

07,01

Влияние температуры деформации на эффект реализации высокой пластичности в ультрамелкозернистом сплаве Al–1.5Cu

© А.М. Мавлютов¹, Т.С. Орлова², Э.Х. Яппарова¹, Н.А. Еникеев^{1,3}, М.Ю. Мурашкин^{1,3}

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург, Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе,
Санкт-Петербург, Россия

³ Институт физики перспективных материалов,
Уфимский государственный авиационный технический университет,
Уфа, Россия

E-mail: a.m.mavlyutov@gmail.com

Поступила в Редакцию 10 мая 2021 г.

В окончательной редакции 10 мая 2021 г.

Принята к публикации 13 мая 2021 г.

Впервые исследовано влияние температуры механических испытаний путем одноосного растяжения на эффект пластификации (ЭП) ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава Al–1.5Cu (wt.%). УМЗ-структура в материале была сформирована методом интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Значительное увеличение пластичности УМЗ-сплава с ~ 3 до 22% при сохранении высокой предельной прочности (450 МПа) было достигнуто за счет дополнительной деформационно-термической обработки, включающей кратковременный низкотемпературный отжиг и небольшую дополнительную ИПДК. Выявлен температурный интервал реализации ЭП. Показано, что понижение температуры деформации приводит к постепенному уменьшению ЭП и его исчезновению при –20°С. Легирование медью привело к значительному сужению со стороны низких температур интервала реализации ЭП по сравнению со случаем УМЗ Al. Обсуждаются возможные причины влияния легирования Cu на температурную зависимость ЭП.

Ключевые слова: алюминий-медные сплавы, интенсивная пластическая деформация, ультрамелкозернистая структура, прочность, пластичность, зернограничная сегрегация.

DOI: 10.21883/FTT.2021.10.51409.105

1. Введение

Сплавы системы Al–Cu широко применяются в качестве конструкционных материалов [1]. В связи с этим повышение прочности, пластичности, а также получение комбинации высокой прочности и пластичности в этих сплавах является важной и актуальной задачей. В последние десятилетия активно разрабатываются и используются методы интенсивной пластической деформации (ИПД), которые зарекомендовали себя как хороший способ упрочнения металлов и сплавов за счет создания в них повышенной плотности дефектов, главным образом границ зерен и дислокаций [2]. В процессе ИПД в сплаве формируется ультрамелкозернистая (УМЗ) или нанокристаллическая структура, обеспечивающая повышение прочности в 2–4 раза по сравнению с прочностью сплавов, подвергнутых традиционным методам деформационно-термической обработки [1]. Однако повышение прочности за счет структурирования методами ИПД приводит к значительному снижению пластичности материала, что ограничивает их практическое применение [2]. Активно развивающимся направлением исследований в области ИПД является изучение влияния постдеформационной обработки УМЗ-материалов на эволюцию микроструктуры и их результирующие свойства,

а также установление физической природы и закономерностей взаимосвязи микроструктуры и свойств. Недавно были открыты два принципиально новых явления для УМЗ Al. Было обнаружено, что постдеформационный низкотемпературный отжиг УМЗ Al приводит к дополнительному упрочнению, а последующая небольшая дополнительная деформация к повышению пластичности материала при сохранении высокого уровня прочности [3,4]. Повышение пластичности Al после небольшой дополнительной деформации — так называемый эффект пластификации (ЭП) связывался с внесением дислокаций в релаксированную отжигом структуру большеугловых границ зерен [5]. Подобный ЭП наблюдался для сплава Al–1.5 wt.% Cu в УМЗ-состоянии. Было показано, что низкотемпературный отжиг и небольшая дополнительная деформация после обработки интенсивной пластической деформацией кручением (ИПДК) приводят к повышению пластичности УМЗ-сплава до значений, характерных для крупнозернистого (КЗ) состояния при сохранении высокого уровня прочности [6].

Условия эксплуатации материалов требуют стабильности полученных свойств при изменении температуры окружающей среды. Между тем, известна лишь единственная работа, описывающая влияние температуры испытаний на ЭП в УМЗ Al [7]. Для технически чистого

УМЗ Al было показано, что эффект повышения пластичности существенным образом зависит от температуры испытаний [7]. Физическая природа механизма реализации высокой пластичности еще полностью не установлена, в связи с этим важным является исследование влияния внешних условий на реализацию данного эффекта. Понижение температуры испытаний может подавить термически активируемые деформационные процессы и может способствовать выявлению ключевых факторов, контролирующих этот эффект.

В настоящей работе мы исследовали влияние температуры деформирования одноосным растяжением на эффект реализации высокой пластичности сплава Al–1.5 wt.% Cu в УМЗ-состоянии с различными параметрами структуры.

2. Материал исследования и экспериментальные методики

В работе был исследован сплав, имеющий следующий химический состав: 1.5 Cu, 0.3 Ti, 0.04 Si, 0.04 Ni, 0.04 Zn, 0.02 Fe, ост. Al wt.%. Исходный материал в виде пластин был предоставлен НИТУ МИСиС (Москва). Предварительно сплав отжигался при 500°C в течение 4 h с последующей закалкой в воду для образования легирующими элементами твердого раствора. Затем для получения УМЗ-структуры из пластин были вырезаны диски диаметром 20 и толщиной 2 mm и обработаны ИПДК под давлением на 10 оборотов при комнатной температуре. В результате такой обработки были получены диски диаметром 20 и толщиной ~ 1.0 mm. Степень истинной деформации в области середины радиуса диска составила ~ 6.6 [8]. Для дальнейших исследований (характеризации микроструктуры, механических и электрических свойств) использовалась преимущественно эта область диска. Часть образцов была подвергнута дополнительной деформационно-термической обработке, включающей в себя отжиг при 150°C в течение 1 h и дополнительную деформацию кручением на 0.25 оборота при тех же давлении и температуре. В дальнейшем образцы после обработки ИПДК обозначены как НРТ, образцы после дополнительной деформационно-термической обработки как НРТ + 150С + 0.25НРТ.

Удельное сопротивление образцов (ρ^{exp}) измерялось вихретоковым методом при комнатной температуре, используя измеритель марки ВЭ-27 НЦ/4-5 с относительной погрешностью $\pm 2\%$ в соответствии с ГОСТ 27333-87. Для каждого образца было сделано не менее 10 измерений электропроводности в области, находящейся на расстоянии 5 mm от центра диска.

Для испытаний на одноосное растяжение из полученных дисков на электроэрозионном станке были вырезаны образцы в форме лопаток с рабочей частью 5×2 mm [4]. Одноосное растяжение проводилось на испытательной машине Shimadzu AG-XD Plus при различных температурах испытаний T_{def} в диапазоне от -80 до 20°C в

камере, охлаждаемой парами азота. T_{def} фиксировалась с точностью $\pm 0.5^\circ\text{C}$. Скорость деформации составляла $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Как минимум 3 образца были испытаны для каждого состояния и каждой температуры испытаний. По полученным диаграммам напряжение–деформация были определены условный предел текучести ($\sigma_{0.2}$) (напряжение, соответствующее относительному удлинению 0.2%), предел прочности (σ_{UTS}) и максимальное относительное удлинение (δ).

Характеризация микроструктуры была проведена методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеноструктурного анализа (РСА). Объекты для исследований методом ПЭМ изготавливали струйной полировкой на установке Tenupol–5 в растворе 20% азотной кислоты и 80% метанола при температуре -25°C и напряжении 15 V. Анализ микроструктуры методом ПЭМ был проведен на микроскопе JEOL JEM 2100 при ускоряющем напряжении 200 kV. Средний размер частиц вторичной фазы определяли по результатам измерения не менее 200 частиц с помощью программы „ImageJ“.

Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER в режиме симметричного $\theta-2\theta$ сканирования с использованием параллельного пучка излучения CuK_α (40 kV, 40 mA). Шаг сканирования по углу 2θ составил 0.02° , а время экспозиции — 0.5 s. Полнопрофильным моделированием методом Ритвельда с использованием программного обеспечения MAUD определялись значения параметра решетки a , средний размер областей когерентного рассеяния (D_{XRD}) и уровень микроискажений кристаллической решетки ($\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$). Плотность дислокаций L_{dis} определяли по формуле [9]:

$$L_{\text{dis}} = 2\sqrt{3} \langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} / D_{\text{XRD}} b, \quad (1)$$

где $b = 0.286$ nm — величина вектора Бюргерса дислокации [10].

3. Результаты

3.1. Механические и электрические свойства

На рис. 1 показаны кривые напряжение–деформация для образцов сплава Al–1.5Cu в исходном гомогенизированном состоянии, после ИПДК и после дополнительной обработки, включающей отжиг при 150°C в течение 1 h и ИПДК на 0.25 оборота, полученные при различных температурах испытаний. Как видно, обработка ИПДК приводит к существенному росту предела прочности от ~ 160 до ~ 655 МПа, условного предела текучести от ~ 76 до ~ 515 МПа, однако пластичность образцов снижается с 21 до 3% (рис. 1, а). Отжиг при 150°C приводит к снижению предела прочности до ~ 440 МПа и охрупчиванию образцов с невозможностью определить предел текучести. После дополнительной деформации предел прочности материала повышается до ~ 450 МПа,

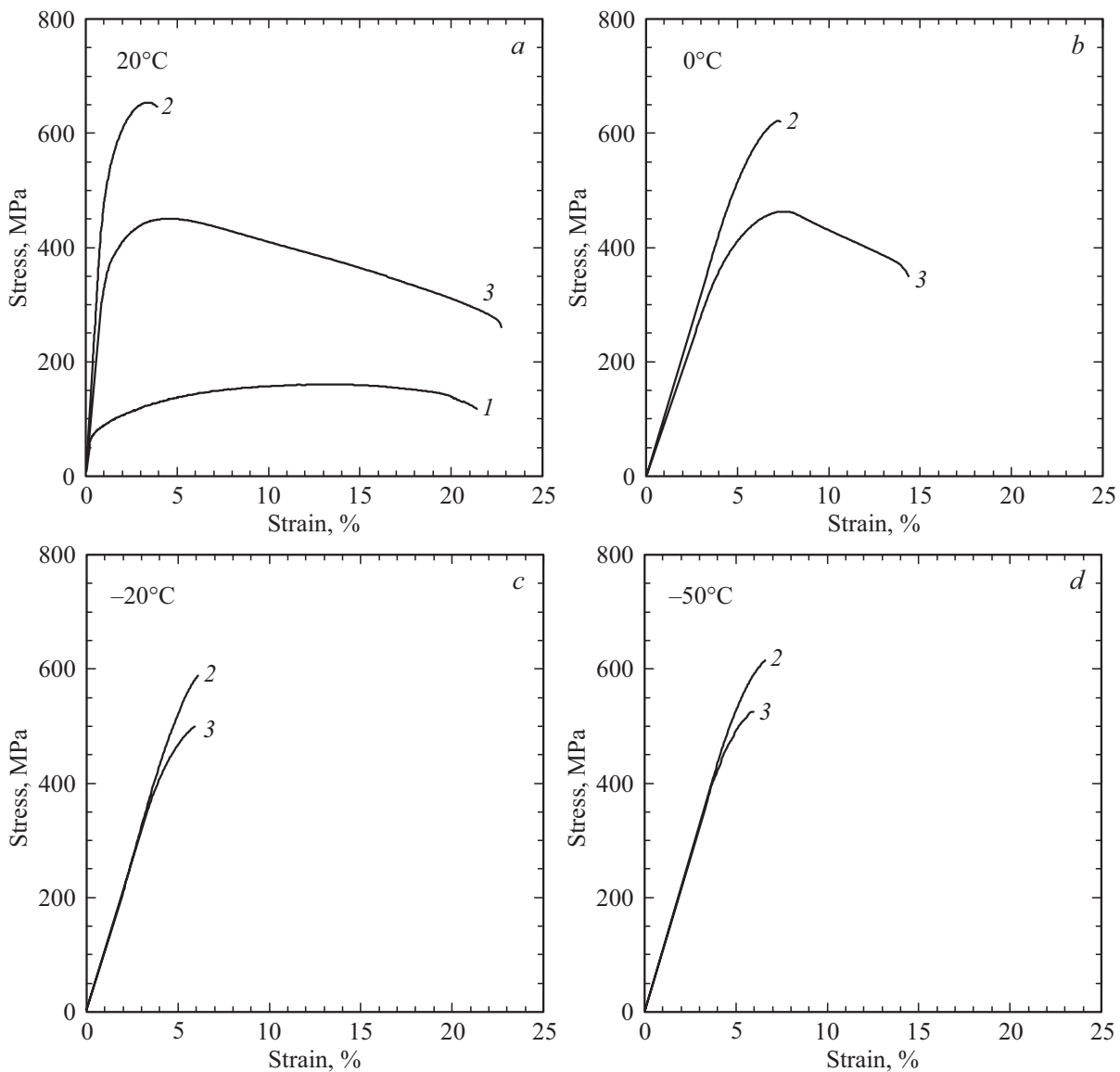


Рис. 1. Диаграммы напряжение–деформация, полученные для образцов сплава Al–1.5Cu, в исходном состоянии (кривая 1), после ИПДК (кривая 2) и отжига и дополнительной деформации (кривая 3), при различных температурах испытаний на одноосное растяжение (*a* — 20°C, *b* — 0°C, *c* — –20°C, *d* — –50°C).

условный предел текучести составляет ~ 345 МПа, а пластичность достигает 22%, превышая при этом пластичность исходного образца. Этот результат коррелирует с полученными ранее для данного сплава данными [6] и свидетельствует о том, что дополнительная обработка (отжиг при 150°C и ИПДК на 0.25 оборота) позволила реализовать в сплаве ЭП и достичь высокой пластичности при сохранении высоких значений предела прочности и условного предела текучести. Снижение температуры механических испытаний (одноосного растяжения) до 0 и –10°C приводит к тому, что величина ЭП постепенно уменьшается и эффект практически не проявляется при $T_{\text{def}} = -20^\circ\text{C}$ (рис. 1, *b, c*). А при $T_{\text{def}} = -50^\circ\text{C}$ (рис. 1, *d*) образцы в обоих состояниях НРТ и НРТ + 150С + 0.25НРТ становятся практически

хрупкими ($\delta \approx 0.5\%$). Таким образом, экспериментально получена температурная зависимость ЭП, а также определен температурный интервал его проявления. Таким образом, легирование медью привело к уменьшению температурного интервала проявления ЭП: в технически чистом Al ЭП наблюдался в области от –50 до 20°C [7], тогда как в сплаве Al–1.5Cu только в области –20 до 20°C (рис. 2). Кроме того, получены температурные зависимости предела прочности, предела текучести и максимального относительного удлинения для обоих УМЗ-состояний НРТ и НРТ + 150С + 0.25НРТ во всем температурном диапазоне испытаний (рис. 2 и табл. 1).

В исходном состоянии удельное сопротивление сплава (ρ^{exp}) составляет ~ 39.7 нОм, в результате обработки ИПДК ρ^{exp} увеличивается до ~ 41.3 нОм (табл. 2). От-

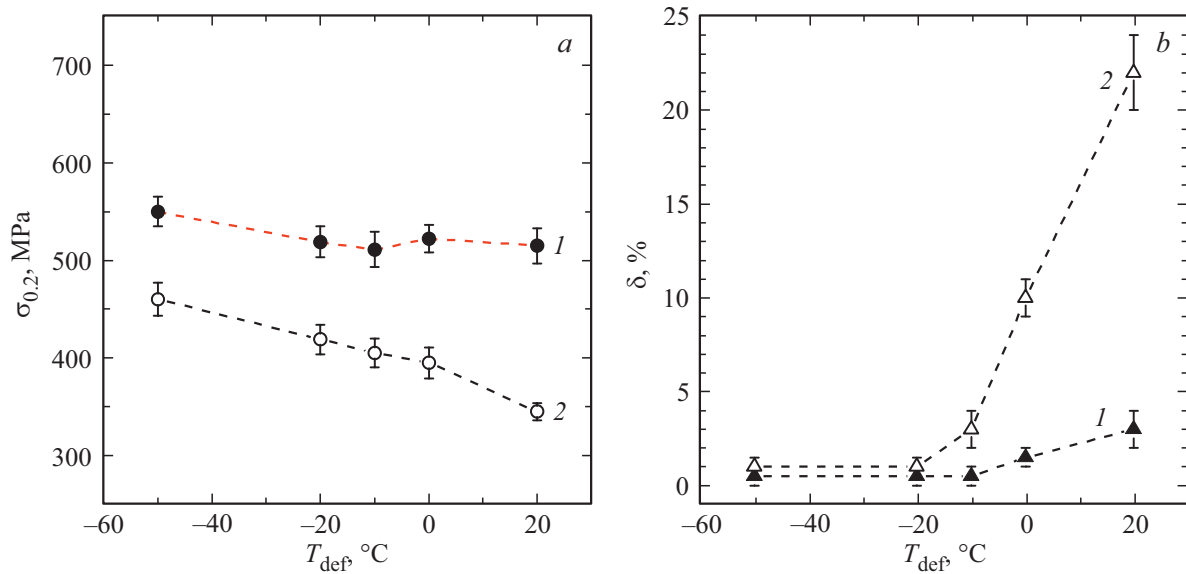


Рис. 2. Зависимости условного предела текучести (*a*) и удлинения до разрушения (*b*) для образцов сплава Al–1.5Cu после ИПДК (кривая 1) и отжига и дополнительной деформации (кривая 2) от температуры испытаний на одноосное растяжение.

жиг и дополнительная деформация приводят к снижению удельного сопротивления до ~ 38.2 и ~ 37.7 $n\Omega m$ соответственно. Увеличение удельного сопротивления после обработки ИПДК может быть связано с измельчением зеренной структуры, а также с созданием неравновесной структуры в границах зерен [11]. С другой стороны, очищение алюминиевой матрицы в результате распада твердого раствора и преципитации способствует снижению

удельного сопротивления [12]. Более подробно эволюция микроструктуры в корреляции с изменением механических и электрических свойств будет рассмотрена ниже.

3.2. Эволюция микроструктуры

В исходном гомогенизированном состоянии образец имел КЗ-структуру со средним размером зерна

Таблица 1. Механические свойства сплава Al–1.5Cu при различных температурах деформации ($\sigma_{0.2}$ — условный предел текучести, σ_{UTS} — предел прочности, δ — относительное удлинение до разрушения)

Температура деформации, °C	Состояние	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_{UTS} , МПа	δ , %
–80	НРТ	640 ± 18	666 ± 16	~ 0.5
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	482 ± 13	521 ± 14	~ 0.5
–50	НРТ	550 ± 15	582 ± 14	~ 0.5
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	460 ± 17	521 ± 11	~ 1
–20	НРТ	519 ± 16	570 ± 15	~ 0.5
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	419 ± 15	502 ± 15	~ 1
–10	НРТ	511 ± 18	590 ± 17	~ 1
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	405 ± 15	498 ± 13	3 ± 1
0	НРТ	522 ± 14	611 ± 13	~ 1.5
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	395 ± 16	473 ± 9	10 ± 1
20	НРТ	515 ± 18	655 ± 17	3 ± 1
	НРТ + 150С	–	440 ± 11	–
	НРТ + 150С + 0.25НРТ	345 ± 9	450 ± 9	22 ± 2

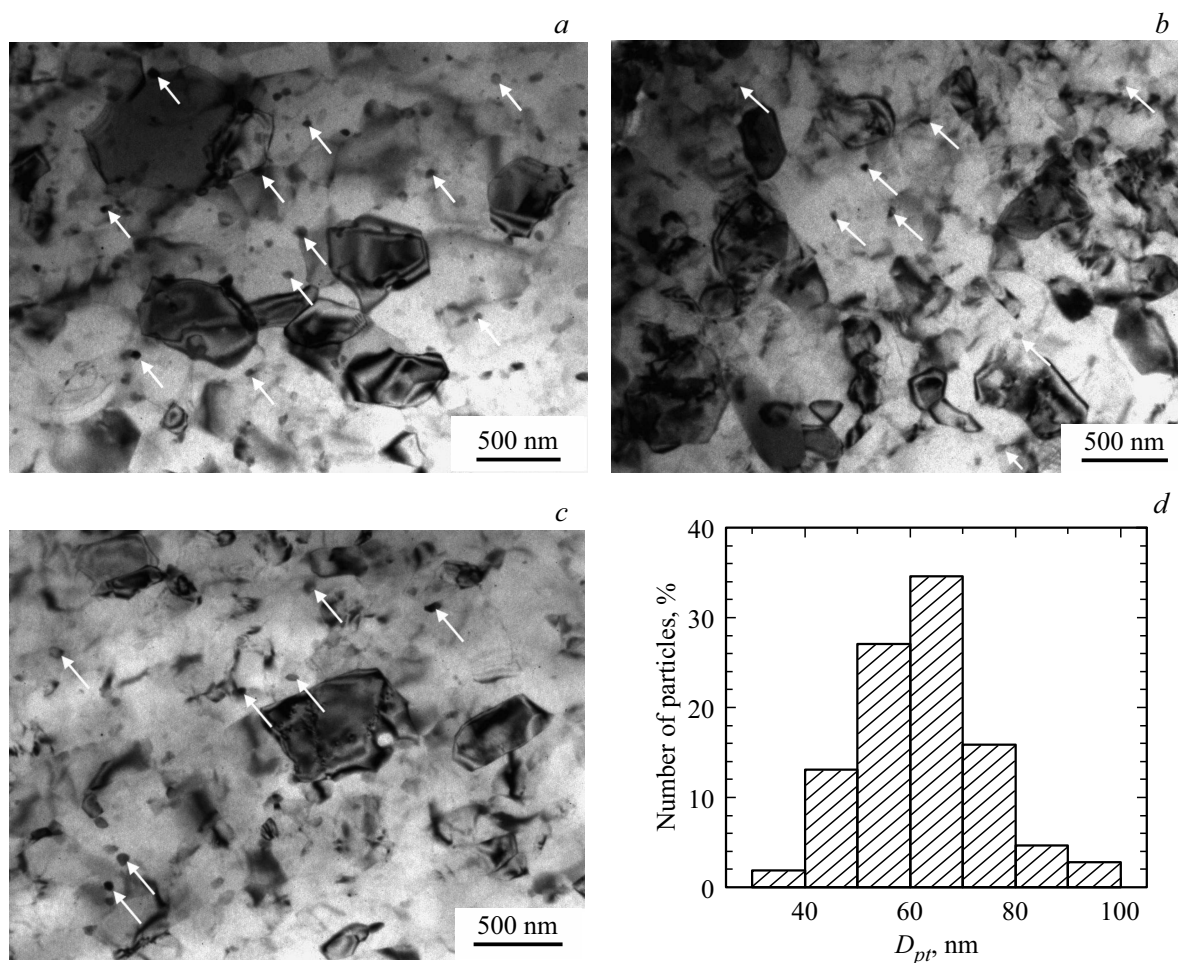


Рис. 3. ПЭМ-изображения структуры УМЗ-сплава Al–1.5Cu после ИПДК (a), отжига (b), отжига и дополнительной деформации (c) и распределение частиц вторичной фазы по размерам для образца после ИПДК (d). Стрелками указаны частицы вторичной фазы.

$d_{av} \approx 60 \mu\text{m}$. В результате обработки ИПДК в сплаве сформировалась УМЗ-структура со средним размером зерна $d_{av} \approx 320 \text{ nm}$ (рис. 3, a, табл. 3). Последующий отжиг УМЗ-образцов и дополнительная деформация не привели к существенному изменению среднего размера зерна (рис. 3, b, c, табл. 3). Как было показано для технического чистого Al [13], сплавов систем Al–Zr [14,15], Al–Mg–Si [16,17], низкотемпературный отжиг УМЗ-образцов или небольшая дополнительная деформация не приводят к существенному изменению среднего размера зерна, но, по-видимому, влияют на тонкую структуру ГЗ [5]. После обработки ИПДК в структуре присутствует большое количество частиц вторичной фазы сферической формы (рис. 3, a). Средний диаметр частиц составляет $\sim 55 \text{ nm}$, расстояние между частицами $\sim 300 \text{ nm}$ (табл. 3). Как показывают результаты РСА (рис. 4) данные частицы являются стабильной модификацией вторичной фазы Al_2Cu . По данным РСА параметр решетки сплава в КЗ-состоянии составляет 4.0475 \AA , который увеличивается в результате обработки ИПДК до 4.0486 , что свидетельствует об очище-

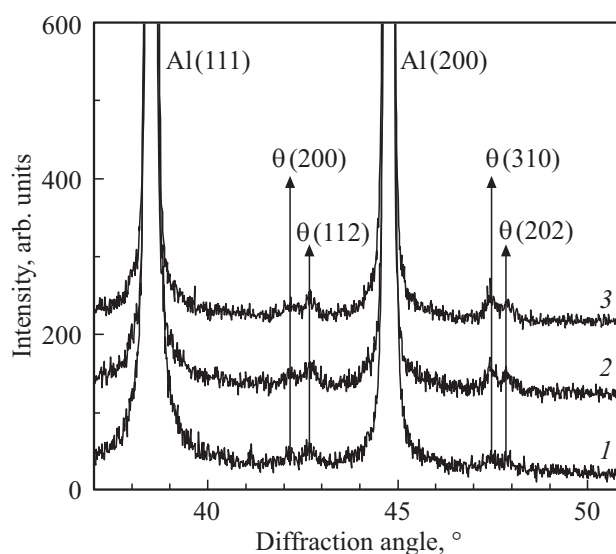


Рис. 4. Рентгенограммы образцов УМЗ-сплава Al–1.5Cu после ИПДК (1), отжига (2) и отжига и дополнительной деформации (3).

нии алюминиевой матрицы от растворенных атомов Cu [1]. После отжига параметр решетки увеличивается до 4.0495 Å, что свидетельствует о еще большем очищении алюминиевой матрицы от растворенных атомов Cu. Последующая дополнительная деформация практически не изменяет параметр решетки, он составляет 4.0497 Å. Отжиг при 150°C приводит к увеличению размеров ОКР и снижению уровня микронапряжений. Согласно соотношению (1) и данным РСА (табл. 3) плотность дислокаций снижается в результате отжига в ~ 3 раза. Дополнительная деформация приводит к фрагментации зерен, росту микронапряжений и, соответственно, увеличению плотности дислокаций до уровня, характерного для состояния НРТ (табл. 3). Подобная тенденция изменения плотности дислокаций ранее наблюдалась и для УМЗ технически чистого Al [5].

4. Обсуждение полученных результатов

Проведенная характеристика микроструктуры позволяет провести анализ вкладов различных структурных элементов в предел текучести и удельное сопротивление материала и сравнить их с полученными экспериментальными данными.

1. Границы зерен в поликристаллах выступают барьерами для движения скользящих дислокаций, поскольку при переходе через ГЗ изменяется ориентировка плоскости скольжения. Около межзеренной границы возникает скопление дислокаций, упругие поля которых приводят к испусканию новой дислокации в соседнем зерне [18]. Согласно соотношению Холла–Петча [19,20] вклад зернограницного упрочнения в предел текучести может быть определен как

$$\sigma_{GB} = K_y d_{av}^{-1/2}, \quad (2)$$

где $K_y = 0.1 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ — коэффициент Холла–Петча.

2. Деформационное (дислокационное) упрочнение, обусловленное междислокационными взаимодействиями, которые приводят к снижению мобильности дислокаций, можно оценить согласно соотношению Тэйлора [21]:

$$\sigma_{dis} = M\alpha Gb\sqrt{L_{dis}}, \quad (3)$$

где $M = 3.06$ — фактор Тейлора (ориентационный множитель) [22], $\alpha = 0.33$ — коэффициент междислокационного взаимодействия [23], $G = 26 \text{ ГПа}$ — модуль сдвига.

3. Движению дислокаций препятствуют примесные и легирующие атомы, находящиеся в твердом растворе. Энергия взаимодействия дислокации с примесным атомом зависит от размерного несоответствия радиусов примесного атома и атома матричного элемента [24,18]. Согласно [25] твердорастворное упрочнение определяется уравнением

$$\sigma_{SS} = k_{Cu}C_{Cu}^{2/3} + k_{Ti}C_{Ti}^{2/3}, \quad (4)$$

где $k_{Cu} = 46.4 \text{ МПа}/\text{wt.}\%^{2/3}$ [26], $k_{Ti} = 25.6 \text{ МПа}/\text{wt.}\%^{2/3}$ [26] — соответственно коэффициенты, определяющие взаимодействие дислокации с атомами Cu и Ti; C_{Cu} , C_{Ti} (wt.%) — соответственно концентрация атомов Cu и Ti в твердом растворе.

4. Торможение дислокаций дисперсными частицами Al_2Cu , может быть определено согласно соотношению Орована [27,28]:

$$\sigma_{Or} = \frac{0.4MGb}{\pi L_{pt}\sqrt{1-\nu}} \ln \frac{D_{pt}}{b}, \quad (5)$$

где: L_{pt} — расстояние между частицами, D_{pt} — диаметр частиц, $\nu = 0.35$ коэффициент Пуассона.

Согласно [21,29–31] предел текучести материала является суперпозицией вкладов различных механизмов упрочнения

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{GB} + \sigma_{dis} + \sigma_{SS} + \sigma_{Or}, \quad (6)$$

где σ_0 — минимальное касательное напряжение, необходимое для скольжения дислокации в идеальном кристалле (напряжение Пайерлса–Набарро) [24], являющееся константой материала (для Al $\sigma_0 = 10 \text{ МПа}$).

Аналогично удельное сопротивление металла согласно правилу Матиссена [32] равно сумме вкладов от различных механизмов рассеяния заряда, каждый из которых не влияет на другие

$$\rho^{met} = \rho^{pure} + N_V \Delta\rho^{vac} + L_{dis} \Delta\rho^{dis} + S_{GB} \Delta\rho^{GB} + C_{Cu} \Delta\rho^{Cu} + C_{Ti} \Delta\rho^{Ti}, \quad (7)$$

где $\rho^{pure} = 27 \text{ н}\Omega\text{м}$ — удельное сопротивление чистого монокристаллического Al при КТ [33], $\Delta\rho^{vac} = 26 \text{ н}\Omega\text{м}/\text{at.}\%$ [34], $\Delta\rho^{dis} = 2.7 \cdot 10^{-25} \Omega\text{м}^3$ [35], $\Delta\rho^{GB} = 2.6 \cdot 10^{-16} \Omega\text{м}^2$ [35] — вклады от единичной концентрации вакансий, единичных плотностей дислокаций и ГЗ, соответственно, $\Delta\rho^{Cu} = 3.3 \text{ н}\Omega\text{м}/\text{at.}\%$ [1], $\Delta\rho^{Ti} = 25 \text{ н}\Omega\text{м}/\text{at.}\%$ [1] — соответственно, вклады от единичной концентрации атомов Cu и Ti в твердом растворе, N_V (at.%) — концентрация вакансий, $S_{GB} (\text{м}^{-1})$ — объемная плотность ГЗ.

Известно, что вклад от вакансий в электросопротивление алюминия даже после больших пластических деформаций пренебрежимо мал, поскольку вакансии быстро аннигилируют [36]. Вклад в удельное сопротивление от единичной плотности ГЗ существенно зависит от структуры ГЗ: степени их неравновесности [11], угла разориентировки [37], наличия зернограницных сегрегаций [10].

Используя параметры микроструктуры (табл. 3) и соотношения (2)–(7), была проведена оценка вкладов от различных механизмов упрочнения в предел текучести и механизмов рассеяния заряда в удельное сопротивление материала, полученные оценки σ_y и ρ^{met} в сравнении с экспериментальными данными $\sigma_{0.2}$ и ρ^{exp} представлены в табл. 2 и 4. Для КЗ-состояния оценки вкладов показали

Таблица 2. Оценка вкладов различных параметров микроструктуры в удельное сопротивление в сравнении с экспериментальными значениями удельного сопротивления образцов сплава Al–1.5Cu в различных состояниях

Состояние	ρ^{exp} , nΩm	ρ^{pure} , nΩm	$L_{\text{dis}}\Delta\rho^{\text{dis}}$, nΩm	$S_{GB}\Delta\rho^{GB}$, nΩm	$C_{\text{Cu}}\Delta\rho^{\text{Cu}}$, nΩm	$C_{\text{Ti}}\Delta\rho^{\text{Ti}}$, nΩm	ρ^{met} , nΩm
Исходное	39.7 ± 0.8	27.0	< 0.01	< 0.01	4.9	7.5	39.4
НРТ	41.3 ± 0.8	27.0	< 0.01	2.6	0.9	7.5	38.0
НРТ+150С	38.2 ± 0.8	27.0	< 0.01	2.6	0.9	7.5	38.0
НРТ+150С+0.25НРТ	37.7 ± 0.8	27.0	< 0.01	2.6	0.9	7.5	38.0

Таблица 3. Результаты анализа микроструктуры сплава Al–1.5Cu в различных состояниях (d_{av} — средний размер зерна, D_{pt} — средний размер частиц вторичной фазы, L_{pt} — среднее расстояние между частицами вторичной фазы, a — параметр решетки, D_{XRD} — размер областей когерентного рассеяния, $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ — уровень микроскажений кристаллической решетки, L_{dis} — плотность дислокаций)

Состояние	d_{av} , μm	D_{pt} , nm	L_{pt} , nm	a , Å	D_{XRD} , nm	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$	$L_{\text{dis}} \times 10^{13}$, m ⁻²
Исходное	60 ± 10	—	—	4.0475 ± 0.0002	—	—	—
НРТ	0.3 ± 0.05	57 ± 5	280 ± 20	4.0486 ± 0.0001	186 ± 4	5.0 ± 0.03	3.3
НРТ+150С	0.3 ± 0.05	54 ± 8	300 ± 40	4.0495 ± 0.00003	385 ± 2	3.3 ± 0.03	1.0
НРТ+150С+0.25НРТ	0.3 ± 0.05	57 ± 8	340 ± 55	4.0497 ± 0.00005	197 ± 3	4.7 ± 0.06	2.9

Таблица 4. Оценка вкладов различных параметров микроструктуры в предел текучести в сравнении с экспериментальными данными изменения условного предела текучести образцов сплава Al–1.5Cu в различных состояниях

Состояние	σ_0 , МПа	σ_{GB} , МПа	σ_{dis} , МПа	$\sigma_{SS}(\text{Cu})$, МПа	$\sigma_{SS}(\text{Ti})$, МПа	σ_{Or} , МПа	σ_y , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа
Исходное	10	13	—	61	12	—	96	76 ± 12
НРТ	10	180	43	35	12	63	343	515 ± 18
НРТ+150С	10	180	24	35	12	63	324	—
НРТ+150С+0.25НРТ	10	180	40	35	12	63	340	345 ± 9

хорошее соответствие с полученным экспериментальным значением $\sigma_{0.2}$ с учетом того, что размер зерна в КЗ состоянии варьируется в довольно широких пределах. Однако для состояния НРТ имеет место несоответствие теоретических оценок с экспериментально полученными значениями. Данное несоответствие может быть обусловлено наличием дополнительных, характерных только для УМЗ-материала, механизмов упрочнения. В работе [38] для сплава Al–Cu с близким содержанием Cu (0.83 at.%) было показано, что Cu сегрегирует в ГЗ в процессе ИПДК с превышением концентрации Cu в ГЗ в несколько раз по сравнению с зерном. Согласно [39], сегрегации Cu и Mg на ГЗ в сплаве системы Al–Mg–Si, формирующиеся в процессе ИПДК, приводят к дополнительному упрочнению материала. Полученная разница между теоретически рассчитанным пределом текучести σ_y и экспериментально определенным $\sigma_{0.2}$, наиболее вероятно, связана с образованием сегрегаций Cu на ГЗ. Обработка ИПДК приводит к формированию неравновесных ГЗ в Al [2], характеризующихся повышенной плотностью дефектов и избыточной энергией [2]. Сегрегация Cu в ГЗ может приводить к понижению степени неравновесности ГЗ [2]. В работе [39] указывается

на возможность формирования мельчайших примесных кластеров, в том числе медных в сплаве системы Al–Mg–Si под действием ИПДК, которые тоже вносят вклад в упрочнение.

Оценки вкладов в удельное сопротивление для образца в исходном состоянии также показали хорошее соответствие с экспериментальными данными (табл. 2). Для состояния НРТ характерно более высокое экспериментально определенное значение удельного сопротивления, что также указывает на присутствие дополнительного механизма рассеяния заряда. Для образцов после отжига и дополнительной деформации оценки вкладов в удельное сопротивление находятся в хорошем соответствии с экспериментальными значениями (табл. 2).

Описанная выше возможная сегрегация Cu на ГЗ несомненно будет приводить к увеличению их удельного сопротивления. В процессе дальнейшего отжига при 150°C может происходить дальнейшая релаксация неравновесных ГЗ за счет аннигиляции дефектов и сегрегационных процессов, которые могут сопровождаться образованием примесных кластеров или преципитатов на ГЗ [38]. Понижение электросопротивления в состоянии после отжига, наиболее вероятно, связано с

дальнейшим очищением матрицы алюминия от примесных элементов, что согласуется с данными РСА по изменению параметра решетки.

Пластичность образцов в нанокристаллических и УМЗ-сплавах при комнатной температуре реализуется за счет механизмов испускания зернограничных дислокаций в тело зерна, движения дислокаций в зерне, захвата дислокаций противоположной границей и переползанием захваченной дислокации внутри границы [5]. Согласно модели, объясняющей ЭП в СР Al [5], дополнительная деформация на 0.25 оборота приводит к внесению решеточных дислокаций в релаксированную отжигом структуру границ зерен, которые под действием внешней нагрузки могут образовывать скопления скользящих зернограничных дислокаций у тройных стыков и облегчать испускание большого количества дислокаций из тройных стыков.

Согласно работе [7], уменьшение ЭП с понижением температуры в УМЗ Al связывается с тем, что скопление внесенных зернограничных дислокаций, формирующих их скопление у тройных стыков, является термоактивированным процессом. При понижении температуры деформации T_{def} подвижность этих дислокаций понижается экспоненциально и при температурах ниже некоторой критической недостаточно времени для формирования скопления дислокаций, необходимого для их эмиссии. Наличие сегрегаций/преципитатов на ГЗ и в тройных стыках будет дополнительно затруднять образование скоплений дислокаций у тройных стыков, поэтому при каждой конкретной температуре деформации потребуется более длительное время для их формирования в границах с сегрегациями по сравнению с ГЗ без сегрегаций. С этим, наиболее вероятно, и связано уменьшение температурного интервала существования ЭП в сплаве Al–1.5Cu по сравнению с технически чистым Al. Таким образом, результаты, полученные для сплава Al–1.5Cu находятся в хорошем согласии с теоретическими моделями, предложенными в [5,7] и объясняющими ЭП в Al.

5. Заключение

В настоящей работе методом ИПДК была сформирована УМЗ-структура в сплаве Al–1.5 wt.% Cu. УМЗ материал демонстрирует высокие значения предела прочности ~ 655 МПа и условного предела текучести ~ 515 МПа, но имеет низкую пластичность $\sim 3\%$. Результаты характеризации микроструктуры и анализ вкладов от различных параметров микроструктуры в результирующие значения предела текучести и удельного сопротивления показывают, что повышение прочности УМЗ-образцов обусловлено измельчением зеренной структуры, формированием частиц вторичной фазы, повышением плотности дислокаций, а также дополнительными механизмами, такими как зернограничные сегрегации и возможное образование примесных кластеров.

В результате дополнительной термомеханической обработки, включающей кратковременный низкотемпературный отжиг и последующую небольшую деформацию кручением, достигнуто существенное повышение пластичности УМЗ-образцов до $\sim 22\%$, при сохранении высоких значений предела прочности 450 МПа и условного предела текучести 345 МПа. Данный эффект, наиболее вероятно, обусловлен повышением плотности дислокаций в структуре в ~ 3 раза, поскольку дополнительная обработка не приводит к существенным изменениям среднего размера зерна и распределения частиц вторичной фазы. Впервые исследовано влияние температуры деформации на эффект пластификации и установлены критическая температура и температурный диапазон реализации данного эффекта.

Полученные результаты демонстрируют высокий потенциал для практического применения УМЗ-сплавов системы Al–Cu, полученных методом ИПД.

Финансирование работы

Авторы А.М.М. и Э.Х.Я. благодарят Российский научный фонд (грант № 19-79-00114) за финансовую поддержку работы.

Рентгеноструктурные исследования проведены с использованием оборудования Ресурсного центра Научного парка СПбГУ „Рентгенодифракционные методы исследования“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] L.F. Mondolfo. Aluminum Alloys: Structure and Properties. Elsevier. (2013). 982 с.
- [2] R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons. (2013).
- [3] X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji. Science **312**, 249 (2006).
- [4] А.М. Мавлютов, Т.А. Латынина, М.Ю. Мурашкин, Р.З. Валиев, Т.С. Орлова. ФТТ **59**, 10, 1949 (2017).
- [5] T.S. Orlova, N.V. Skiba, A.M. Mavlyutov, R.Z. Vaiev, M.Y. Murashkin, M.Y. Gutkin. Rev. Adv. Mater. Sci. **57**, 224 (2018).
- [6] А.М. Мавлютов, Т.С. Орлова. Э.Х. Яппарова. ПЖТФ **46**, 18, 30 (2020).
- [7] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, M.Y. Gutkin. Mater. Sci. Eng. A **802**, 140588 (2021).
- [8] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Prog. Mater. Sci. **53**, 893 (2008).
- [9] G.K. Williamson, R.E. Smallman. Phil. Mag. **1**, 34 (1956).
- [10] Дж.Э. Хетч. Алюминий. Свойства и физическое металловедение. Металлургия, М. (1989). 422 с.
- [11] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, A.S. Bondarenko, I.A. Kasatkin, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. Phil. Mag. **96**, 23, 2429 (2016).
- [12] R.Z. Valiev, M.Yu. Murashkin, I. Sabirov. Sci. Mater. **76**, 13 (2014).

- [13] A.M. Mavlyutov, A.S. Bondarenko, M.Yu. Murashkin, E.V. Boltynjuk, R.Z. Valiev, T.S. Orlova. *J. Alloys Compd.* **698**, 539 (2017).
- [14] T.S. Orlova, T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *J. Alloys Compd.* **784**, 41 (2019).
- [15] T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev, T.S. Orlova. *Phil. Mag.* **99**, 19, 2424 (2019).
- [16] А.М. Мавлютов, И.А. Касаткин, М.Ю. Мурашкин, Р.З. Валиев, Т.С. Орлова. *ФТТ* **10**, 1998 (2015).
- [17] A.M. Mavlyutov, T.S. Orlova, T.A. Latynina, I.A. Kasatkin, M.Y. Murashkin, R.Z. Vaiev. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **52**, 61 (2017).
- [18] R.W. Hertzberg. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. Wiley, N.Y. (1989). 680 p.
- [19] E.O. Hall. *Proc. Phys. Soc. B* **64**, 747 (1951).
- [20] N.J. Petch. *Acta Crystallographica* **6**, 1, 96 (1953).
- [21] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen. *Acta Mater.* **57**, 14, 4198 (2009).
- [22] N. Hansen, X. Huang. *Acta Mater.* **46**, 1827 (1998).
- [23] F.R.N. Nabarro, Z.S. Basinski, D.B. Holt. *Adv. Phys.* **13**, 193 (1964).
- [24] И.И. Новиков. *Металлургия*, М. (1975). 208 с.
- [25] O.R. Muhr, O. Grong, S.J. Andersen. *Acta Mater.* **49**, 65 (2001).
- [26] G.J. Mahon, G.J. Marshall. *JOM* **48**, 6, 39 (1996).
- [27] L.M. Brown, R.K. Ham. *Strengthening methods in crystals*. London: Appl. Sci. (1971).
- [28] P.B. Hirsch, F.J. Humphreys. *Physics of Strength and Plasticity*. AS Argon (1969).
- [29] H. Asgharzadeh, A. Simchi, H.S. Kim. *Mater. Sci. Eng. A* **528**, 12, 3981 (2011).
- [30] H. Asgharzadeh, A. Simchi, H.S. Kim. *Metallurg. Mater. Transact. A* **42**, 3, 816 (2011).
- [31] T.D. Topping, B. Ahn, Y. Li, S.R. Nutt, E.J. Lavernia. *Metallurg. Mater. Transact. A* **43**, 2, 505 (2012).
- [32] P.L. Rossiter. *The Electrical Resistivity of Metals and Alloys*. Cambridge University Press, Cambridge (2003). 452 p.
- [33] Y. Miyajima, S.Y. Komatsu, M. Mitsuhara, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji. *Phil. Mag.* **90**, 4, 4475 (2010).
- [34] J. Komatsu. *Technical specification on hardenability of Boron Steel*. N. KES (KNOW HOW). **7**, 216, 2.
- [35] A.S. Karolik, A.A. Luchvich. *J. Phys.: Condens. Matter.* **6**, 873 (1994).
- [36] *Physical Metallurgy* / Eds R.W. Cahn, P. Haasen. North-Holland Publ. Co. Amsterdam (1983).
- [37] M. Mito, H. Matsui, T. Yoshida, T. Anami, K. Tsuruta, H. Deguchi, T. Iwamoto, D. Terada, Y. Miyajima, N. Tsuji. *Rev. Sci. Instrum.* **87**, 5, 053905 (2016).
- [38] Y. Nasedkina, X. Sauvage, E.V. Bobruk, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, N.A. Enikeev. *J. Alloy Comp.* **710**, 736 (2017).
- [39] G. Nurislamova, X. Sauvage, M. Murashkin, R. Islamgaliev, R.Z. Valiev. *Phil. Mag. Lett.* **88**, 6, 459 (2008).

Редактор Д.В. Жуманов