивление

The influence of low temperature annealing on mechanical behavior of submicrocrystalline aluminum alloy 1420 under microindentation in the constant load conditions

A.E. Ogorodnikov¹, V.N. Perevezentsev^{1,2}, M.Yu. Shcherban¹, V.A. Kachanov¹

¹) Lobachevsky State University, Nizhni Novgorod

²) Mechanical Engineering Research Institute of Russian Academy of Sciences

Аннотация. The influence of low temperature annealing at $0,4T_m$ (T_m – melting temperature) on microhardness and electrical resistance of submicrocrystalline (SMC) aluminum alloy 1420, processed by severe plastic deformation, is studied. It is shown, that dependences of microhardness, electrical resistance and power law stress exponent n on annealing time are nonmonotonic. At 8 minutes of annealing the local maximum of microhardness and minimums of electrical resistance and power law stress exponent n are observed. The possible explanation of peculiarities of SMC alloy behavior is submitted.

Ключевые слова: submicrocrystalline alloy, equal-channel angular pressing, microhardness, electrical resistance.

Введение

Субмикрокристаллические материалы (СМК), получаемые методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1] обладают уникальным сочетанием физико-механических свойств, в частности, в них обнаружен эффект одновременного повышения прочности и пластичности [2] и эффект низкотемпературной и высокоскоростной сверхпластичности [1,3]. Важную роль в формировании свойств СМК материалов играют

неравновесные границы зерен, содержащие высокую плотность дефектов деформационного происхождения (дислокаций ориентационного несоответствия, частичных дисклинаций, нанопор). Известно, что неравновесное состояние межзёренных границ оказывает существенное влияние на поведение СМК материалов при отжиге и пластической деформации [4]. Низкотемпературный отжиг в интервале температур $0,3-0,4T_m$ (T_m – температура плавления) позволяет изменять степень неравновесности границ при неизменном размере зерна и тем самым изучать влияние степени неравновесности границ зерен на механическое поведение СМК сплавов. В частности, в работах [5,6] показано, что кратковременный низкотемпературный отжиг может существенно влиять на характеристики ползучести и акустические характеристики алюминиевых СМК сплавов 1570 и АМг6.

В настоящей работе проводилось исследование влияния предварительного низкотемпературного отжига (при температуре $T=0,4T_m$) на характеристики ползучести в условиях микроиндентирования при постоянной нагрузке и удельное электросопротивление алюминиевого СМК сплава 1420, полученного методом равноканального углового прессования (РКУП).

Материалы и методика эксперимента.

В качестве объекта исследования был выбран СМК сплав 1420 (Al-5,5Mg-2,2Li-0,12Zr) со средним размером зерна 0,3 мкм. Для получения СМК состояния образцы литого сплава подвергались двухступенчатой обработке: 4 циклам РКУП при температуре 420°C с последующей закалкой в воду, далее еще 4 циклам РКУП при температуре 350°C с последующей закалкой в воду.

Для изменения состояния неравновесных границ зерен проводился низкотемпературный отжиг ($0,4T_m$) СМК сплава продолжительностью от 2 минут до 6,5 часов. Для получения крупнокристаллической структуры (20 мкм) проводился отжиг исходных СМК образцов при температуре $0,7T_m$ в течение 5 часов.

Испытания проводились в условиях микроиндентирования (по методу Викерса) при постоянной нагрузке [7]. Одним из главных преимуществ такого метода по сравнению со стандартными испытаниями на ползучесть является возможность проведения измерений на одном и том же образце. В работе [8] было предложено выражение, описывающее зависимость микротвердости (H_v) от времени вдавливания индентора t :

$$H_v = \frac{\sigma_0}{(nC\varepsilon_0 t)^{1/n}}, \quad (1)$$

полученное с использованием известной феноменологической зависимости скорости деформации от напряжения:

$$\dot{\varepsilon} = \varepsilon_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n, \quad (2)$$

где ε_0 - скорость деформации при напряжении σ_0 , C – константа, зависящая от формы индентора, n - показатель степени.

Для проведения испытания на микротвердость из исходных цилиндрических заготовок СМК сплава методом электроискровой резки были изготовлены образцы в форме таблеток с диаметром основания 15 мм и высотой 5 мм. Измерения проводились на микротвердомере ПМТ-3. Нагрузка составляла один ньютон. После предварительных отжигов различной продолжительности микротвердость измерялась как функция времени вдавливания индентора. Среднее значение микротвердости рассчитывалось для каждого

значения времени отжига по данным 15 измерений. Относительная погрешность измерения микротвердости не превышала 2%.

Для измерения удельного электросопротивления использовался переносной вихретоковый датчик SIGMATEST 2.069. Среднее значение микротвердости рассчитывалось для каждого значения времени отжига по данным 15 измерений. Относительная погрешность измерения микротвердости не превышала 0,05%.

Результаты эксперимента

Зависимость микротвердости H_v СМК сплава 1420, измеренной при временах вдавливания 30 и 90 сек, от времени предварительного низкотемпературного отжига (t_a) представлена на рис.1. Как видно из рисунка, эта зависимость имеет немонотонный характер с локальным максимумом при 8 минутах отжига.

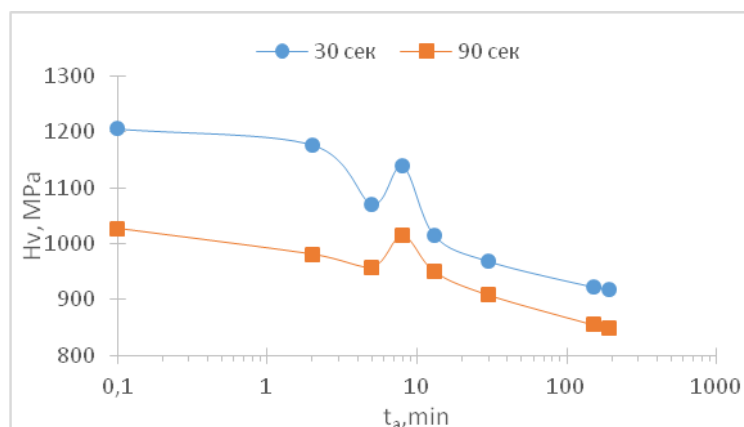


Рис. 1. Зависимость микротвердости СМК сплава 1420 от времени отжига при временах вдавливания индентора 30 и 90 секунд.

Для определения показателя степени ползучести (*power law stress exponent*) n для каждого значения продолжительности отжига t_a были построены графики зависимости микротвердости от времени вдавливания в координатах $\log H_v - \log t$ (рис.2), из которых видно, что с увеличением времени вдавливания индентора наблюдается монотонное снижение значения микротвердости. По наклону этих зависимостей, аппроксимированных прямыми линиями, были рассчитаны значения показателя степени n в выражении (2). Как видно из рис.2, наклон прямых, характеризуемый величиной $-1/n$, при малых временах отжига претерпевает немонотонное изменение с локальным минимумом при $t_a = 8$ мин. Зависимость показателя n от времени отжига представлена на рис. 3. Как видно из рис. 2 и 3, при временах отжига свыше 13 минут величина n практически не меняется и становится близкой по значению показателю степени напряжения для крупнокристаллического сплава.

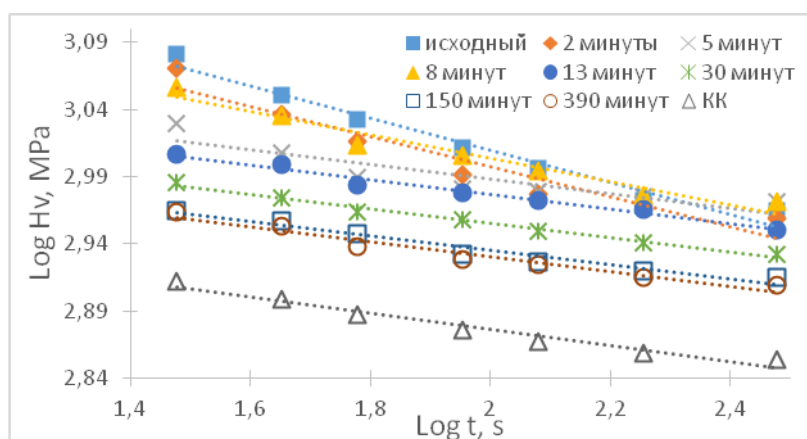


Рис.2. Зависимость микротвердости СМК сплава 1420 от времени вдавливания индентора при различной продолжительности предварительного отжига.

Значения исходной микротвердости сплава H_1 в эмпирическом выражении [9]:

$$H = H_1 t^{-K} \quad (3)$$

(K – константа ползучести), рассчитанные из экспериментальных зависимостей $\log H_v - \log t$ (рис. 2) как величина микротвердости при времени вдавливания равном одной секунде, и значения показателя степени n приведены в таблице 1.

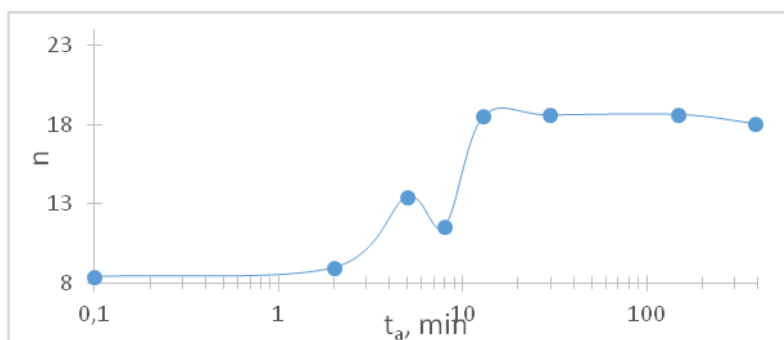


Рис.3. Зависимость показателя степени n от времени отжига СМК сплава 1420.

Таблица 1. Рассчитанные значения показателя степени n и исходной микротвердости сплава H_1

Время отжига, мин	H_1 , МПа	n
0	1778	8,39
2	1660	8,96
5	1259	13,42
8	1513	11,54
13	1202	18,48
30	1148	18,59
150	1096	18,62
390	1096	18,05
КК	977	16,69

Наряду с испытаниями на микротвердость исследовалась зависимость удельного электросопротивления ρ и микротвердости H_1 от времени отжига (рис.4). Как видно из рис. 4, при времени предварительного отжига $t_a = 8$ мин. на этой зависимости наблюдается локальный минимум, коррелирующий с локальным максимумом на зависимости величины исходной микротвердости H_1 от времени отжига t_a .

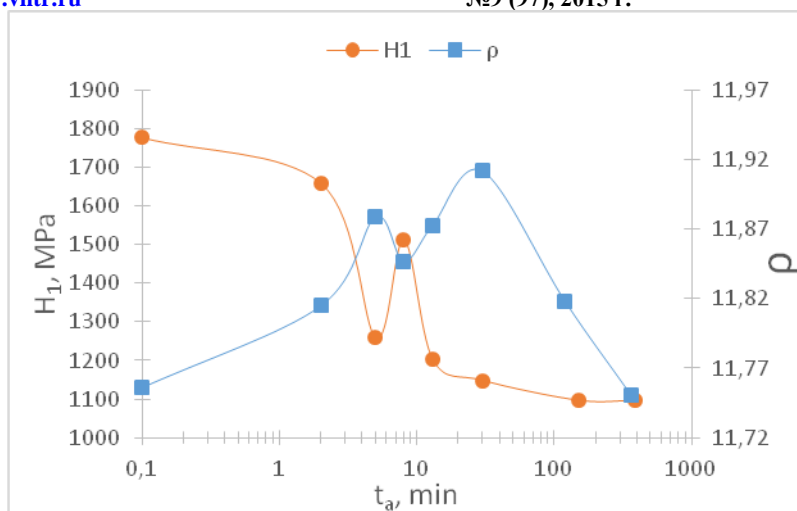


Рис.4. График зависимости удельного электросопротивления ρ и исходной микротвёрдости H_1 от времени отжига t_a .

Обсуждение результатов.

Проведенный эксперимент показывает, что предварительный низкотемпературный отжиг оказывает существенное влияние на величину микротвердости и характеристики ползучести СМК сплава 1420. Обсудим возможные причины такого влияния. При низкотемпературном отжиге возможно совместное протекание нескольких контролируемых зернограничной диффузией процессов: уменьшение плотности зернограничных дислокаций за счет их переползания и взаимной аннигиляции, растворение зернограничных нанопор [5], рост или растворение частиц второй фазы, и перераспределение концентраций легирующих элементов в границах зерен.

Первый из этих процессов приводит к уменьшению степени неравновесности границ, затруднению развития квазивязкого зернограничного проскальзывания (ЗГП) и, следовательно, увеличению вклада дислокационной ползучести, характеризуемой более низкой по сравнению с ЗГП скоростной чувствительностью напряжения течения, в общую деформацию образца. Всё это приводит к увеличению степени напряжения n . С другой стороны, согласно [5] при уменьшении плотности зернограничных дислокаций ρ_b уровень внутренних давлений $p_i \sim \alpha G \Delta b \rho_b$ ($\alpha \approx 1$, G – модуль сдвига и Δb – вектор Бюргерса дислокаций) в приграничных областях зерен уменьшается, что приводит к потере устойчивости и растворению нанопор размером r_p меньше критического значения $r_p = 2\gamma_s/p_i$, где γ_s – энергия свободной поверхности. В результате, по мере увеличения времени отжига сначала происходит растворение мелких, затем более крупных нанопор. Впрыск вакансий в границу зерна при растворении нанопор приводит к увеличению неравновесного избыточного объема границ и связанного с этим увеличению коэффициента зернограничной диффузии [10,11]. Увеличение коэффициента зернограничной диффузии, в свою очередь, приведёт к увеличению скорости диффузионно-контролируемого процесса ЗГП и, следовательно, к увеличению вклада зернограничного проскальзывания и уменьшению параметра n .

При продолжающемся отжиге неравновесный избыточный объем границ зерен будет постепенно уменьшаться вследствие испускания вакансий из границы в объем зерен. В рассматриваемом нами случае низкотемпературного отжига этот процесс идёт достаточно медленно. Кроме этого, неравновесный избыточный объем может уменьшаться за счёт стока вакансий в более крупные поры. Все это приведет к уменьшению скорости зернограничной

диффузии и зернограничного проскальзывания и возрастанию вклада внутризеренной дислокационной ползучести, характеризующейся, как известно, низкими значениями скоростной чувствительности и, следовательно, более высокими значения параметра n .

Таким образом, на зависимости n от t_a можно ожидать появление локального минимума, что и наблюдается в эксперименте. После завершения рассмотренных процессов дальнейшее увеличение времени отжига приводит к более равновесному состоянию границ зерен и уменьшению скорости зернограничного проскальзывания, вследствие чего параметр n приближается к значению, полученному для крупнозернистых образцов, подвергнутых длительному отжигу при высоких температурах. Отметим также, что в соответствии с вышеизложенными соображениями при временах отжига, при которых инициируется процесс растворения нанопор (в нашем случае, предположительно, это время близко к 8 минутам) уменьшение концентрации нанопор должно, очевидно, приводить к локальному росту значения микротвердости H_1 , что и наблюдается в эксперименте (рис.4). По завершению процесса растворения нанопор наблюдается обычная спадающая зависимость микротвердости от времени отжига, связанная, как известно, с возвратом дефектной структуры сплавов.

Заметим, что полученные в нашем эксперименте высокие значения степени напряжения n можно объяснить в рамках концепции порогового или встречного внутреннего напряжения [8,12].

Характер изменения электросопротивления при увеличении времени предварительного отжига на начальной стадии может быть связан с процессами растворения выделений второй фазы в границах зерен и, следовательно, с увеличением концентрации легирующих элементов в приграничных областях. С другой стороны, на фоне этого процесса растворение и уменьшение концентрации нанопор может приводить к появлению локального минимума на зависимости удельного электросопротивления от времени отжига. В самом деле, уменьшение электросопротивления при уменьшении концентрации пор наблюдалось в работе [13].

Разумеется, приведенные изображения носят лишь предварительный качественный характер. Для более адекватного объяснения наблюдаемых закономерностей необходимо проведение дополнительных экспериментов по изучению структурных изменений, происходящих при отжиге СМК сплава 1420.

Выводы:

1. Показано, что предварительный низкотемпературный отжиг может существенно влиять на деформационное поведение субмикроструктурного алюминиевого сплава 1420 при микроиндентировании в условиях постоянной нагрузки.
2. Установлено, что на зависимостях микротвердости, показателя степени напряжения n и удельного электросопротивления от времени низкотемпературного отжига имеются локальные экстремумы, возможной причиной появления которых является растворение нанопор, расположенных в границах зерен.

Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ Академкнига. 2007. 398 с.

2. Zhao Y.H., Bingert J.F., Liao X.Z., Cui B.Z., Ke Han, Sergeeva A.V., Mukherjee A.K., Valiev R.Z., Langdon T.J., Zhu Y.T. // Simultaneously increasing the ductility and strength of ultra-fine grained pure copper. *Adv. Mater.* 2006. Vol.18, pp. 2949-2953.
3. Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З. // Высокоскоростная сверхпластичность нанокристаллического алюминиевого сплава 1570. *Письма в ЖТФ.* 2007, т.33, вып.15, с.40-46.
4. Kolobov Yu.R., Grabovetskaya G.P., Ivanov K.V. // Creep features of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Ann. Chim. Sci. Mat.* 2002. Vol. 27, № 3, pp. 89-98.
5. Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю., Грачёва Т.А., Кузьмичева Т.А. // Влияние низкотемпературного отжига на ползучесть субмикрокристаллического алюминиевого сплава 1570. *ЖТФ.* 2014. Т. 85, вып.8, с. 63-66.
6. Мишакин В.В., Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю. // Влияние низкотемпературного отжига на спектрально-акустические характеристики субмикрокристаллического сплава 1515. *Дефектоскопия.* 2015. вып. 6, с. 57-61.
7. Geach G.A. // Hardness and Temperature. *Int. Met. Rev.* 1974. V.19, P. 255-262.
8. Sargent P.M., Ashby M.F.// Indention creep. *Mater. Sci. Tech.* 1992. Vol.8, pp. 594-601.
9. Batla Calleja F.J., Flores A., Ania F. // Microhardness studies of chain-extended PE: II. Creep behaviour and temperature dependence. *J. Mater. Sci.* 2000. Vol.35, pp.1315-139.
10. Перевезенцев В.Н. //Самодиффузия в границах зёрен с неупорядоченной атомной структурой. *ЖТФ.* 2001. Т. 71, вып. 11, с. 136- 138.
11. Перевезенцев В.Н. // Единый подход к описанию диффузии в равновесных и неравновесных границах зёрен. *ФММ.* 2002. Т. 93, вып. 3, с. 1-4.
12. Чадек Й. Ползучесть металлических материалов. М. Мир, 1987.-304с.
13. Nakamada M; Kuromura T; Chen Y; Kusuda H; Mabuchi M // Influence of porosity and pore size on electrical resistivity of porous aluminum produced by spacer method. *Mater. Transactions.* 2007. Vol. 48, pp.32-36.