

# MULTISTAGE HIGH STRAIN RATE SUPERPLASTICITY OF MICROCRYSTALLINE MATERIALS

Kamalov M.M.<sup>(1)</sup>, Myshlyayeva M.M.<sup>(1)</sup>, Medvedev A.S.<sup>(1)</sup>, A.K. Zolotarev<sup>(1)</sup>,  
Myshlyayev M.M.<sup>(1,2)</sup>

<sup>(1)</sup>Institute of Solid State Physics of RAS, Chernogolovka, 15 Instituttskii prospect, 142432 Russia

<sup>(2)</sup>Baikov Institute of Metallurgy and Material Science of RAS, 49 Leninsky prospect, Moscow, 119991 Russia

## Introduction

Scientists and technologists have been displaying recently an active interest in aluminium-lithium alloys due to unique combination of their properties, namely, an increased elastic modulus, sufficiently high strength and low density. Nowadays much work is in progress aimed at improvement of properties of these alloys, also by forming in them nano- and microcrystalline structure via intensive plastic deformation. It is generally acknowledged herewith that equal-channel angular pressing (ECA-pressing) is one of the most promising methods to achieve the goal. In this work precisely this method was employed for the formation of a microcrystalline structure. The object to study was the prospective lightest (density  $2.47 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$ ) corrosion resistant weldable alloy 1420 (Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr). It is superplastic and is widely used to fabricate workpieces of a complicated profile. Typical characteristics of its superplasticity (SP) are as follows: strain to failure is 350% and the coefficient of strain rate sensitivity of stress is 0.45 at a strain rate of  $5\times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  at  $T=480^\circ\text{C}$  [1].

## Procedures, results and discussion

The rods (20 mm in dia, 70 mm in length) were produced by sequentially ECA-pressing the material for 10 passes at  $370^\circ\text{C}$ . Structure and phase state were studied by an electron microscopy (JEM-100CX). Three sample sections, i.e. normal to the rod axis and two mutually perpendicular and parallel to the rod axis were examined. Flat samples (0.85 mm in thick, 5 mm in gauge length) to be tested under tension in Instron machine were prepared.

The investigations showed. Rods demonstrated grained structure. About 50% of grains measured from 0.5 to 3  $\mu\text{m}$ , grains measuring from 3 to 5  $\mu\text{m}$  made up 30-40%, from 5 to 8  $\mu\text{m}$  – 10-20%. Normally, the grains exhibited subgrains containing both individual dislocations and dislocation cells and tangles. The subgrain misorientations were 2-8°. The subgrain

Факс: 7-(096) 5249701 E-mail:

[myshlyae@issp.ac.ru](mailto:myshlyae@issp.ac.ru)

boundaries consisted of dislocations. Often they were quite regular dislocation networks and single-row walls. They measured from 0.3 to 2  $\mu\text{m}$ , depending on the grain size. Fractured and broken subgrain boundaries were frequent. Dislocation motion and migration of subgrain boundaries were observable when examining the structure. In individual cases bent extinction contours were observed that is suggestive of the occurrence of internal stresses. The rods demonstrated numerous particles of the Al<sub>2</sub>LiMg phase of various sizes and configurations and small particles of the  $\delta'$  (Al<sub>3</sub>Li) phase. The formers were found in the grain and subgrain interiors and at their boundaries as well as on dislocations. In the latter case particles were small.

The diagrams describing the connection of true stress  $\sigma$  with true strain  $\epsilon$  were experimentally obtained. They showed three stages of plastic deformation. The first one was rather continuous stage of deformation hardening. The second stage was characterized by constancy  $\sigma$ . The third one was a stage of monotonous fall of  $\sigma$  with increase in  $\epsilon$  value. This stage was the most continuous in true strain and, consequently, in elongation. To determine the true strain rates in these stages we obtained a dependence of  $\dot{\epsilon}$  on  $\epsilon$  using the same testing conditions. This dependence showed that strain rates 10–2  $\text{s}^{-1}$  and 10–3  $\text{s}^{-1}$  corresponded to the first and the third stages, correspondingly. The former indicated strain rate is characteristic for SP deformation (SPD) at the expense of sliding inside grains [2]. The last indicated strain rate is typical for SPD of fine-grained materials, when SP is conditioned by grain boundary sliding [3,4].

Studies of the dependence of deformation up to failure on the initial strain rate and testing temperature (T) showed that the range of 365–400°C and  $\dot{\epsilon}_{\text{in}}=1.7\times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  were the most optimum to attain the largest strain. The greatest value of the attained elongation was 1878%. Note (see Introduction) that this alloy, not subjected to ECA-pressing, exhibited the SP elongation (350%) and its SP manifested itself at a much higher

Temperature (480°C) and a noticeably smaller strain rate ( $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

The analysis of the collected experimental data with take into account the ones presented in literature showed that the connection among  $\dot{\epsilon}$ ,  $\sigma$  and  $T$  can be well described by the known relationship:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \times \exp(-U/kT) = A \sigma^n T^{-1} \times \exp(-U/kT), \quad (1)$$

where  $n = 2$ , and  $U$  – activation energy of SPD,  $k$  – Boltzmann constant,  $A$  – constant. Estimation of value  $n$  and  $U$  were evaluated using standard techniques. According to our experiments  $n = 2.235$  and  $U = 1.4 \text{ eV}$  in the first stage and  $n = 2.3$  and  $U = 0.98 \text{ eV}$  in the third stage. The experimental values  $n$  coincide with rather a high accuracy in the value  $n = 2$  in Eqn. (1). Using these values of  $n$  and  $U$  values of parameters  $\dot{\epsilon}_0 = 5 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$  and  $A = 1.6 \times 10^6 \text{ K} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{MPa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  were calculated. The aforementioned of SPD activation energy value of  $U = 1.4 \text{ eV}$  corresponds to self-diffusion energy (1.4 – 1.5 eV) inside of grain [5]. The value of  $U = 0.98 \text{ eV}$  corresponds to grain boundary self-diffusion energy  $Q_{\text{gb}} = W + R_{\text{gb}} = 0.99 \text{ eV}$ , where  $W = 0.8 \text{ eV}$  [5] – vacancy formation energy and  $R_{\text{gb}} = 0.19 \text{ eV}$  [6] – vacancy migration energy along grain boundaries or dislocations (pipe diffusion). The obtained different values of activation energy which correspond to the first and third stages point to the presence of plastic deformation under different mechanisms during these stages. Thus, the second stage is a transitory one and transforms from one mechanism to another.

TEM studies were carried out to investigate structure of the samples subjected to tensile straining. The first stage shows overall continuous rearrangement of structure with domination of hardening processes over dynamic recovery ones, and active sliding inside grains. As a result, the grains became elongated in the strain direction. Elongation of grains decreased during the deformation in the third stage. As a result, the grains became elongated in the strain direction. Elongation of grains decreased during the deformation in the third stage. By the end of the

stage grains became nearly equiaxed. Important circumstances attract attention in the whole stage: Absence of dislocations in many grains and the presence of fine  $\text{Al}_2\text{LiMg}$  particles in them and in grain boundaries. The important fact is also that  $\text{Al}_2\text{LiMg}$  particles make chains in grains and situated as grain boundary profiles. All these points to continuous and overall dynamic recrystallization with grain boundary sliding and migration. One should note that the described herewith in agreement with aforesaid activation energies.

### Conclusion

The structure and mechanical behaviour of the ECA pressed 1420 alloy have been studied in SP conditions. Three stages of SPD have been shown. The data showing intra-grain sliding during the hardening stage and dynamic recrystallization with participation of grain boundary sliding and migration during the stage of the decrease of true stress have been obtained. It has been shown the elongation up to 1878% corresponds to alloy, and  $n \approx 2$  and  $m \approx 0.45$  for both stages.

### Acknowledgement

The support from the Russian Foundation for Basic Research (Projects 01-02-16505, 02-02-81021 and 01-02-96413) is greatly appreciated.

### References:

1. Novikov I.Y., Portnoi V.K., Konstantinov I.L., Kolobnev N.I. Physical metallurgy of aluminium alloys, Nauka, Moscow, 1985.
2. Likhachev V.A., Myshlyaev M.M., Sen'kov O.N. Laws of the Superplastic Behavior of Aluminum in Torsion, Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, 1987.
3. Grabskii M.V. Structural superplasticity of metals, Metallurgia, Moscow, 1975.
4. Kaibyshev O.A. Plasticity and superplasticity of metals, Metallurgia, Moscow, 1975.
5. Friedel J. Dislocations, Pergamon press, Oxford, 1964.
6. Stark J.P. Diffusion in solids, Energiya, Moscow, 1980.

# МНОГОСТАДИЙНАЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Камалов М.М.<sup>(1)</sup>, Мышляева М.М.<sup>(1)</sup>, Медведев А.С.<sup>(1)</sup>, Золотарев А.К.<sup>(1)</sup>,  
Мышляев М.М.<sup>(1,2)</sup>

<sup>(1)</sup> Институт физики твёрдого тела РАН,

15 Институтский проспект, Черноголовка, 142432, Россия

<sup>(2)</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,

49 Ленинский проспект, Москва, 119911, Россия

## Введение

В последние годы учёные и технологи проявляют повышенный интерес к алюминий-литиевым сплавам в связи с их уникальными свойствами: повышенный модуль упругости, высокая прочность и малая плотность. И в настоящее время интенсивно ведутся работы, направленные на улучшение свойств этих сплавов, в том числе за счёт формирования в них нано- и микрокристаллической структуры посредством интенсивной пластической деформации. При этом общепринято, что одним из наиболее перспективных методов является РКУ прессование. В настоящей работе именно этот метод был выбран для формирования мелкозёрненной структуры.

Объектом исследования был наиболее перспективный самый легкий (плотность  $2.47 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$ ), коррозионностойкий, свариваемый сплав 1420 (Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr). Он сверхпластичен и широко применяется в производстве деталей сложного профиля. Характеристики его сверхпластичности (СП): деформация до разрушения 350% и коэффициент скоростной чувствительности напряжения 0.45 при деформировании со скоростью  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при  $480^\circ\text{C}$  [1].

## Методики, результаты и обсуждение

Микрокристаллическую структуру в прутках диаметром 20 мм и длиной 70 мм формировали 10-кратным РКУ прессованием при  $370^\circ\text{C}$ . Структуру изучали методом электронной микроскопии (JEM-100CX) в трёх сечениях прутка: нормальном оси прутка и двух взаимно перпендикулярных и параллельных оси прутка. Из прутков изготавливали плоские образцы толщиной 0.85 мм и длиной рабочей части 5 мм для механических испытаний на машине Instron.

Исследования показали. Пруткам отвечала зёрненная структура. Около 50% зёрен имели размеры от 0.5 мкм до 3 мкм. Зёрна размером от 3 мкм до 5 мкм составляли 30-40%, размером от 5 мкм до 8 мкм - 10-20%. Как правило, в зёрнах наблюдали субзёрна,

которые содержали отдельные дислокации и дислокационные ячейки и сплетения. Разориентация субзёрен составляла  $2-8^\circ$ . Их границы были дислокационные. Часто им отвечали дислокационные сетки и однорядные стенки. Размеры субзёрен были от 0.3 мкм до 2 мкм в зависимости от размера зерна. Иногда наблюдали изгибные контуры экстинкции, свидетельствующие о наличии внутренних напряжений. Часто встречали разорванные и оборванные границы субзёрен. При просмотре структуры наблюдали движение дислокаций и миграцию границ субзёрен. Характерным являлось наличие многочисленных выделений фазы  $\text{Al}_2\text{LiMg}$  различных размеров и конфигураций и мелких частиц фазы  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ). Первые наблюдали как внутри зёрен и субзёрен, так и на их границах, а также на дислокациях. В последнем случае выделения были мелкие.

Были получены диаграммы, отражающие связь истинного напряжения  $\sigma$  с истинной деформацией  $\epsilon$  в приближении равномерности деформации по длине образца, что было подтверждено экспериментально. На них наблюдались три стадии пластической деформации. Первая стадия – весьма продолжительная стадия деформационного упрочнения. Вторую стадию характеризует постоянство  $\sigma$ . Третья стадия – наиболее продолжительная по истинной деформации и, следовательно, по удлинению стадия монотонного уменьшения  $\sigma$  с ростом  $\epsilon$ . Чтобы определить скорости истинной деформации на этих стадиях, была получена зависимость  $\dot{\epsilon}$  от  $\epsilon$ . Она показала, что первой и третьей стадиям отвечают скорости деформации порядка  $10^{-2} \text{ с}^{-1}$  и  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  соответственно. Первая скорость является характерной для СП деформации (СПД) за счёт внутризёрненного скольжения [2]. Вторая скорость типична для СПД мелкозернистых материалов, когда СПД обусловлена скольжением по границам зёрен [3,4].

Изучение зависимости деформации до разрушения от начальной скорости

деформации и температуры испытания показало, что для достижения максимальной деформации оптимальными оказались  $T = 370^\circ\text{C}$  и  $\dot{\epsilon}_{in} = 1.7 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Наибольшее значение достигнутого удлинения составило 1878%. Заметим (см. введение), что этому сплаву, не подвергнутому РКУ прессованию, отвечало более низкое удлинение (350%), а его СП проявлялась при заметно меньшей скорости деформации ( $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ) и гораздо более высокой температуре ( $480^\circ\text{C}$ ).

Анализ совокупности опытных данных с учётом литературных данных показал, что связь между  $\dot{\epsilon}$ ,  $\sigma$ ,  $T$  наиболее адекватно описывает известное уравнение:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \times \exp(-U/kT) = A \sigma^n T^{-1} \times \exp(-U/kT), \quad (1)$$

где  $n = 2$ ,  $U$  – энергия активации СПД,  $k$  – постоянная Больцмана,  $A$  – постоянная. Оценки значений  $n$  и  $U$  проводили, используя стандартные методики. Согласно нашим опытам  $n=2.235$  и  $U=1.4$  эВ для первой стадии и  $n = 2.3$  и  $U = 0.98$  эВ для второй стадии. Эти значения  $n$  согласуются с  $n=2$  в уравнении (1). Используя эти  $n$  и  $U$ , были вычислены значения параметров  $\dot{\epsilon}_0 = 5 \times 10^{10} \text{ c}^{-1}$  и  $A = 1,6 \times 10^6 \text{ град}\cdot\text{мм}^2\cdot\text{МПа}^{-1}\cdot\text{c}^{-1}$ . Полученное значение энергии активации  $U = 1,4$  эВ соответствует энергии самодиффузии в объёме зёрен (1,4 – 1,5 эВ [5]). Значение  $U = 0,98$  эВ отвечает энергии самодиффузии по границам зёрен  $Q_{gr} = W + R_{gr} = 0,99$  эВ, где  $W = 0,8$  эВ [5] – энергия образования вакансий и  $R_{gr} = 0,19$  эВ [6] – энергия их миграции по границам зёрен или вдоль дислокаций (трубочная диффузия). Полученные столь разные значения энергии активации, отвечающие первой и третьей стадиям, свидетельствуют о протекании пластической деформации на этих стадиях по разным механизмам. Тогда, естественно, вторая стадия является переходной от одного механизма к другому.

Были проведены ТЕМ исследования структурно-фазового состояния образцов, деформированных растяжением. Оно показало, что на первой стадии происходит повсеместная непрерывная реорганизация структуры с преобладанием процессов деформационного упрочнения над процессами динамического возврата и активное внутризёренное скольжение. В результате зёрна становятся вытянутыми в направлении деформации. В ходе деформации на третьей стадии вытянутость зёрен уменьшается. К

Факс: 7-(096) 5249701

E-mail: [myshlyae@issp.ac.ru](mailto:myshlyae@issp.ac.ru)

концу стадии зёрна становятся практически равноосными.

Привлекают внимание характерные для всей стадии обстоятельства: наличие многочисленных мелких частиц  $\text{Al}_2\text{LiMg}$  в зёрнах и в их границах и отсутствие дислокаций во многих мелких зёрнах. Важно также, что частицы  $\text{Al}_2\text{LiMg}$  в зёрнах образуют цепочки, расположенные подобно профилям границ зёрен. В совокупности это свидетельствует о протекании повсеместно и постоянно динамической рекристаллизации с участием скольжения по границам зёрен и миграции их границ. Заметим, изложенное находится в согласии с энергиями активации, приведенными выше.

### Заключение

Изучено структурное и механическое поведение в условиях сверхпластичности РКУ прессованного сплава 1420. Исследованы три стадии СПД. Установлено, что на стадии упрочнения происходит внутризёренное скольжение, а на стадии монотонного уменьшения истинного напряжения проходит динамическая рекристаллизация с участием скольжения по границам зёрен и их миграции. Показано, что сплаву отвечают удлинение до 1878%,  $n \approx 2$  и  $m \approx 0.45$  для обеих стадий.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (Проекты 01-02-16505, 02-02-81021 и 01-02-96413).

### Литература

- Новиков И.Я., Портной В.К., Константинов И.Л., Колобнев Н.И. Металловедение алюминиевых сплавов, М., Наука, 1985, с. 84-89.
- Likhachev V.A., Myshlyayev M.M., Sen'kov O.N. Laws of the Superplastic Behavior of Aluminum in Torsion, Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, 1987.
- Габский М.В. Структурная сверхпластичность металлов, Металлургия, Москва, 1975.
- Кайбышев О.А. Пластичность и сверхпластичность металлов, Металлургия, Москва, 1975.
- Friedel J. Dislocations, Pergamon press, Oxford, 1964.
- Старк Дж.П. Диффузия в твёрдых телах, Энергия, Москва, 1980.