

## Влияние скорости деформации на эффект пластификации ультрамелкозернистого сплава Al–Cu–Zr в высокопрочном состоянии

© Д.И. Садыков<sup>1</sup>, Т.С. Орлова<sup>2,¶</sup>, М.Ю. Мурашкин<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup> Институт физики перспективных материалов, Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия

¶ E-mail: orlova.t@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 22 февраля 2022 г.

В окончательной редакции 22 февраля 2022 г.

Принята к публикации 24 февраля 2022 г.

Исследовалось влияние скорости деформации на эффект пластификации (ЭП) ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%), структурированного методом интенсивной пластической деформации кручением. Значительное увеличение пластичности (более чем в 2 раза) при сохранении высокого уровня прочности (предел прочности  $\sim 465$  МПа) в УМЗ-сплаве было достигнуто в результате дополнительной деформационно-термической обработки (ДТО), состоящей из низкотемпературного отжига и небольшой дополнительной деформации. Показано, что ЭП после ДТО сохраняется при изменении скорости деформации от  $10^{-4}$  до  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  и уменьшается вдвое при дальнейшем ее увеличении до  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Определен коэффициент скоростной чувствительности для УМЗ-сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в состояниях до и после ДТО. Обсуждаются возможные причины подавления ЭП при высоких скоростях деформации ( $\geq 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ).

**Ключевые слова:** алюминиевые сплавы, интенсивная пластическая деформация, ультрамелкозернистая структура, прочность, пластичность, скоростная чувствительность.

DOI: 10.21883/FTT.2022.06.52410.297

### 1. Введение

Ультрамелкозернистые (УМЗ) сплавы на основе алюминия привлекают большой интерес в связи с высоким потенциалом их применения в аэрокосмической, энергетической, строительной и других отраслях [1]. Одним из наиболее эффективных способов формирования подобного рода микроструктур является обработка материалов методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [2]. Материалы с УМЗ-структурой, сформированной методами ИПД, обычно демонстрируют высокий уровень прочности, а в ряде случаев и „сверхпрочность“ [1,3]. Ключевым недостатком УМЗ-материалов является то, что в большинстве случаев они имеют низкую пластичность [4], что заметно снижает привлекательность их практического использования. В связи с этим в настоящее время уделяется большое внимание разработке научно обоснованных подходов, нацеленных на улучшение пластичности высокопрочных УМЗ-материалов. Примерами таких подходов является формирование бимодальной структуры [5–8], введение наноразмерных частиц вторичной фазы [9,10] и др. [3]. Указанные выше подходы можно кратко назвать

микроструктурным дизайном, т.е., по сути, созданием специальных структур, обеспечивающих повышенную пластичность в УМЗ-материалах при сохранении высокого уровня прочности.

Относительно недавно нами был предложен новый подход для увеличения пластичности в УМЗ-материалах на примере технически чистого алюминия (СР Al), заключающийся в специальной деформационно-термической обработке (ДТО), включающей низкотемпературный отжиг и последующую дополнительную деформацию [11]. В результате проведения такой ДТО в УМЗ СР Al было достигнуто увеличение пластичности более чем в два раза при сохранении высокого уровня прочности. Повышение пластичности в результате деформации не типично для крупнозернистых структур. Было показано, что полученный эффект увеличения пластичности в УМЗ СР Al — эффект пластификации (ЭП), связан с внесением дополнительной плотности дислокаций в релаксированную отжигом структуру большеугловых границ зерен (ГЗ). Впоследствии была разработана теоретическая модель [12,13], согласно которой деформация в УМЗ Al осуществляется путем эмиссии решеточных дислокаций из ГЗ, их скольжением по зерну

и встраиванием в противоположные ГЗ, а повышение пластичности после ДТО обусловлено внесением дополнительной плотности зернограницных дислокаций (ЗГД) в релаксированную отжигом структуру ГЗ (увеличением степени неравновесности ГЗ), что приводит к облегчению испускания ими дислокаций. В последующих исследованиях проявление ЭП было установлено в УМЗ сплаве Al–1.5Cu (wt%) [14]. Это вызвало не только научный, но и практический интерес, так как данный сплав содержит Cu, являющуюся основным легирующим элементом в промышленных сплавах 2xxx серии [15,16], которые широко используются в качестве конструкционных материалов в различных областях промышленности [17]. Недавно нами впервые был обнаружен подобный эффект пластификации в трехкомпонентном сплаве Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) с УМЗ-структурой [18]. После специальной ДТО, включающей низкотемпературный отжиг и последующую деформацию, пластичность в данном материале увеличилась более чем в два раза, что, скорее всего, свидетельствует об универсальности данного подхода для увеличения пластичности в различных УМЗ сплавах на основе Al.

Тем не менее, для внедрения предложенного подхода по увеличению пластичности УМЗ-сплавов на основе Al необходимо более глубоко изучить физическую природу данного явления, так как предложенная теоретическая модель на данном этапе исследований не является универсальной и в первую очередь разрабатывалась для чистого Al. В данной модели не рассматривалось влияние легирующих элементов, которые, как известно [19–21], могут значительно влиять на механизмы протекания пластической деформации. Для лучшего понимания физической природы эффекта увеличения пластичности деформацией важным представляется исследование влияния на него внешних факторов, таких как скорость и температура нагружения (деформации). Кроме того, такие исследования важны и с практической точки зрения для выявления температурно-скоростных условий, пригодных для формирования из высокопрочных УМЗ-сплавов деталей или изделий с использованием различных деформационных методов, а также для определения возможных условий их эксплуатации.

Известно, что УМЗ-сплавы на основе Al, демонстрирующие не только высокую пластичность, но в ряде случаев даже сверхпластичность, обладали высокой чувствительностью к скорости деформации [1,19,22–24]. В соответствии с известным критерием Харта [25], равномерная деформация переходит к стадии локализации деформации при условии:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \leq (1 - m) \cdot \sigma, \quad (1)$$

где  $\sigma$  — напряжение течения,  $\varepsilon$  — пластическая деформация,  $m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\varepsilon}}$  — коэффициент скоростной чувствительности,  $\dot{\varepsilon}'$  — скорость деформации,  $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$  — скорость упрочнения (коэффициент упрочнения).

Из данного критерия очевидно, что при достаточно больших значениях  $m$  материал может эффективно противостоять неоднородной деформации даже при

отсутствии значительного деформационного упрочнения. Повышенное значение коэффициента  $m$  обычно связывают с активизацией зернограницного проскальзывания, приводящей к более однородному микропластическому течению в образце, препятствующему процессам макролокализации с образованием шейки, что обеспечивает повышение пластичности [26,27] или даже приводит к появлению сверхпластичности при комнатной температуре, как это наблюдалось, например, для УМЗ-сплава Al–30Zn (wt%) [19].

В настоящей работе исследовалось влияние скорости деформации растяжением при комнатной температуре на эффект пластификации в УМЗ-сплаве Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%), структурированном методом ИПДК и подвергнутом специальной ДТО, выполненной по режиму, предложенному авторами в предыдущем исследовании [18].

## 2. Материалы и экспериментальные методы

В работе исследовался сплав Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) (далее по тексту сплав Al–Cu–Zr), полученный методом литья и последующей холодной прокатки в виде цилиндрического прутка диаметром 14.5 mm [28]. Для формирования УМЗ-структуры предварительно состаренные путем длительного отжига при температуре 375°C в течение 140 h заготовки в виде цилиндров высотой 3 mm и диаметром 14.5 mm были подвергнуты интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) на прессе Walter Klement GmbH НРТ-07. Структурирование образцов методом ИПДК проводилось при комнатной температуре (RT) под гидростатическим давлением 6 GPa при количестве оборотов  $n = 10$ . В результате были получены диски диаметром  $\sim 20$  mm и толщиной  $\sim 1$  mm. Степень истинной деформации ( $e$ ) на расстоянии 5 mm от центра диска составила  $\sim 6.6$  [28,29]. Данное состояние образцов здесь и далее обозначено как AG + НРТ.

Часть образцов в состоянии AG + НРТ подвергалась деформационно-термической обработке (ДТО), состоящей из отжига при температуре 125°C в течение 240 min (данное состояние здесь и далее обозначено как AG + НРТ + AN), и последующей дополнительной деформации, выполненной при RT методом ИПДК при давлении 6 GPa и  $n = 0.25$ , что соответствует  $e \sim 0.025$  (данное состояние здесь и далее обозначено как AG + НРТ + AN + 0.25НРТ). Ранее нами было показано, что данный режим ДТО приводит к значительному увеличению (более чем в два раза) пластичности исследуемого материала с УМЗ-структурой в условиях испытаний на одноосное растяжение со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  при комнатной температуре [18].

В настоящей работе механические испытания на одноосное растяжение проводились при комнатной температуре при скоростях деформации  $10^{-4}$ ,  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $10^{-3}$  и  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  на испытательной машине Shimadzu

**Таблица 1.** Параметры микроструктуры образцов УМЗ сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в различных состояниях [18]

| Состояние               | $d_{av}$ , nm | $D_{XRD}$ , nm | $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ , % | $L_{dis}$ , $10^{13} \text{ m}^{-2}$ | $a$ , Å              |
|-------------------------|---------------|----------------|-------------------------------------------|--------------------------------------|----------------------|
| AG + НРТ                | $285 \pm 23$  | $205 \pm 1$    | $0.044 \pm 0.002$                         | 2.6                                  | $4.0504 \pm 0.00006$ |
| AG + НРТ + АН           | $360 \pm 25$  | $295 \pm 4$    | $0.042 \pm 0.0003$                        | 1.7                                  | $4.0500 \pm 0.00003$ |
| AG + НРТ + АН + 0.25НРТ | $315 \pm 24$  | $211 \pm 4$    | $0.052 \pm 0.001$                         | 3.0                                  | $4.0502 \pm 0.00006$ |

AG-50kNX. Использовались плоские образцы с размерами рабочей части  $2.0 \times 1.0 \times 6.0 \text{ mm}$ , как в исследовании [30]. Более подробное описание подготовки образцов для механических испытаний, включая схему вырезки образцов, приведено в [28]. Деформация образцов измерялась с использованием видеоэкстензометра TRViewX 55S. Для каждой скорости деформации было испытано не менее 3-х образцов. На основании полученных кривых напряжение–деформация были определены предел прочности ( $\sigma_{UTS}$ ), условный предел текучести ( $\sigma_{0.2}$ ), относительное удлинение до разрушения ( $\delta$ ), равномерная деформация ( $\delta_1$ ) и коэффициент скоростной чувствительности ( $m$ ).

### 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

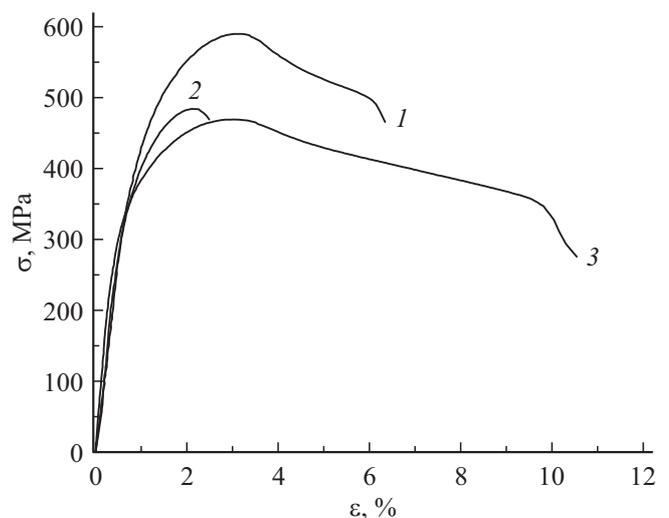
Микроструктурные исследования образцов сплава Al–Cu–Zr в состояниях AG + НРТ, AG + НРТ + АН, AG + НРТ + АН + 0.25НРТ были выполнены нами ранее с привлечением просвечивающей и растровой электронной микроскопии, энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) и рентгеноструктурного анализа (РСА) [18,28]. Основные параметры микроструктуры приведены в табл. 1.

В работах [18,28] было установлено, что ИПДК-обработка сплава Al–Cu–Zr привела к формированию УМЗ-структуры со средним размером зерна  $d_{av} \approx 285 \text{ nm}$ . Наблюдалось незначительное количество выделений частиц вторичной фазы  $\text{Al}_3\text{Zr}$  со средним размером  $\sim 17 \text{ nm}$ , расположенных преимущественно внутри зерен. На границах зерен (ГЗ) наблюдались включения частиц вторичной фазы  $\text{Al}_2\text{Cu}$  с размерами 20–40 nm. После низкотемпературного отжига при  $125^\circ\text{C}$  в течение 240 min (состояние AG + НРТ + АН) средний размер зерна увеличился незначительно ( $\sim 360 \text{ nm}$ ), а средний размер частиц фазы  $\text{Al}_2\text{Cu}$  составил  $\sim 60 \text{ nm}$ . После проведения дополнительной деформации (состояние AG + НРТ + АН + 0.25НРТ) средний размер зерна составил  $\sim 315 \text{ nm}$ , размер частиц  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , располагающихся преимущественно на ГЗ, не изменился. Размеры и объемная доля частиц  $\text{Al}_3\text{Zr}$  также не претерпели изменений.

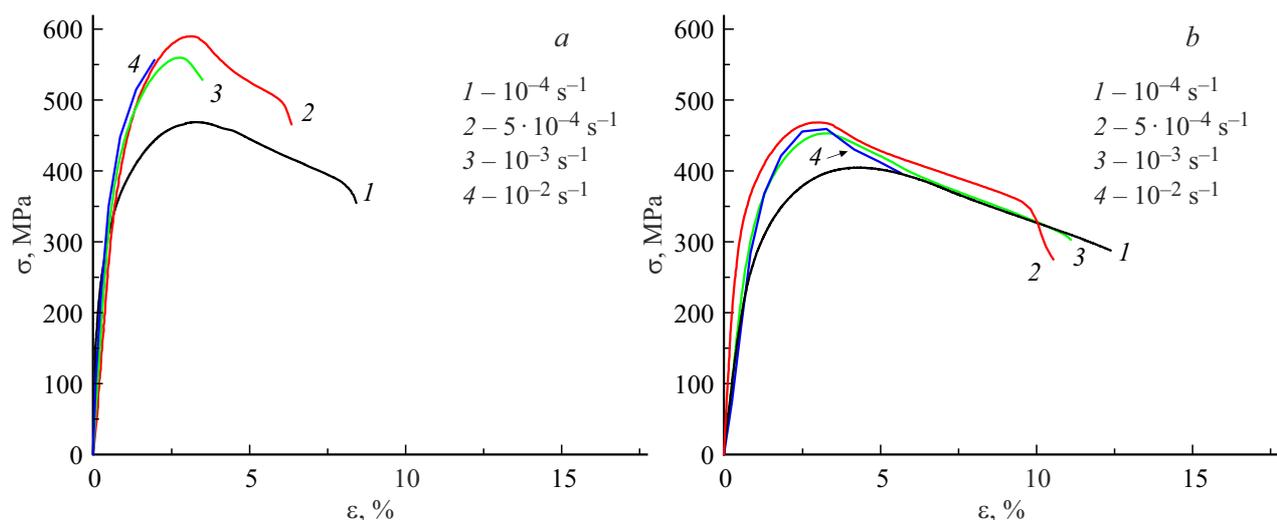
Значение плотности дислокаций  $L_{dis}$  в состоянии AG + НРТ составило  $\sim 2.6 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . После проведения низкотемпературного отжига плотность дислокаций упала до  $\sim 1.7 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ , что объясняется аннигиляцией

дислокаций в процессе отжига. Дополнительная деформация после отжига привела к увеличению плотности дислокаций до  $\sim 3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . Исследование микроструктуры образцов во всех трех состояниях, проведенное методами электронной микроскопии, не выявило решеточных дислокаций в объеме зерен, что может свидетельствовать о том, что определенная методом РСА плотность дислокаций относится главным образом к ГЗ и приграничным областям [18]. Величина параметра решетки  $a$  в состоянии после ИПДК, после отжига и после последующей деформации, остается практически неизменной, свидетельствуя о том, что концентрация Cu в твердом растворе во всех трех состояниях различается незначительно.

Ранее при проведении механических испытаний на одноосное растяжение при комнатной температуре и скорости нагружения  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  нами было обнаружено значительное увеличение пластичности (эффект пластификации (ЭП)) в УМЗ-сплаве Al–Cu–Zr, структурированном ИПДК и подвергнутом специальной ДТО [18]. Данное состояние обозначено на рис. 1 как AG + НРТ + АН + 0.25НРТ, пластичность в этом случае составила  $\delta \sim 11\%$  при сохранении высоких значений прочности:  $\sigma_{0.2} \sim 330 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_{UTS} \sim 465 \text{ MPa}$ . При этом после отжига пластичность резко уменьшалась до 1–2% (состояние AG + НРТ + АН на рис. 1).



**Рис. 1.** Деформационные кривые, полученные при скорости деформации  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  для сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в следующих состояниях: 1 — AG + НРТ; 2 — AG + НРТ + АН; 3 — AG + НРТ + АН + 0.25НРТ.



**Рис. 2.** Диаграммы напряжение–деформация при различных скоростях деформации  $\varepsilon'$  для сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в состояниях *a* — AG + НРТ и *b* — AG + НРТ + AN + 0.25НРТ.

На рис. 2 приведены диаграммы напряжение–деформация для образцов сплава Al–Cu–Zr в состояниях AG + НРТ и AG + НРТ + AN + 0.25НРТ, полученные при различных скоростях деформации. В связи с тем, что все УМЗ-образцы сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG + НРТ + AN продемонстрировали крайне низкую пластичность ( $\delta < 2\%$ ) при всех исследуемых скоростях деформации, основное внимание было сосредоточено на исследовании образцов сплава после ИПДК (состояние AG + НРТ) и после отжига и последующей дополнительной деформации (состояние AG + НРТ + AN + 0.25НРТ).

Значения основных механических характеристик, таких как условный предел текучести  $\sigma_{0.2}$ , предел прочности  $\sigma_{UTS}$ , относительное удлинение до разрушения  $\delta$  и равномерное удлинение  $\delta_1$ , определенные из анализа деформационных кривых для соответствующих скоростей деформации  $\varepsilon'$ , представлены в табл. 2.

Исходя из табл. 2 и рис. 2, можно сказать, что с увеличением скорости деформации  $\varepsilon'$  при растяжении наблюдается рост прочностных характеристик УМЗ-сплава в обоих состояниях AG + НРТ

и AG + НРТ + AN + 0.25НРТ. Для состояния AG + НРТ условный предел текучести  $\sigma_{0.2}$  возрастает от 320 до 430 МПа с увеличением скорости деформации во всем исследуемом интервале (рис. 3, *a*). Предел прочности  $\sigma_{UTS}$  сначала увеличивается с 520 до 570 МПа при возрастании скорости деформации от  $10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , однако дальнейшее повышение скорости деформации до  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  не приводит к его увеличению (рис. 3, *b*). Тенденция изменения прочностных характеристик УМЗ-сплава в состоянии AG + НРТ + AN + 0.25НРТ подобна таковой в состоянии AG + НРТ. Величины  $\sigma_{0.2}$  и  $\sigma_{UTS}$  у образцов AG + НРТ + AN + 0.25НРТ несколько ниже, чем у образцов AG + НРТ, во всем интервале исследуемых значений  $\varepsilon'$  (рис. 3), но остаются на достаточно высоком уровне.

При увеличении скорости деформации пластичность  $\delta$  сплава в состоянии AG + НРТ монотонно уменьшается от  $\sim 6$  до  $\sim 1\%$  (рис. 4), при этом равномерная деформация  $\delta_1$  при увеличении скорости деформации от  $10^{-4}$  до  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  уменьшается с  $\sim 3.2$  до  $\sim 2.0\%$ , а при дальнейшем ее повышении до  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  образцы разрушаются практически хрупко.

**Таблица 2.** Механические свойства сплава Al–Cu–Zr в различных состояниях, определенные при разных скоростях деформации

| Материал | Состояние               | $\varepsilon', \text{ s}^{-1}$ | $\sigma_{0.2}, \text{ МПа}$ | $\sigma_{UTS}, \text{ МПа}$ | $\delta, \%$   | $\delta_1, \%$ |
|----------|-------------------------|--------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------|----------------|
| Al–Cu–Zr | AG + НРТ                | $10^{-4}$                      | $320 \pm 11$                | $520 \pm 25$                | $6.1 \pm 4.9$  | $3.2 \pm 0.2$  |
|          |                         | $5 \cdot 10^{-4}$              | $400 \pm 16$                | $570 \pm 6$                 | $4.8 \pm 2.0$  | $2.3 \pm 0.2$  |
|          |                         | $10^{-3}$                      | $420 \pm 10$                | $565 \pm 10$                | $2.7 \pm 0.2$  | $2.0 \pm 0.1$  |
|          |                         | $10^{-2}$                      | $430 \pm 40$                | $570 \pm 19$                | $1.1 \pm 0.7$  | –              |
|          | AG + НРТ + AN + 0.25НРТ | $10^{-4}$                      | $300 \pm 14$                | $415 \pm 6$                 | $10.6 \pm 1.9$ | $3.2 \pm 0.3$  |
|          |                         | $5 \cdot 10^{-4}$              | $330 \pm 15$                | $465 \pm 5$                 | $10.8 \pm 1.4$ | $2.5 \pm 0.3$  |
|          |                         | $10^{-3}$                      | $350 \pm 5$                 | $455 \pm 6$                 | $10.0 \pm 1.5$ | $2.3 \pm 0.3$  |
|          |                         | $10^{-2}$                      | $370 \pm 18$                | $470 \pm 8$                 | $4.6 \pm 1.9$  | $1.8 \pm 0.3$  |

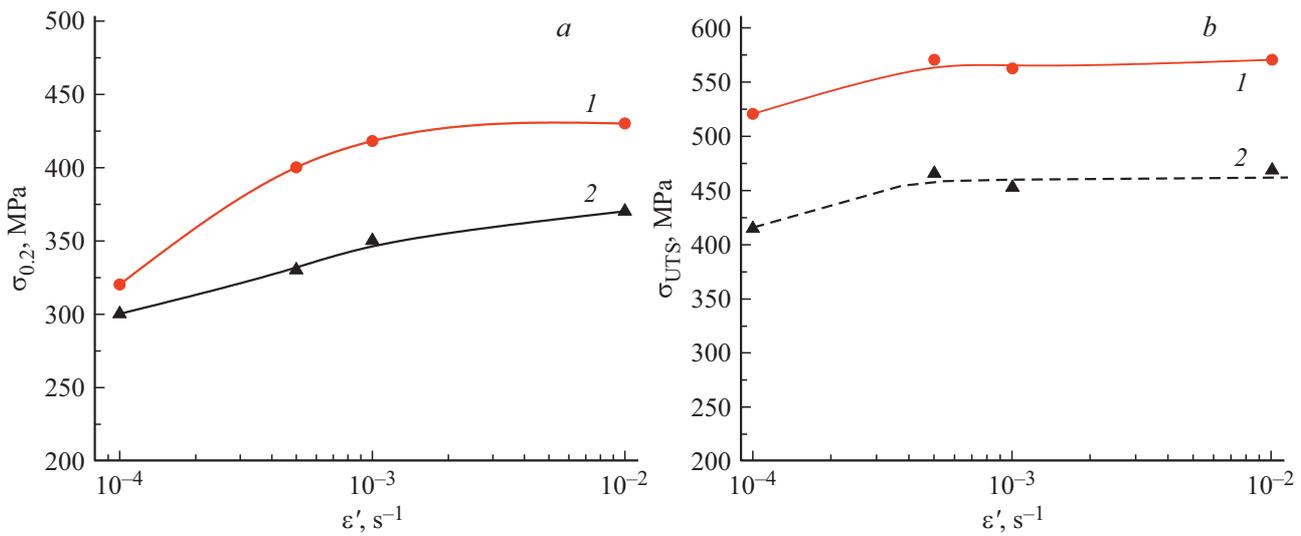


Рис. 3. Зависимости условного предела текучести (a) и предела прочности (b) от скорости деформации для сплава Al-1.47Cu-0.34Zr (wt%) в состояниях AG + НРТ (1) и AG + НРТ + AN + 0.25НРТ (2).

После специальной ДТО (состояние AG + НРТ + AN + 0.25НРТ) УМЗ сплав демонстрирует высокую пластичность  $\delta$  ( $> 10\%$ ) в широком интервале скоростей деформации  $10^{-4} - 10^{-3} s^{-1}$ . При дальнейшем увеличении скорости деформации до  $10^{-2} s^{-1}$   $\delta$  уменьшается до  $< 5\%$ . Однако данная величина пластичности значительно выше, чем значение  $\delta$  при аналогичной скорости деформации в состоянии AG + НРТ, когда образцы разрушаются практически хрупко. Полученные результаты свидетельствуют о том, что в сплаве Al-1.47Cu-0.34Zr (wt%) с УМЗ-структурой после специальной ДТО эффект пластификации проявляется во всем исследуемом диапазоне скоростей деформации по сравнению с УМЗ-состоянием до применения ДТО. Следует отметить, что применение ДТО приводит к небольшому увеличению равномерной деформации  $\delta_1$  в диапазоне скоростей деформации  $5 \cdot 10^{-4} - 10^{-2} s^{-1}$  (табл. 2).

С целью более глубокого понимания природы эффекта повышения пластичности, вызванного обработкой „отжиг и последующая деформация“, исходя из данных, представленных в табл. 2, и используя выражение  $m = \left(\frac{d \ln \sigma}{d \ln \epsilon'}\right)_\epsilon$  [22,26,31], был определен коэффициент скоростной чувствительности  $m$  в диапазоне скоростей  $10^{-4} - 10^{-2} s^{-1}$  для состояний AG + НРТ и AG + НРТ + AN + 0.25НРТ. Результаты представлены на рис. 5, они относятся к деформации  $\epsilon = 1\%$ . Как было показано в [26,32], зависимость коэффициента скоростной чувствительности от деформации в УМЗ Cu [32], УМЗ алюминиевых сплавах [26,33] является очень слабой. Во всем диапазоне исследуемых скоростей коэффициент скоростной чувствительности для сплава в состоянии AG + НРТ равен  $m = 0.033 \pm 0.016$  (рис. 5). Полученное значение хорошо согласуется с литературными данными [34-36], где показано, что значение коэффициента скоростной

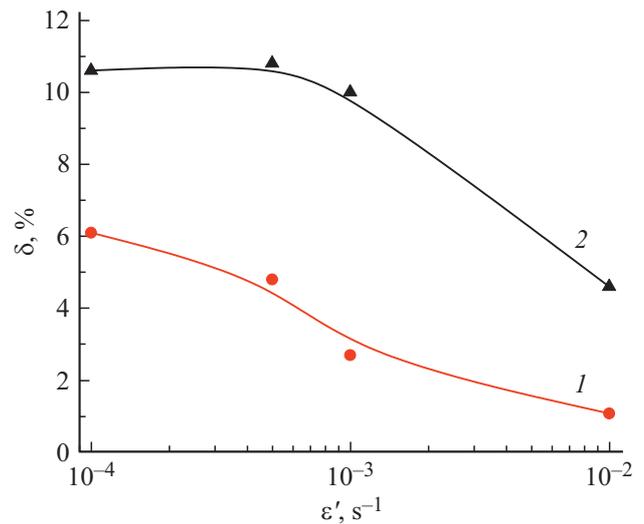
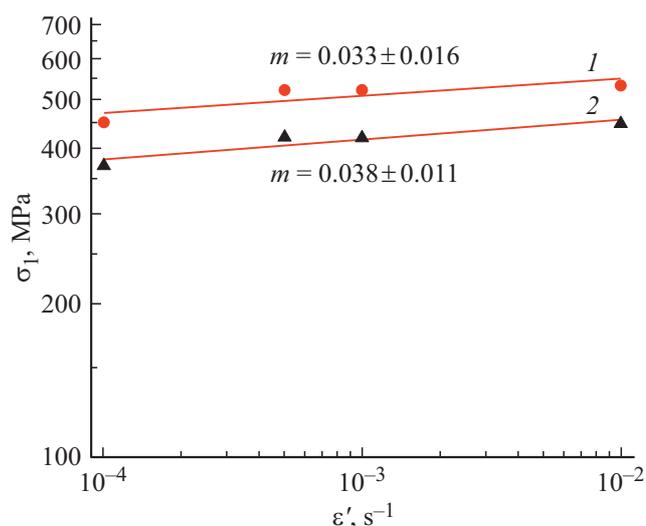


Рис. 4. Зависимости пластичности от скорости деформации для сплава Al-1.47Cu-0.34Zr (wt%) в различных состояниях: 1 — AG + НРТ, 2 — AG + НРТ + AN + 0.25НРТ.

чувствительности для УМЗ-металлов с ГЦК-решеткой находится в диапазоне  $\sim 0.01 - 0.03$ . Значения  $m \sim 0.03$  и  $\sim 0.04$  были получены при комнатной температуре, соответственно, для высокочистого (4N) Al, структурированного методом ИПДК [19], и для технически чистого УМЗ Al (99.5%), структурированного методом равноканального углового прессования (РКУП) [27]. В работе [26] для алюминиевого сплава 6082 в УМЗ-состоянии, сформированном методом РКУП, было получено значение  $m = 0.03$ . Подобное невысокое значение  $m = 0.02$  было получено для чистого Al (99.99%), структурированного методом РКУП, в диапазоне скоростей деформации  $8.6 \cdot 10^{-4} - 3.1 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ , тогда как для



**Рис. 5.** Зависимости напряжения течения при  $\epsilon = 1\%$  от скорости деформации в логарифмических координатах для сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в состояниях: 1 — AG + НРТ, 2 — AG + НРТ + АН + 0.25НРТ.

$\epsilon' < 3.1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  отмечалось увеличение  $m$  до 0.08, что связывалось с интенсификацией процесса зернограничного проскальзывания (ЗГП) при малых скоростях деформации.

Применение ДТО практически не изменило величину коэффициента скоростной чувствительности: в состоянии AG + НРТ + АН + 0.25НРТ коэффициент скоростной чувствительности сохраняется на том же уровне  $m = 0.038 \pm 0.011$  (с учетом разброса экспериментальных данных) во всем исследуемом интервале скоростей (рис. 5). Согласно работам [1,19,37], значительную роль в проявлении высокой пластичности или даже сверхпластичности в УМЗ-сплавах на основе алюминия играет механизм ЗГП, вклад которого в общий процесс пластической деформации может достигать до  $\sim 60\%$  [1,24]. Обычно интенсификация процессов ЗГП, приводящая к значительному увеличению пластичности и даже сверхпластичности в УМЗ-сплавах, характеризуется повышенными значениями коэффициента скоростной чувствительности  $m \sim 0.1–0.3$  [22,23,33,37,38]. Определенные в данной работе значения коэффициента скоростной чувствительности  $m$  для сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в обоих состояниях AG + НРТ и AG + НРТ + АН + 0.25НРТ имеют близкие и значительно более низкие значения. Это указывает на то, что обнаруженный нами эффект пластификации, вызванный дополнительной ДТО, не связан с интенсификацией процесса ЗГП.

В то же время, значительное увеличение пластичности при сохранении высокого уровня прочности после ДТО хорошо согласуется с предложенной ЭП [12,13]. Согласно данной модели, пластическая деформация в УМЗ Al, структурированном методом ИПДК, осуществляется

путем эмиссии решеточных дислокаций из тройных стыков. После обработки Al методом ИПДК границы зерен находятся в неравновесном состоянии — содержат избыточные, внесенные зернограничные дислокации (ЗГД), которые под действием внешнего напряжения „поджимаются“ к тройным стыкам, образуя дислокационные скопления. Наличие подобных дислокационных скоплений непосредственно в ГЗ (у тройных стыков) приводит к уменьшению значения внешнего напряжения, необходимого для испускания дислокаций, т.е. облегчает процесс эмиссии дислокации из ГЗ (тройных стыков) и позволяет испустить значительно большее количество дислокаций, которые скользят по зерну и встраиваются в противоположные ГЗ. В соответствии с этой моделью низкая пластичность в состоянии после кратковременного низкотемпературного отжига объясняется уменьшением плотности ЗГД (релаксацией неравновесных ГЗ) и, как следствие, увеличением внешнего напряжения, необходимого для эмиссии дислокаций из ГЗ, и уменьшением количества испущенных решеточных дислокаций. Повышение пластичности в состоянии после отжига и последующей небольшой деформации связывается с внесением дополнительной плотности дислокаций в ГЗ, приводящей к увеличению количества дислокаций, способных образовывать скопления под влиянием внешней нагрузки.

Результаты микроструктурных исследований сплава Al–Cu–Zr во всех исследуемых состояниях — AG + НРТ, AG + НРТ + АН и AG + НРТ + АН + 0.25НРТ (табл. 1) — хорошо согласуются с данной моделью: отжиг приводит к понижению, а последующая ИПДК-деформация на 0.25 оборота — к значительному повышению плотности дислокаций в ГЗ и приграничных областях [18]. Кроме увеличенной плотности дислокаций, сама дислокационная структура ГЗ в состоянии AG + НРТ + АН + 0.25НРТ может отличаться от таковой в состоянии AG + НРТ, что, в свою очередь, будет влиять на формирование скоплений зернограничных дислокаций у тройных стыков под действием внешних напряжений.

Влияние скорости деформации на ЭП также можно объяснить в рамках рассмотренной выше модели [12,13] с предположением о термоактивированном скольжении внесенных ЗГД [39]. При высокой скорости деформации,  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , пластичность начинает резко снижаться с  $\sim 11$  до  $\sim 5\%$ . В [39] для УМЗ CP Al, структурированного методом ИПДК, было показано, что верхняя граница времени, необходимого для формирования скоплений дислокаций в ГЗ при комнатной температуре, составляет  $\sim 6 \text{ s}$ . С учетом того, что достижение предела текучести при механических испытаниях образца в состоянии AG + НРТ + АН + 0.25НРТ при скорости деформации  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  происходит за сопоставимое время ( $\sim 5–6 \text{ s}$ ), можно предположить, что за это время дислокации не успевают образовать достаточно мощные скопления в ГЗ, что приводит к более низкой пластичности и возможному подавлению эффекта пластификации при

дальнейшем увеличении скорости деформации. Кроме того, в отличие от УМЗ Al, ГЗ в УМЗ-сплаве Al–Cu–Zr содержат наноразмерные выделения вторичной фазы Al<sub>2</sub>Cu, которые могут влиять на время формирования скоплений зернограницных дислокаций при нагружении образца. При более низких скоростях деформации  $10^{-4}$ – $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> времени для формирования скоплений до момента достижения предела текучести достаточно, и поэтому в данном диапазоне скоростей деформации величина пластичности  $\delta$  остается постоянной.

## Заключение

Впервые исследовалось влияние скорости деформации на эффект пластификации (ЭП) ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%), структурированного методом интенсивной пластической деформации кручением. Значительное увеличение пластичности в УМЗ сплаве с  $\delta \sim 5\%$  в состоянии после ИПДК до значений  $\delta \sim 11\%$  при сохранении высокого уровня прочности ( $\sigma_{UTS} \sim 465$  МПа) было достигнуто в результате проведения дополнительной деформационно-термической обработки (ДТО), состоящей из низкотемпературного отжига при 125°C и дополнительной ИПДК на 0.25 оборота. Показано, что достигнутое увеличение пластичности в результате ДТО сохраняется в широком диапазоне скоростей ( $10^{-4}$ – $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) деформации. При дальнейшем увеличении скорости нагружения до  $10^{-2}$  s<sup>-1</sup> пластичность заметно понижается.

Впервые определены значения коэффициента скоростной чувствительности  $m$  для образцов сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt%) в состояниях до и после ДТО. В обоих состояниях коэффициент  $m$  имеет близкие значения  $m = 0.033$ – $0.038$ . Поскольку значение коэффициента  $m$  остается невысоким и практически не увеличивается после ДТО, можно заключить, что процесс ЗГП не играет роли в эффекте увеличения пластичности за счет дополнительной деформации. Подавление эффекта пластификации при больших скоростях деформации обсуждается в рамках модели [12,13] с предположением о термоактивированном скольжении внесенных ЗГД [39], образующих скопления у тройных стыков границ зерен, испускающих решеточные дислокации в зерна. Мы предполагаем, что при увеличении скорости деформации выше некоторого критического значения, времени для создания дислокационных скоплений становится недостаточно и их роль в испускании дислокаций из ГЗ уменьшается, а, следовательно, и нивелируется ЭП. Присутствие выделений вторичной фазы (Al<sub>2</sub>Cu) в ГЗ в УМЗ сплаве Al–Cu–Zr, по-видимому, может приводить к замедлению процесса формирования скоплений дислокаций у ГЗ, что может повлиять на характер зависимости  $\delta(\dot{\epsilon})$  в сплаве по сравнению с УМЗ CP Al, что требует экспериментальной проверки и проведения дальнейших исследований.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] K. Edalati, Z. Horita, R.Z. Valiev. *Sci. Rep.* **8**, 1, 1 (2018).
- [2] Y. Huang, T.G. Langdon. *Mater. Today*. **16**, 3, 85 (2013).
- [3] I.A. Ovid'ko, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu. *Prog. Mater. Sci.* **94**, 462 (2018).
- [4] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *Mater. Sci. Eng. A* **560**, 1 (2013).
- [5] B.Q. Han, J.Y. Huang, Y.T. Zhu, E.J. Lavernia. *Acta Mater.* **54**, 11, 3015 (2006).
- [6] Z. Lee, V. Radmilovic, B. Ahn, E.J. Lavernia, S.R. Nutt. *Met. Mater. Trans. A* **41**, 4, 795 (2010).
- [7] Z. Lee, D.B. Witkin, V. Radmilovic, E.J. Lavernia, S.R. Nutt. *Mater. Sci. Eng. A* **410**, 462 (2005).
- [8] V.L. Tellkamp, E.J. Lavernia, A. Melmed. *Metall. Mater. Trans. A* **32**, 9, 2335 (2001).
- [9] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, S. Cheng, E. Ma, Y.T. Zhu. *Adv. Mater.* **18**, 17, 2280 (2006).
- [10] S.H. Wu, H. Xue, C. Yang, J. Kuang, P. Zhang, J.Y. Zhang, Y.J. Li, H.J. Roven, G. Liu, J. Sun. *Scripta Mater.* **202**, 113996 (2021).
- [11] А.М. Мавлютов, Т.А. Латынина, М.Ю. Мурашкин, Р.З. Валиев, Т.С. Орлова. *ФТТ* **59**, 10, 1949 (2017).
- [12] N.V. Skiba, T.S. Orlova, M.Y. Gutkin. *Phys. Solid State* **62**, 11, 2094 (2020).
- [13] T.S. Orlova, N.V. Skiba, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, M.Y. Gutkin. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **57**, 2, 224 (2018).
- [14] А.М. Мавлютов, Т.С. Орлова, Э.Х. Яппарова. *Письма в ЖТФ* **46**, 18, 30 (2020).
- [15] Aluminium and aluminium alloys — Chemical composition and form of wrought products — Part 3: Chemical composition and form of products. German version EN 573-3:2009.
- [16] Межгосударственный стандарт. Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки. ГОСТ 4784-2019 (2019).
- [17] Alloying: understanding the basics. / Ed. J.R. Davis. ASM International (2001).
- [18] T.S. Orlova, D.I. Sadykov, D.V. Danilov, N.A. Enikeev, M.Yu. Murashkin. *Mater. Lett.* **303**, 130490 (2021).
- [19] N.Q. Chinh, T. Csanádi, T. Györi, R.Z. Valiev, B.B. Straumal, M. Kawasaki, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng. A* **543**, 117 (2012).
- [20] N.Q. Chinh, P. Szommer, J. Gubicza, M. El-Tahawy, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev. *Adv. Eng. Mater.* **22**, 1, 1900672 (2020).
- [21] S.V. Bobylev, N.A. Enikeev, A.G. Sheinerman, R.Z. Valiev. *Int. J. Plast.* **123**, 133 (2019).
- [22] E.V. Bobruk, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev. *Adv. Eng. Mater.* **21**, 1, 1800094 (2019).
- [23] R.Z. Valiev, V.U. Kazykhanov, A.M. Mavlyutov, A. Yudakhina, N.Q. Chinh, M.Yu. Murashkin. *Adv. Eng. Mater.* **22**, 1, 1900555 (2020).
- [24] R.Z. Valiev, M.Yu. Murashkin, A.R. Kilmametov, B. Straumal, N.Q. Chinh, T.G. Langdon. *J. Mater. Sci.* **45**, 17, 4718 (2010).
- [25] E.V. Hart. *Acta Metall. Mater.* **15**, 351 (1967).

- [26] I. Sabirov, Y. Estrin, M.R. Barnett, I. Timokhina, P.D. Hodgson. *Scripta Mater.* **58**, 3, 163 (2008).
- [27] Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, П.А. Забродин. *ФНТ* **35**, 11, 1151 (2009).
- [28] Т.С. Орлова, Д.И. Садыков, М.Ю. Мурашкин, В.У. Казыханов, Н.А. Еникеев. *ФТТ* **63**, 10, 1572 (2021).
- [29] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. *Progress. Mater. Sci.* **53**, 6, 893 (2008).
- [30] T.S. Orlova, T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *J. Alloys Compd.* **784**, 41 (2019).
- [31] M.Y. Alawadhi, Sh. Sabbaghianrad, Y. Huang, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng.* **802**, 140546 (2021).
- [32] H.S. Kim, Y. Estrin. *Appl. Phys. Lett.* **79**, 25, 4115 (2001).
- [33] K.V. Ivanov, E.V. Naydenkin. *Mater. Sci. Eng. A* **606**, 313 (2014).
- [34] N.Q. Chinh, P. Szommer, T. Csanádi, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng. A* **434**, 1–2, 326 (2006).
- [35] M.A. Meyer, A. Mishra, D.J. Benson. *JOM* **58**, 4, 41 (2006).
- [36] N.Q. Chinh, G. Vörös, P. Szommer, Z. Horita, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Forum* **503**, 1001 (2006).
- [37] P. Kumar, M. Kawasaki, T.G. Langdon. *J. Mater. Sci.* **51**, 1, 7 (2016).
- [38] M. Kawasaki, B. Ahn, P. Kumar, J.I. Jang, T.G. Langdon. *Adv. Eng. Mater.* **19**, 1, 1600578 (2017).
- [39] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, M.Y. Gutkin. *Mater. Sci. Eng. A* **802**, 140588 (2021).

*Редактор Е.В. Толстякова*