

01,14

Аномальное изменение механических свойств ультрамелкозернистых сплавов Al-Mg-Zr при низких температурах

© Д.И. Садыков^{1,2}, М.Ю. Мурашкин³, А.А. Кириленко¹, А.А. Левин¹, А.И. Лихачев¹, Т.С. Орлова^{1,¶}

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

³ Уфимский университет науки и технологий, Уфа, Россия

¶ E-mail: orlova.t@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 13 мая 2024 г.

В окончательной редакции 13 мая 2024 г.

Принята к публикации 14 мая 2024 г.

Влияние температуры деформации на прочность и пластичность ультрамелкозернистого (УМЗ) низколегированного сплава Al-Mg-Zr до и после специальной деформационно-термической обработки (ДТО), состоящей из низкотемпературного кратковременного отжига и небольшой дополнительной деформации, исследовали в интервале температур 77–293 К. УМЗ-структура была получена методом кручения под высоким давлением. Установлено, что ДТО приводит к существенному повышению пластичности (7–13%) при сохранении высокой прочности (предел текучести ~ 300 –435 МПа, предел прочности при растяжении ~ 370 –490 МПа) во всем исследованном диапазоне температур. В состоянии после ДТО впервые наблюдается аномальный характер температурных зависимостей прочности и пластичности в интервале температур 243–293 К, что не характерно для крупнозернистых и УМЗ-сплавов на основе Al. Предложено возможное объяснение аномальных температурных зависимостей прочности и пластичности, основанное на конкуренции различных термоактивационных процессов на границах зерен с обратными температурными зависимостями.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, ультрамелкозернистая структура, пластичность, прочность, границы зерен, дислокации.

DOI: 10.61011/FTT.2024.06.58250.119

1. Введение

Сплавы на основе системы Al-Mg являются многообещающей альтернативой дорогим нержавеющей, никелевым сталям и инварным сплавам в качестве криогенных материалов для нужд аэрокосмической промышленности, арктического судостроения, а также в области создания емкостей для хранения водорода [1–3] благодаря их легкому весу, хорошей обрабатываемости и свариваемости. Основным недостатком сплавов Al-Mg по сравнению с вышеперечисленными материалами является их относительно невысокая прочность. Одним из эффективных и перспективных способов существенного повышения прочности сплавов на основе Al-Mg является измельчение зерна до формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической (НК) структуры путем интенсивной пластической деформации (ИПД) [4]. В настоящее время существует множество методов ИПД [4], среди которых наиболее распространенными являются кручение под высоким давлением (КВД) [5], равноканальное угловое пресование (РКУП) [6], совмещенная прокатка (СП) [7], гофрирование в напряженном состоянии прессовани-ем (ГНСП) [8] и всесторонняя ковка (ВК) [9]. Поми-

мо традиционных методов ИПД, в некоторых случаях используются комбинации методов ИПД и технологий аддитивного производства [10]. Как было показано в [5,8,11], объемные Al-Mg материалы с УМЗ- и НК-структурами действительно демонстрируют отличные прочностные свойства, но, к сожалению, низкую пластичность (<3%), что не отвечает современным требованиям промышленности [12,13]. Таким образом, проблема повышения пластичности при сохранении высокой прочности объемных УМЗ- и НК-материалов является весьма актуальной.

Недавно был предложен новый эффективный подход для достижения одновременно высокой прочности и высокой пластичности при комнатной температуре (КТ) в УМЗ технически чистом (ТЧ) Al и некоторых УМЗ-сплавах на основе Al, структурированных КВД [14,15]. В основе подхода лежит специальная деформационно-термическая обработка (ДТО) материала после первичного структурирования методом КВД. Такая ДТО состоит из кратковременного низкотемпературного отжига и последующей небольшой дополнительной деформации КВД при комнатной температуре [14,15]. Явление повышения пластичности за счет деформации после соответствующего отжига не типично для крупнозер-

нистых (КЗ) материалов и было названо эффектом увеличения пластичности деформацией (УПД) [15,16].

Значительное увеличение пластичности Al, структурированного КВД, с помощью такой ДТО связано с введением дополнительной плотности дислокаций в структуру границ зерен (ГЗ), релаксирующих при отжиге, при сохранении практически неизменным размера зерна [15,17].

Эти исследования [15,17] показали, что изменение структуры (состояния) ГЗ может существенно изменить как прочность, так и пластичность Al и его сплавов с УМЗ-структурами. Недавно этот подход был успешно применен к УМЗ-сплаву Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%), структурированному методом КВД [18]. В результате аналогичной ДТО достигнуто значительное увеличение пластичности (δ) от $< 2\%$ до $\sim 9\%$ при сохранении высокой прочности (предел прочности при растяжении $\sigma_{UTS} \sim 390$ МПа) для УМЗ сплава Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%). В случае УМЗ-сплава Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) эффект УПД объяснен введением дополнительной плотности избыточных зернограничных дислокаций (ВЗГД — внесенные зернограничные дислокации) в ГЗ за счет небольшой дополнительной деформации. Такие ВЗГД увеличивают степень неравновесности ГЗ, они не закреплены сегрегированными атомами Mg [18] и могут образовывать скопления зернограничных дислокаций у тройных стыков под действием внешней нагрузки и, следовательно, способствуют эмиссии большего количества решеточных дислокаций из ГЗ при относительно меньшем напряжении [15,18].

Для потенциального использования УМЗ-сплавов на основе Al-Mg при низких температурах (в том числе криогенных) необходимо понимать, как будет вести себя достигнутое сочетание свойств (прочности и пластичности) при понижении температуры испытаний. Механическое поведение сплавов на основе Al-Mg при низких температурах на сегодняшний день изучено слабо. Для УМЗ и КЗ сплавов Al-Mg известен ряд исследований [2,19–23]. Влияние измельчения зерна (УМЗ-структуры) на механические свойства изучалось в основном при комнатной и криогенной температурах (77–110 К). В работах [2,19–23] отсутствуют данные о механическом поведении УМЗ и КЗ Al-Mg сплавов в интервале температур 223–293 К, который крайне важен для авиационной промышленности, инфраструктуры и морского транспорта, эксплуатирующихся в суровых северных (арктических) условиях.

Важно отметить, что данные по влиянию состояния ГЗ на механическое поведение УМЗ Al-Mg сплавов при низких температурах отсутствуют в научной литературе. Однако, как было показано в [24–27], изменение состояния ГЗ [24–26] или характера ГЗ [27] без существенного изменения размера зерна может существенно повлиять на механические свойства УМЗ Al и некоторых УМЗ-сплавов на основе Al, как при комнатной температуре, так и при низких температурах.

Целью настоящей работы является исследование механического поведения УМЗ низколегированного сплава Al-Mg-Zr в интервале температур 77–293 К. Работа посвящена исследованию влияния состояния ГЗ на изменение прочности и пластичности УМЗ-сплава при понижении температуры испытаний. Особое внимание уделено температурному диапазону 223–293 К, представляющему особый интерес для потенциальных приложений. Подобные исследования важны не только для практического применения сплавов Al-Mg-Zr при пониженных температурах, но и для лучшего понимания физических причин эффекта УПД в этой системе. В работе показана определяющая роль состояния/структуры границ зерен в реализации высокой пластичности и обнаруженном аномальном изменении прочности и пластичности при понижении температуры.

2. Материалы и экспериментальные методы

Для исследования был выбран сплав Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%), полученный методом литья и последующей горячей прокатки [28]. Более детальный химический состав (98.58Al, 0.95Mg, 0.32Zr, 0.03Fe, 0.056Si, 0.012(Ti+V+Cr+Mn), остальные 0.052 (wt.%)) сплава был определен с использованием оптико-эмиссионного спектрометра Bruker Q4 Tasman.

Для гомогенизации твердого раствора и достижения образования наноразмерных преципитатов фазы Al₃Zr (L1₂) сплав подвергали искусственному старению при температуре 375 °C в течение 140 h [29].

Исходная УМЗ-структура была получена методом КВД при комнатной температуре (293 К) под давлением 2 GPa и количестве оборотов $n = 10$ (состояние НРТ). Часть КВД структурированных образцов в виде дисков диаметром 20 и толщиной 1.5 mm подвергалась дополнительному отжигу при 150 °C в течение 1 h (состояние НРТ+АН) и последующей дополнительной деформации методом КВД на $n = 0.25$ оборота (состояние НРТ+АН+0.25НРТ). Таким образом, первичную КВД-обработку и дополнительную ДТО проводили в тех же условиях, что и в случае сплава Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) [18].

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводился в режиме сканирования $\theta - 2\theta$ на рентгеновском дифрактометре D2 Phaser (Bruker AXS, Карлсруэ, Германия), сконструированном с вертикальной брегг-брентановской (Bragg-Brentano) геометрией и оснащенном позиционно-чувствительным полупроводниковым линейным детектором рентгеновского излучения LYNXEYE (Bruker AXS) и рентгеновской трубкой с медным анодом и никелевым K_{β} -фильтром (Cu-K $_{\alpha}$ -излучение со средней длиной волны $\lambda = 1.5418$ Å). Для корректировки рентгенограмм на сдвиг нуля и смещение были выполнены дополнительные измерения образцов, помещенных в порошок NaCl (откалиброванный с использованием порошкового

стандарта Si640f XRD (NIST, Гейтерсбург, Мэриленд, США)) таким образом, чтобы поверхность образца совпадала с поверхностью порошка NaCl.

Измеренные рентгеновские отражения обрабатывались с использованием программного обеспечения EVA (Diffrac. Suite EVA Version 5.1.0.5, Bruker AXS GmbH, Карлсруэ, Германия, 2019) в комбинации с базой данных Powder Diffraction File-2 (PDF-2, выпуск 2014, Международный центр данных дифракции (ICDD) Ньютон-Сквер, Пенсильвания, США). Основные структурные и микроструктурные параметры, такие как параметр кубической элементарной ячейки (a), средний размер областей когерентного рассеяния (D_{CSD}), среднее абсолютное значение микродеформации ε_s (известное также как уровень упругих микроискажений $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$) рассчитывали с помощью программ *Celsiz* и *SizeCr* (краткое описание программ приведено в [17]). Плотность дислокаций (L_{dis}) оценивалась, используя уравнение [30]:

$$L_{\text{dis}} = \frac{2\sqrt{3}\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{D_{\text{CSD}} \cdot b}, \quad (1)$$

где b — значение вектора Бюргера решеточной дислокации ($b = 0.286$ нм для Al [31]).

Исследования микроструктуры методами просвечивающей (растровой) электронной микроскопии (ПЭМ/ПРЭМ) проводились на микроскопе JEOL JEM-2100 F (JEOL Ltd., Токио, Япония) с ускоряющим напряжением 200 кВ и разрешением 0.19 нм на точку. Микроскоп оснащен приставкой для проведения *in-situ* энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Исследования методом дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ) проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) JSM 7001 F (JEOL Ltd., Токио, Япония), оснащенного детектором HKL Nordlys EBSD (Oxford Instruments, Абингдон-на-Темзе, Великобритания) и программным обеспечением Channel 5. Размер области сканирования составил $20 \times 20 \mu\text{m}^2$, шаг сканирования 50 нм. Полученные ДОРЭ-карты включали не менее 1000 зерен для каждого исследуемого состояния и использовались для определения среднего размера зерна (d_{av}^G), доли большеугловых границ зерен ($f_{\geq 15}$) и среднего угла разориентировки (θ_{av}). Более детальное описание проведения исследований методами ДОРЭ, РСА и ПЭМ, а также анализа данных представлено в [17].

Для механических испытаний на растяжение из дисков, обработанных КВД, с применением и без применения дополнительной ДТО, на расстоянии 5 мм от центра диска вырезали образцы с размерами рабочей части $2.0 \times 6.0 \times 1.0 \text{ mm}^3$. Испытания на растяжение проводились на универсальной испытательной машине Shimadzu AG-50kNX (Shimadzu Corp., Киото, Япония) при постоянной скорости деформации $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Влияние температуры деформации (T_{def}) на механические свойства изучали в диапазоне температур от 293 до 77 К с использованием термокамеры TCE-N300 (Shimadzu

Corp., Киото, Япония) с охлаждением газообразным или жидким азотом. T_{def} стабилизировалась с точностью ± 0.5 К. Основные механические характеристики, такие как предел текучести ($\sigma_{0.2}$), предел прочности при растяжении (σ_{UTS}), относительное удлинение до разрушения (δ) и равномерная деформация (δ_1) определялись из диаграмм напряжение-деформация.

С помощью вихретокового измерителя электропроводности (ВЭ-27НЦ, ООО НПП „СИГМА“ Екатеринбург, Россия) с точностью $\pm 2\%$ были проведены некоторые контрольные измерения электропроводности (ω) образцов в УМЗ состоянии до и после применения ДТО. Измерения проводились при комнатной температуре на расстоянии 5 мм от центров дисков КВД, в том же месте, где исследовалась микроструктура.

3. Экспериментальные результаты

3.1. Механические свойства

На рис. 1 представлены диаграммы напряжение-деформация, полученные при КТ и пониженных температурах деформации (в качестве примера взяты $T_{\text{def}} = 263, 243$ и 193 К) для УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) во всех трех исследованных состояниях. Соответствующие механические характеристики ($\sigma_{0.2}$, σ_{UTS} , δ , δ_1) приведены в табл. 1.

Как видно из анализа диаграмм напряжение-деформация при КТ (рис. 1, а, табл. 1), отжиг при 150 °С в течение 1 h привел к снижению прочности

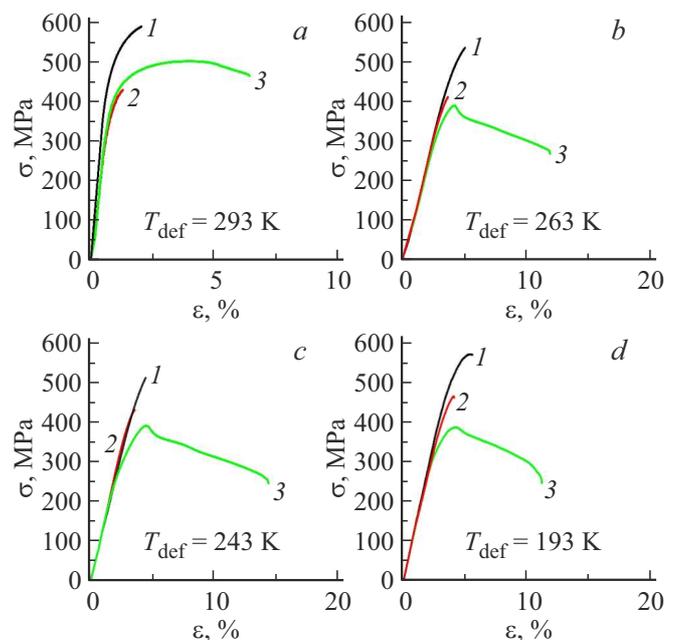


Рис. 1. Диаграммы напряжение-деформация Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) сплава в состояниях НРТ (1), НРТ+АН (2), НРТ+АН+0.25НРТ (3) при различных температурах: а) 293 К, б) 263 К, в) 243 К, д) 193 К.

Таблица 1. Механические характеристики УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях при различных T_{def}

Состояние	T_{def} , К	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_{UTS} , МПа	δ , %	δ_1 , %
НРТ	293	420 ± 30	543 ± 20*	1.6 ± 0.5	—
	273	446 ± 5	548 ± 5*	1.4 ± 0.3	—
	263	447 ± 6	543 ± 15*	1.2 ± 0.5	—
	243	467 ± 5	498 ± 15*	0.4 ± 0.1	—
	223	473 ± 5	566 ± 5*	1.1 ± 0.3	—
	193	489 ± 5	563 ± 5*	1.1 ± 0.6	—
	77	563 ± 20	630 ± 20	1.4 ± 0.3	0.9 ± 0.1
НРТ+АН	293	371 ± 8	414 ± 5*	0.6 ± 0.1	—
	273	380 ± 5	406 ± 15*	0.4 ± 0.2	—
	263	373 ± 10	400 ± 10*	0.5 ± 0.1	—
	243	398 ± 5	419 ± 10*	0.4 ± 0.1	—
	193	410 ± 25	440 ± 30*	0.6 ± 0.1	—
НРТ+АН+0.25НРТ	293	371 ± 15	458 ± 18	6.9 ± 1.3	2.6 ± 0.5
	273	336 ± 25	388 ± 20	7.2 ± 4.2	0.9 ± 0.3
	263	317 ± 25	371 ± 20	10.5 ± 1.3	1.2 ± 0.4
	243	300 ± 15	386 ± 20	12.6 ± 1.2	1.7 ± 0.4
	223	342 ± 15	401 ± 15	10.1 ± 0.4	1.3 ± 0.3
	193	316 ± 5	386 ± 5	9 ± 0.5	1.4 ± 0.1
	77	435 ± 20	492 ± 10	10.8 ± 0.6	1.5 ± 0.1

Примечание. * — значение напряжения соответствует напряжению разрушения (σ_f).

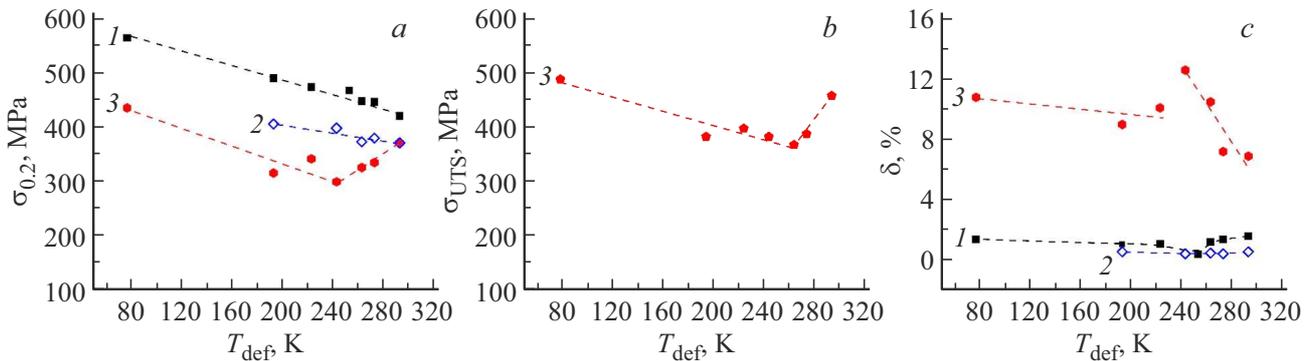


Рис. 2. Температурные зависимости предела текучести (а), предела прочности (b) и пластичности (c) при растяжении УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях: 1 — НРТ; 2 — НРТ+АН; 3 — НРТ+АН+0.25НРТ. Штриховые линии служат ориентиром.

и пластичности по сравнению с исходным состоянием НРТ. Значение $\sigma_{0.2}$ уменьшилось с ~ 420 до ~ 370 МПа. Пластичность (относительное удлинение до разрушения δ) снизилась с 1.6 до 0.6%. Дополнительная деформация на 0.25 оборота (состояние НРТ+АН+0.25НРТ) привела к значительному увеличению пластичности с $\delta < 1\%$ после отжига (табл. 1) до $\delta \sim 7\%$ после дополнительного КВД при сохранении высокого уровня прочности ($\sigma_{0.2} \sim 370$ МПа, $\sigma_{UTS} \sim 460$ МПа). Таким образом, в УМЗ-сплаве Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%), структурированном КВД, проявляется эффект УПД. Увеличенная почти в два раза по сравнению со сплавом Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) [18] концентрация Mg в сплаве Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) приводит к несколько меньшей пластичности, достигаемой по-

сле применения той же ДТО, но более высокой прочностью.

Температурные зависимости $\sigma_{0.2}$ и δ для всех исследованных состояний представлены на рис. 2. В состоянии НРТ значение $\sigma_{0.2}$ постепенно возрастает от ~ 420 до ~ 560 МПа во всем исследуемом диапазоне T_{def} (рис. 2, а, табл. 1). Величина δ остается очень низкой во всем диапазоне температур 77–293 К: она медленно снижается от 1.6% до $\sim 0.4\%$ при уменьшении T_{def} от 293 до 253 К (рис. 2, с, табл. 1). При дальнейшем уменьшении T_{def} значение δ увеличивается незначительно (до 1.4%) при 77 К. Такая низкая пластичность в диапазоне криогенных температур (77–110 К) не характерна для ряда УМЗ-сплавов на основе Al, таких как Al-Cu-Zr [26], Al-Mg-Mn-Sc-Zr [19,20] и круп-

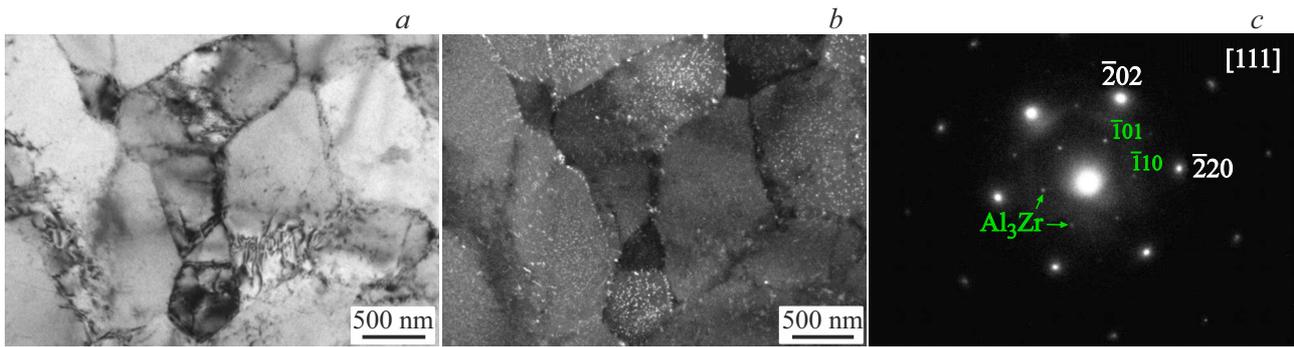


Рис. 3. ПЭМ-изображения сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) после длительного старения в светлопольном (*a*) и темнопольном (*b, c*) режимах, с картиной микродифракции (ось зоны $[111]_{Al}$).

нозернистых алюминиевых сплавов Al-Mg-Si-Fe-Cr [21], AA6061 [22,23], AA5052 и AA5086 [2].

В состоянии НРТ+АН значение $\sigma_{0.2}$ монотонно возрастает от ~ 370 до ~ 410 МПа при уменьшении T_{def} от 293 до 193 К (рис. 2, *a*, табл. 1). Величина δ практически не меняется и остается крайне низкой (0.5–0.6%) в диапазоне $T_{def} = 193 - 293$ К (рис. 2, *c*, табл. 1). Характер зависимости $\sigma_{0.2}(T_{def})$ для сплава в состоянии НРТ+АН+0.25НРТ отличается от таковых в состояниях НРТ и НРТ+АН. При уменьшении T_{def} от 293 до 243 К $\sigma_{0.2}$ уменьшается от ~ 370 до ~ 300 МПа (рис. 1, *b, c* и рис. 2, *a*, табл. 1). При дальнейшем снижении T_{def} до 77 К наблюдается монотонное увеличение предела текучести до 435 МПа. Характер температурной зависимости предела прочности при растяжении в состоянии НРТ+АН+0.25НРТ примерно такой же, как и у зависимости $\sigma_{0.2}(T_{def})$ (рис. 2, *b*). Следует отметить, что в состояниях НРТ и НРТ+АН в исследованном диапазоне температур деформации образцы разрушались практически хрупко (рис. 1, *b, c*, табл. 1), не достигая значения σ_{UTS} . Пластичность в интервале температур от 293 до 243 К увеличивается от ~ 7 до $\sim 13\%$ (рис. 1, *b, c* и рис. 2, *c*, табл. 1). При дальнейшем уменьшении T_{def} до 77 К значение δ сначала уменьшается до $\sim 10\%$, а затем практически не изменяется. Таким образом, сплав в состоянии НРТ+АН+0.25НРТ демонстрирует хороший уровень пластичности ($\delta \sim 7-13\%$) и высокую прочность ($\sigma_{0.2} \sim 300-435$ МПа, $\sigma_{UTS} \sim 370-490$ МПа) во всем диапазоне температур деформации 77–293 К. Следует отметить, что достигнутые значения пластичности в диапазоне температур 77–293 К существенно превышают критическое значение, необходимое для промышленного применения [12]. Существенное увеличение пластичности при $T_{def} = 293$ К за счет аналогичной ДТО было получено ранее для низколегированной системы Al-Cu-Zr [26]. Однако в случае сплава Al-Cu-Zr снижение T_{def} привело к уменьшению достигаемой пластичности и исчезновению эффекта УПД в области $T_{def} \sim 223$ К [26]. В отличие от УМЗ сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%), представленного в настоящей работе, УМЗ-сплав Al-1.47Cu-0.34Zr (wt.%) [26] де-

монстрирует практически хрупкое поведение ($\delta < 2\%$) при $T_{def} = 223 - 243$ К. УМЗ ТЧ Al и УМЗ-сплав Al-0.4Zr (wt.%) также не демонстрируют аномального температурного поведения механических свойств после аналогичной ДТО [24,25]. Все это указывает на то, что именно присутствие Mg ответственно за аномальное изменение прочности и пластичности при снижении температуры в диапазоне 243–293 К.

3.2. Исследования микроструктуры

Ранее было показано, что после длительного старения (AG) низколегированных сплавов Al-0.4Zr (wt.%) [32] и Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) [28] в них образуются многочисленные нанопреципитаты вторичной фазы Al_3Zr (L_2). Однако после структурирования методом КВД большая часть этих нанопреципитатов растворяется в решетке Al. В результате, как было показано в работах [32,33], изменение механических свойств сплава Al-0.4Zr (wt.%), обработанного КВД с и без предварительного старения, при применении ДТО практически одинаково. В настоящей работе предварительное старение использовалось только с целью сравнения влияния ДТО на механическое поведение исследуемой системы Al-Mg-Zr с другими сплавами (Al-Zr [32], Al-Cu-Zr [26]), которые подвергались аналогичному предварительному старению.

Микроструктура сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состоянии AG представлена на рис. 3. Микроструктура сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состоянии AG (до КВД структурирования) аналогична микроструктуре, наблюдавшейся ранее в сплавах Al-0.4Zr (wt.%) [32] и Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) [28] после старения при аналогичных условиях. В результате старения в алюминиевой матрице образовались наноразмерные преципитаты размером 10–20 nm. Эти преципитаты принадлежат к фазе Al_3Zr (L_2), что было подтверждено картинками микродифракции, полученными в ПЭМ (рис. 3, *c*). О формировании аналогичных преципитатов в различных алюминиевых сплавах, содержащих Zr, при аналогичных условиях старения сообщалось и другими авторами [29,34,35].

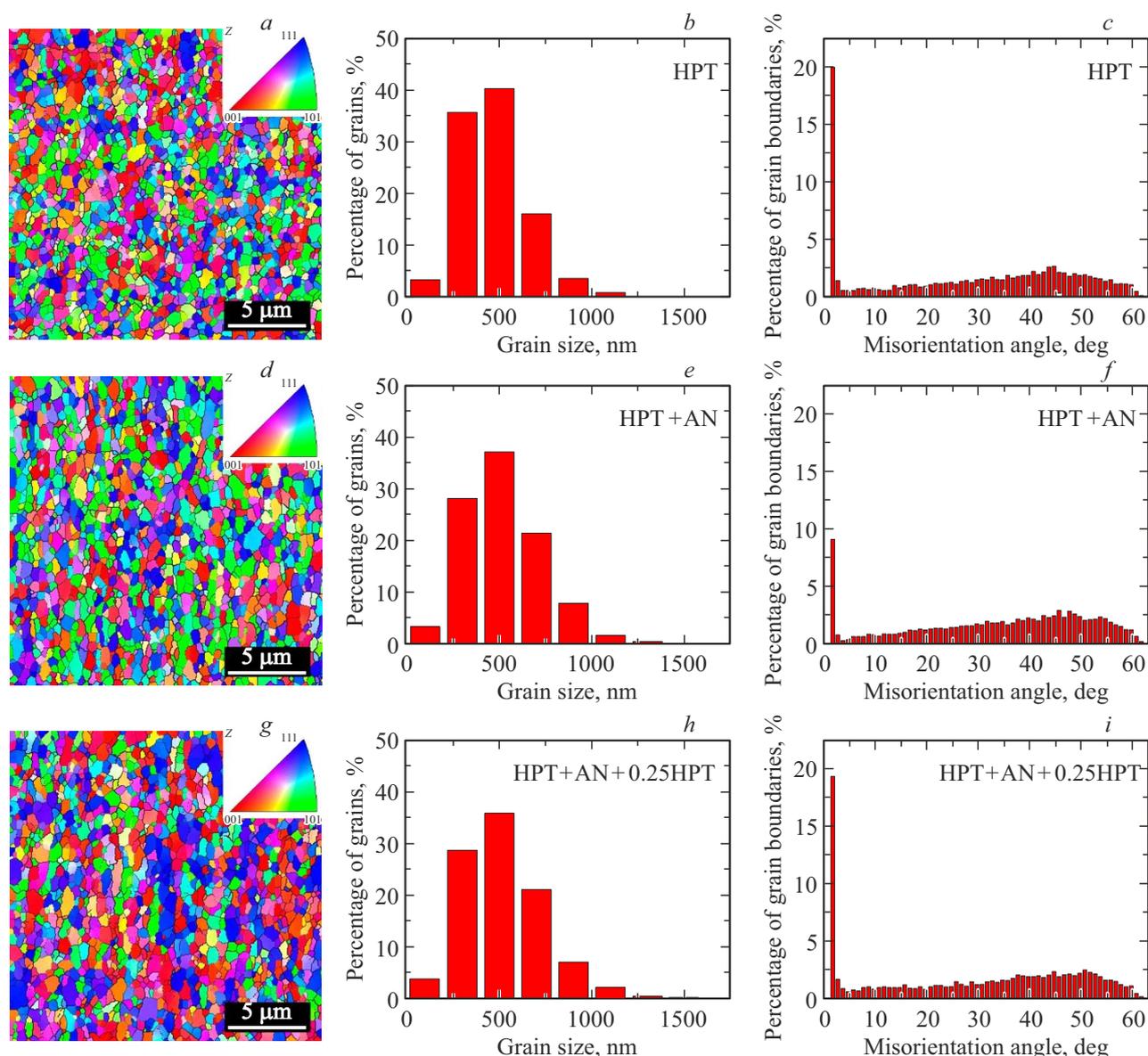


Рис. 4. Типичные ДОРЭ-карты (*a, d, g*) с соответствующими распределениями зерен по размерам (*b, e, h*) и границ зерен по углам разориентировки (*c, f, i*), для УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях: HPT (*a, b, c*), HPT+AN (*d, e, f*), HPT+AN+0.25HPT (*g, h, i*).

Более подробное описание микроструктуры низколегируемых сплавов Al-Mg-Zr в АГ состоянии представлено в работе [28]. В настоящей работе основное внимание было уделено сравнительному исследованию микроструктуры в состояниях HPT, HPT+AN, HPT+AN+0.25HPT с целью выявления ключевых микроструктурных параметров, ответственных за резкое повышение пластичности УМЗ-сплава Al-Mg-Zr в диапазоне температур 77–293 К после применения ДТО.

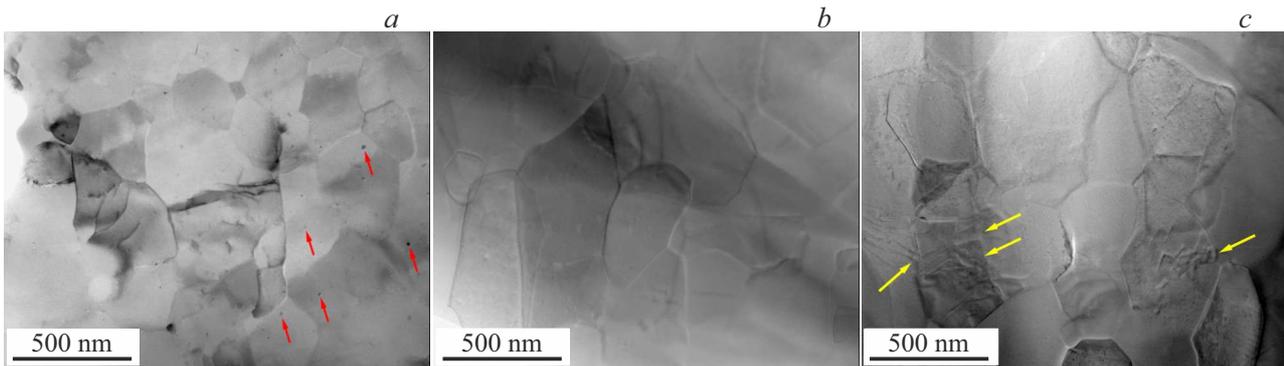
На рис. 4 приведены типичные ДОРЭ-карты, а также соответствующие распределения зерен по размерам и ГЗ по углам разориентировки для этих трех исследованных состояний. Основные структурные и микроструктурные параметры, определенные методом ДОРЭ, представлены

в табл. 2. Все исследованные состояния обладают УМЗ-структурой со средним размером зерен (d_{av}^G) в диапазоне от ~ 410 до ~ 480 nm (табл. 2). При этом во всех исследованных состояниях наблюдаются преимущественно равноосная форма зерен и преобладание большеугловой разориентировки ГЗ (доля ГЗ с углами разориентировки $\theta \geq 15^\circ$, $f_{\geq 15} > 60\%$). Характер распределения зерен по размерам унимодальный и практически не изменяется от состояния к состоянию (рис. 4, *b, e, h*).

На рис. 5 представлены типичные ПЭМ-изображения сплава в трех исследованных состояниях. В состоянии HPT (рис. 5, *a*) дислокации внутри зерен практически отсутствуют, за исключением редких отдельных дис-

Таблица 2. Параметры микроструктуры УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях

Состояние	ДОРЭ			РСА			
	d_{av}^G , nm	$f_{\leq 15}$, %	θ_{av} , °	a , Å	D_{CSD} , nm	ε_s , %	L_{dis} , $\times 10^{13}$ m ⁻²
НРТ	410 ± 60	70.6	28.8 ± 0.3	4.0530 ± 0.0004	119 ± 9	0.064 ± 0.003	6.5 ± 0.6
НРТ+АН	470 ± 80	82.2	33.5 ± 0.3	4.0544 ± 0.0002	181 ± 4	0.018 ± 0.001	1.2 ± 0.1
НРТ+АН+0.25НРТ	480 ± 80	68.9	28.8 ± 0.3	4.0536 ± 0.0002	124 ± 11	0.066 ± 0.004	6.4 ± 1.2

**Рис. 5.** Типичные ПЭМ-изображения УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях: НРТ (а), НРТ+АН (б), НРТ+АН+0.25НРТ (с). Нанопреципитаты фазы Al₃Zr отмечены красными стрелками на (а). Дислокации, входящие/выходящие из границ зерен, отмечены желтыми стрелками на (с).

локаций, наблюдаемых в некоторых наиболее крупных зернах.

Отжиг (состояние НРТ+АН) приводит к уменьшению числа дислокаций (рис. 5, б, табл. 2), что связано с процессами возврата. После дополнительной деформации (состояние НРТ+АН+0.25НРТ) в некоторых зернах видны одиночные дислокации или их скопления вблизи ГЗ (рис. 5, с). Более того, в состояниях НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ ГЗ искривленные и нечеткие (рис. 5 а, с), что косвенно указывает на их неравновесный характер [36]. В состоянии НРТ+АН ГЗ более четко выражены и спрямлены, что свидетельствует о большей степени равновесности по сравнению с состояниями НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ. Наноразмерные преципитаты, наблюдаемые на ПЭМ изображениях (рис. 5), представляют собой преципитаты фазы Al₃Zr, что ранее было подтверждено ПЭМ высокого разрешения [28]. После КВД наблюдается лишь небольшое количество таких преципитатов (рис. 5, а, обозначены красными стрелками). Они расположены неравномерно, а последующая ДТО практически не влияет на их размер и количество.

Дополнительно были проведены измерения электропроводности в состояниях до и после ДТО. Полученные значения практически одинаковы и составляют 47.5 ± 0.4 и $47.9 \pm 0.5\%$ IACS (International Annealed Copper Standard — Международный стандарт отожженной меди), соответственно. Поскольку электропроводность наиболее чувствительна к растворенным в алю-

миниевой матрице легирующим элементам, полученный результат также косвенно указывает на то, что концентрация легирующих элементов Zr и Mg в твердом растворе после ДТО не изменяется.

Ранее для УМЗ-сплава Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%) методом атомно-зондовой томографии (АЗТ) было показано, что атомы Mg располагаются преимущественно в алюминиевой матрице в твердом растворе [28]. В настоящей работе при проведении ЭДС-картирования *in-situ* в ПЭМ также не было обнаружено никаких Mg-содержащих вторичных фаз. Примеры ЭДС-карт для состояний НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) представлены на рис. 6.

Исследования методами рентгеновской дифракции, элементного картирования по Mg в ПЭМ [37], а также АЗТ [38], проведенные для Al-Mg сплавов с содержанием Mg до 8 wt.%, структурированных КВД, также не обнаружили интерметаллические фазы. Как отмечалось в [37], КВД существенно повышает растворимость атомов Mg в матрице, тем самым препятствуя выделению интерметаллических фаз. Кроме нахождения Mg в твердом растворе в зернах, Mg сегрегирует на ГЗ при формировании УМЗ-структуры в процессе структурирования сплавов Al-Mg методом КВД [37,39].

Сегрегация Mg на ГЗ была также обнаружена в обработанном КВД сплаве Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) (рис. 7). На рис. 7 представлены типичное изображение в режиме HAADF-STEM (высокоугловая кольцевая сканирующая просвечивающая электронная микроскопия в темном

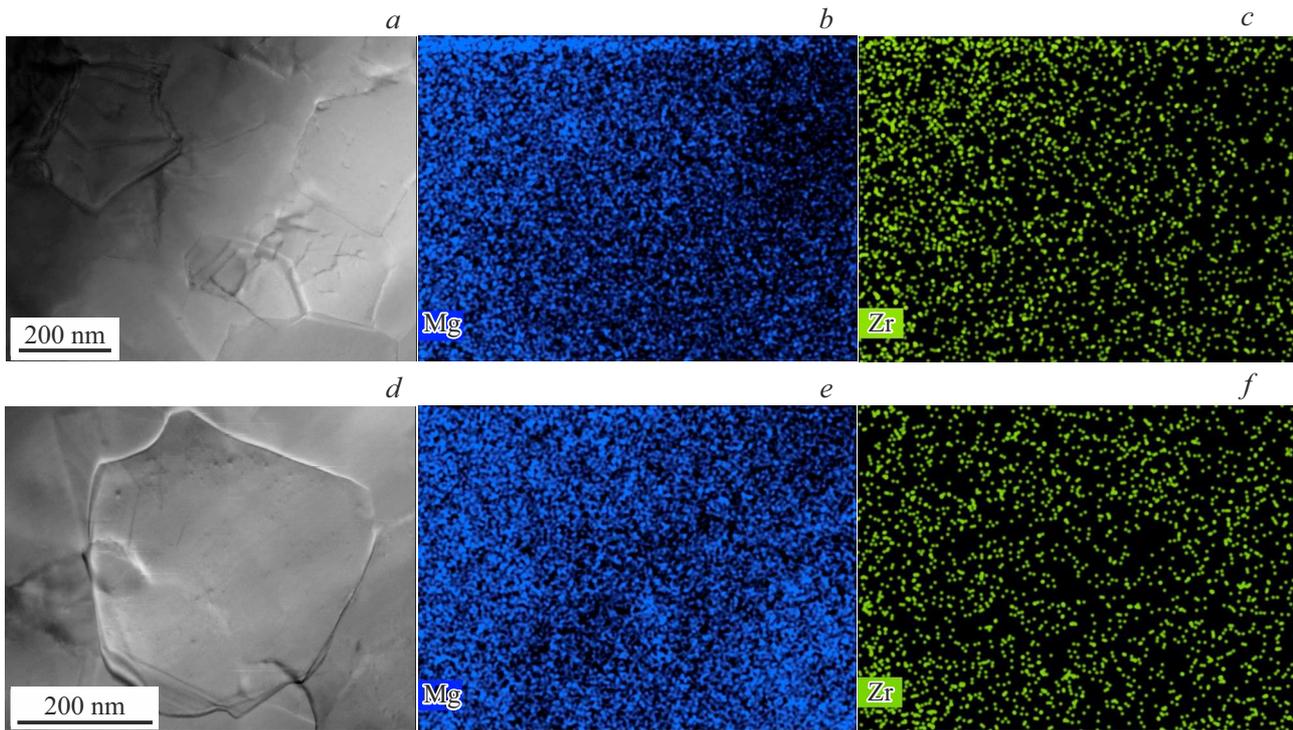


Рис. 6. ПРЭМ-изображения УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) с соответствующими распределениями легирующих элементов (Mg, Zr) в состояниях НРТ (*a, b, c*) и НРТ+АН+0.25НРТ (*d, e, f*), полученными методом ЭДС *in-situ* в ПРЭМ.

поле) и профили концентрации химических элементов Al, Mg и Zr, полученные методом ЭДС, выполненной *in-situ* в ПРЭМ при сканировании поперек ГЗ, для сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состоянии НРТ. Следует отметить, что сегрегация Mg не была четко зафиксирована во всех проведенных сканированиях поперек различных ГЗ, что указывает на то, что сегрегация Mg не является равномерной среди разных ГЗ и/или вдоль ГЗ. Эти наблюдения согласуются с данными, полученными для сплавов Al-Mg, обработанных КВД [38,39]. Неравномерная сегрегация Mg и даже образование зон обеднения Mg вблизи ГЗ наблюдались в КВД-структурированных сплавах Al-Mg [38,39].

РСА показал (табл. 2), что значение параметра кубической элементарной ячейки a сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) практически не изменяется во всех исследованных состояниях. Это свидетельствует о том, что концентрация Mg в твердом растворе после применения ДТО остается неизменной, поскольку известно, что растворенный в алюминии магний существенно влияет на параметр a [40].

Величину плотности дислокаций L_{dis} определяли, используя средний размер областей когерентного рассеяния D_{CSD} и среднее абсолютное значение микродеформации ϵ_s (или $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) (табл. 2), аналогично работе [18]. После отжига значение L_{dis} уменьшается в ~ 5 раз за счет процессов возврата. Дополнительная деформация методом КВД на 0.25 оборота (состояние НРТ+АН+0.25НРТ) приводит к введению дополнитель-

ных дислокаций, возвращающих значение L_{dis} к значению в состоянии НРТ. Поскольку ПЭМ-исследования не выявили большого количества дислокаций внутри зерен, наиболее вероятно, что плотность дислокаций, определенная на основании РСА, относится в основном к ГЗ и приграничным областям. Таким образом, основным микроструктурным изменением, происходящим в УМЗ-сплаве после отжига и дополнительного КВД, является изменение плотности дислокаций в ГЗ и приграничных областях. Проведен анализ поверхностей разрушения образцов в состояниях НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ после их разрушения при испытаниях на растяжение при различных температурах. На рис. 8 представлены типичные СЭМ-изображения поверхностей разрушения образцов УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состояниях НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ после испытаний на растяжение при различных T_{def} .

Поверхность разрушения образца в состоянии НРТ, испытанного при 293 К, достаточно равномерно покрыта небольшими неглубокими ямками, присутствуют также редкие более крупные и глубокие ямки (рис. 8, *a-b*, отмечены пунктирным желтым прямоугольником). Кроме того, отчетливо наблюдаются многочисленные крупные фасетки скола (brittle facets) и значительное количество трещин (рис. 8, *b*, выделены пунктирными белыми или черными прямоугольниками и эллипсами соответственно), что свидетельствует о хрупком разрушении [41–43]. С уменьшением T_{def} наблюдается уменьшение количества крупных ямок и одновременное увеличение плот-

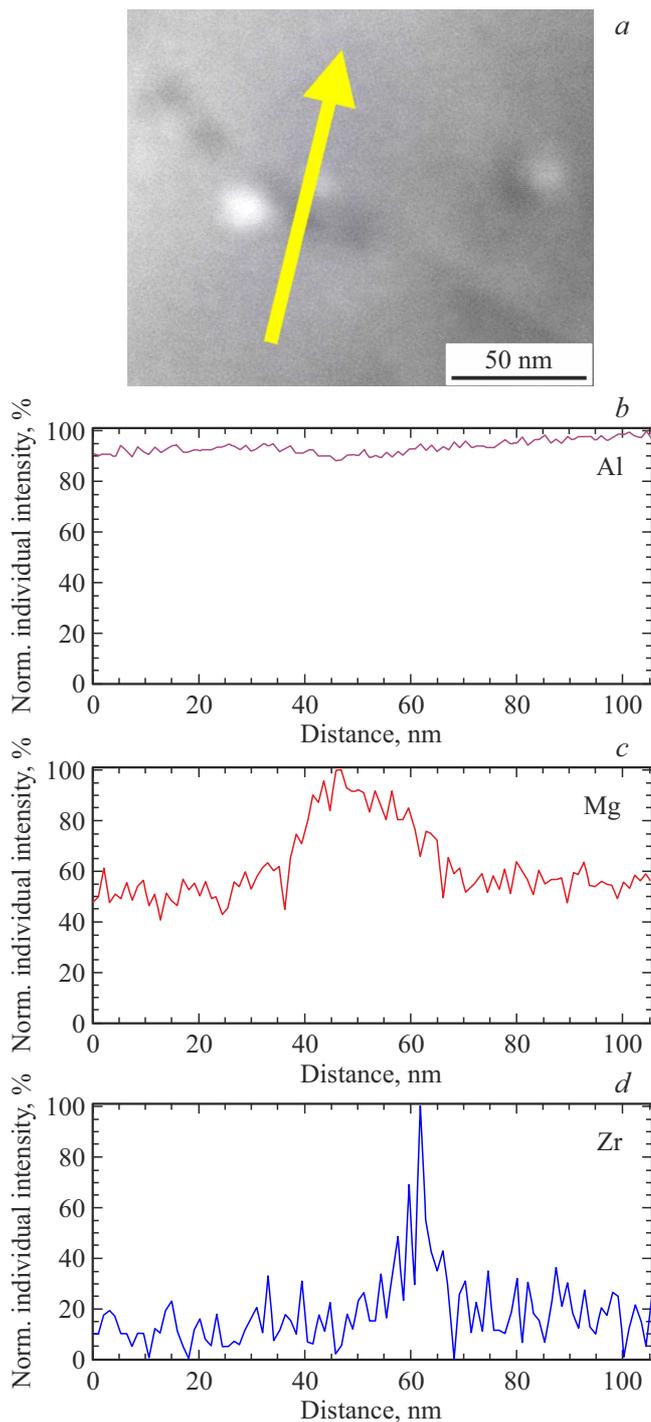


Рис. 7. Сплав Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состоянии НРТ: изображение в режиме HAADF-STEM (a) и профили концентрации Al (b), Mg (c) и Zr (d), нормированные на собственный максимум, поперек границы зерен вдоль стрелки, показанной на (a).

ности участков с фасетками скола (рис. 8, c, f, выделены пунктирными белыми или черными прямоугольниками), а также количества трещин (рис. 8, c, a, выделены пунктирными белыми или черными эллипсами). Все

это наглядно свидетельствует о высокой склонности образцов после КВД (в состоянии НРТ) к хрупкому разрушению при всех исследованных температурах.

На поверхности разрушения образцов в состоянии НРТ+AN+0.25НРТ после испытаний на растяжение при комнатной температуре (рис. 8g–h) наблюдается ямочный рельеф, характерный для вязкого разрушения [41–44]. Этот рельеф содержит большое количество равноосных мелких ямок и значительно меньшее количество крупных глубоких ямок (выделены желтыми пунктирными прямоугольниками на рис. 8, h). Также присутствует небольшое количество фасеток скола (выделены белыми пунктирными прямоугольниками на рис. 8, h). Таким образом, характер разрушения является смешанным, аналогично состоянию НРТ, но с гораздо более выраженными признаками вязкого разрушения. В отличие от состояния НРТ, в состоянии НРТ+AN+0.25НРТ наблюдается увеличение количества, а также размеров и глубины ямок с понижением температуры испытаний на растяжение (рис. 8, i–l). При этом плотность и размер элементов хрупкого разрушения существенно меньше, чем в состоянии НРТ. Все это свидетельствует о более вязком характере разрушения образцов в состоянии НРТ+AN+0.25НРТ по сравнению с образцами в состоянии НРТ в интервале температур 77–293 К, что хорошо коррелирует с величинами пластичности, измеренными при испытаниях на растяжение (табл. 1).

4. Обсуждение результатов

Увеличение прочности с понижением температуры, наблюдаемое для состояний НРТ и НРТ+AN (рис. 2, a), характерно как для КЗ, так и для УМЗ-сплавов на основе Al [2,19,26]. В состоянии НРТ+AN+0.25НРТ аномальное поведение: уменьшение $\sigma_{0.2}$ и увеличение пластичности, при снижении температуры деформации от 293 до 243 К (рис. 2) можно объяснить в рамках модели, предложенной для объяснения эффекта УПД при КТ в [15]. Согласно этой модели, дополнительная деформация на 0.25 оборота КВД приводит к внесению ВЗГД, образующих под действием внешнего напряжения скопления на ГЗ у тройных стыков (ТС) [15]. Такие скопления способствуют эмиссии решеточных дислокаций из ГЗ, что приводит к увеличению пластичности при незначительном снижении прочности. Вследствие малой величины и кратковременности дополнительной деформации на 0.25 оборота КВД введенные ВЗГД не закрепляются атомами Mg, поэтому могут перемещаться вдоль плоскости ГЗ и образовывать скопления у ТС под действием внешнего напряжения сдвига. Тогда аномальное изменение $\sigma_{0.2}$ и δ в интервале температур 243–293 К определяется термоактивными процессами, влияющими на подвижность ВЗГД и, следовательно, на образование их скоплений у ТС. Такими процессами могут быть динамическое деформационное старение (ДДС) [45–47] и преодоление барьера Пайерлса в ГЗ

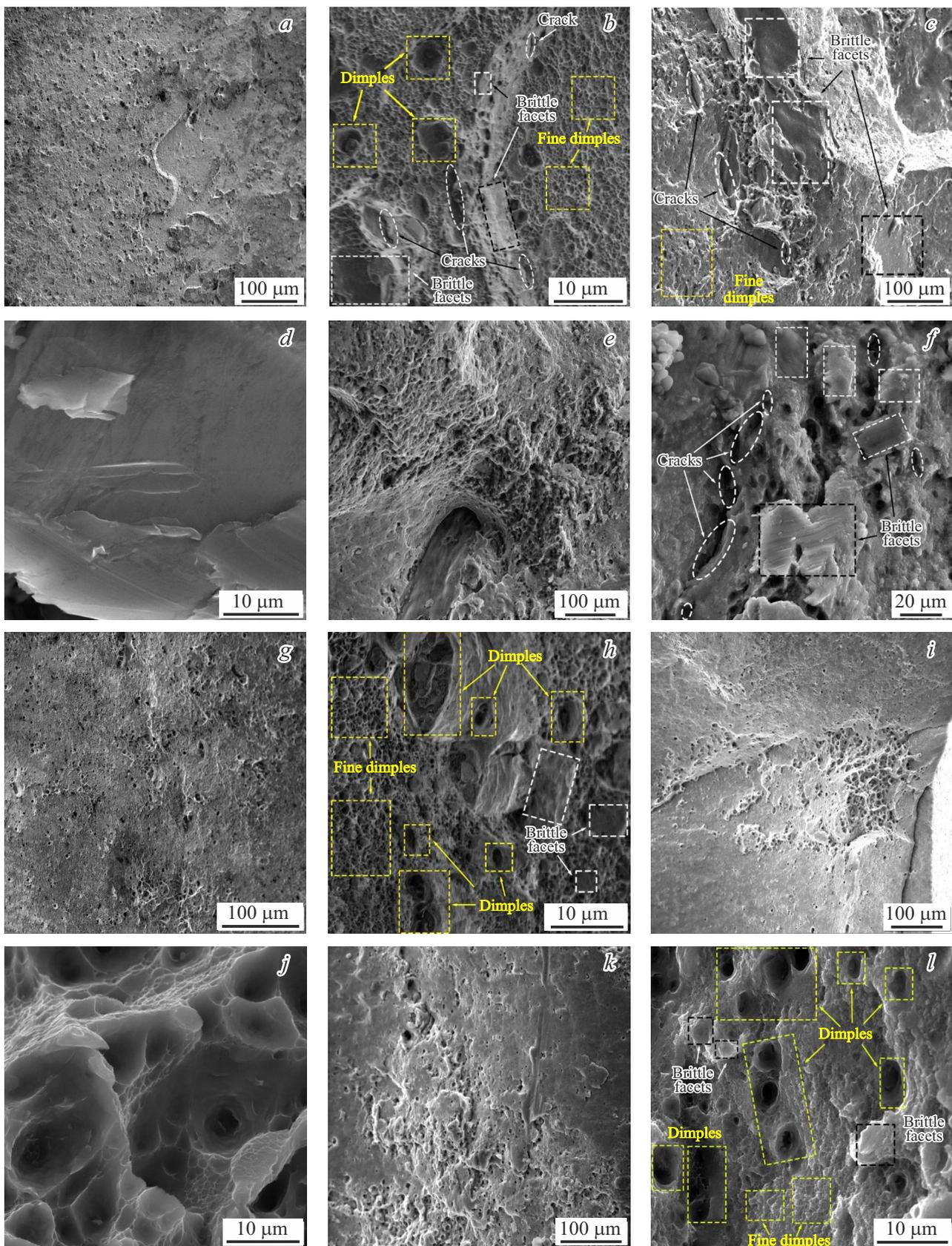


Рис. 8. СЭМ-микрофотографии морфологии разрушения образцов УМЗ сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в состояниях НРТ (*a–f*) и НРТ+АН+0.25НРТ (*g–l*), испытанных при различных температурах деформации: 293 К (*a, b* и *g, h*); 243 К (*c, d* и *i, j*); 77 К (*e, f* и *k, l*).

зернограничными дислокациями, движущимися вдоль границ зерен [24], которые оказывают противоположное влияние на подвижность ВЗГД с уменьшением T_{def} . С уменьшением T_{def} коэффициент диффузии атомов растворенного вещества уменьшается, что приводит к увеличению времени, необходимого для закрепления движущихся ВЗГД атомами Mg [48]. Это способствует повышению мобильности ВЗГД. Напротив, время преодоления зернограничного барьера Пайерлса подвижными зернограничными дислокациями увеличивается с уменьшением T_{def} , что будет уменьшать их подвижность. По-видимому, в интервале температур 243–293 К доминирует процесс ДДС. Тогда на ГЗ образуются мощные скопления, приводя к увеличению пластичности и понижению прочности.

При дальнейшем уменьшении T_{def} наблюдается одинаковый характер зависимостей $\sigma_{0.2}(T_{\text{def}})$ и $\delta(T_{\text{def}})$ во всех исследованных состояниях (рис. 2). Вероятно, в этом интервале температур деформации (77–243 К) времени для образования скоплений ВЗГД при нагружении образцов недостаточно, и другой механизм пластической деформации определяет характер температурных зависимостей $\sigma_{0.2}$. Таким процессом могло бы быть движение испущенных решеточных дислокаций в зерне. Поскольку коэффициент диффузии атомов растворенного вещества в объеме значительно ниже, чем в ГЗ, и уменьшается с понижением температуры деформации, процессы ДДС могут не происходить при движении дислокаций в объеме зерна. Этим можно объяснить нормальный характер зависимостей $\sigma_{0.2}(T_{\text{def}})$ в интервале температур 77–243 К для сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в обоих состояниях (НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ).

Пластическую деформацию металлов и сплавов можно описать обычным степенным законом [49,50]:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (2)$$

где A — постоянная материала, $n = 1/m$ — показатель степени напряжения, m — коэффициент скоростной чувствительности, Q — энергия активации, R — газовая постоянная, T — абсолютная температура, $\dot{\epsilon}$ — скорость деформации. Значение Q можно определить по наклону прямой, аппроксимирующей зависимость $(\ln \sigma - 1/T)$ при постоянной скорости деформации $\dot{\epsilon}$.

В работе [51] энергия активации пластического течения в (4N) Al, структурированном КВД, оценивалась по зависимости $\sigma_{0.2}(T)$, где $\sigma_{0.2}$ определялась как $\sigma_{0.2} = 1/3H_V$ (H_V — микротвердость) в экспериментах по микро- и наноиндентированию ($m \approx 0.03$ и $Q \approx 87 \text{ kJ/mol}$ [51]). Далее, полагая, что значения $\sigma_{0.2}$ не сильно различаются в испытаниях на растяжение и в экспериментах по микро- и наноиндентированию, значение Q оценивалось для ТЧ Al, обработанного КВД, по зависимости $\sigma_{0.2}(T)$, полученной в испытаниях на растяжение [25]. Значения Q , полученные при испытаниях обоих видов [25,51] оказались близкими по величине.

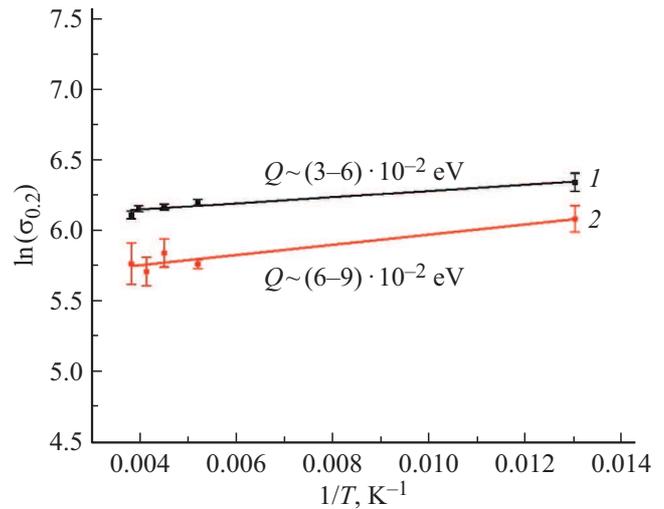


Рис. 9. Оценка энергии активации (Q) сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) в различных состояниях: НРТ (кривая 1), НРТ+АН+0.25НРТ (кривая 2).

Аналогичным образом мы оценили энергию активации Q начала пластического течения в диапазоне 77–243 К для сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) до и после ДТО (в состояниях НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ).

Величину Q определяли по наклону прямой вида $(\ln \sigma_{0.2} - 1/T_{\text{def}})$, полученной при постоянной скорости деформации $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (рис. 9). Учитывая, что значение m составляет 0.055 и 0.033 соответственно в Al-0.53Mg-0.32Zr (wt.%) [18] и Al-1.17Mg-0.33Zr (wt.%) сплавах в обоих состояниях (НРТ и НРТ+АН+0.25НРТ), значение m принималось равным 0.033–0.055. Полученные значения $Q = 0.03 - 0.09 \text{ eV}$ сравнимы с энергиями активации образования перегибов на решеточных дислокациях ($E \sim 0.09 \text{ eV}$ в чистом Al [52,53]). Это подтверждает наше предположение о том, что температурное поведение напряжения течения в интервале температур 77–243 К определяется движением испущенных решеточных дислокаций в объеме зерен. Существенно более высокая пластичность в состоянии НРТ+АН+0.25НРТ по сравнению с таковой в состоянии НРТ, наиболее вероятно, связана с наличием в первом случае значительного количества незакрепленных ВЗГД в ГЗ, испускание которых легче, чем закрепленных дислокаций, и может обеспечить повышенную пластичность. Однако необходимы дополнительные исследования для подтверждения или опровержения предложенного объяснения и разработки теоретической модели, способной описать полученные аномальные температурные зависимости $\sigma_{0.2}$ и δ при пониженных температурах деформации. Это задачи для дальнейших исследований.

Согласно [54,55], поглощение (адсорбция) дислокаций границами зерен может играть существенную роль в пластической деформации УМЗ- и НК-сплавов. Неравновесные ГЗ обладают более высокой эффективностью

поглощения по сравнению с равновесными ГЗ и, как следствие, могут способствовать лучшей пластичности. Тогда с уменьшением T_{def} пластичность должна снижаться из-за меньшей способности ГЗ поглощать дислокации, поскольку уменьшается коэффициент зернограничной диффузии. Однако механические испытания образцов в состоянии НРТ+АН+0.25НРТ показывают противоположный результат. Таким образом, процессы поглощения дислокаций границами зерен не играют ключевой роли в аномальной температурной зависимости пластичности в рассматриваемом случае.

5. Заключение

Впервые исследовано влияние температуры деформации на прочность и пластичность сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%), обработанного КВД, до и после специальной деформационно-термической обработки. Показано, что ДТО, состоящая из низкотемпературного отжига и последующей небольшой дополнительной деформации, приводит к существенному повышению пластичности при сохранении высокой прочности. Достигнутая повышенная пластичность ($\delta \sim 7\text{--}13\%$) при высокой прочности ($\sigma_{0.2} \sim 300\text{--}435$ МПа, $\sigma_{UTS} \sim 370\text{--}490$ МПа) сохраняется во всем диапазоне температур $77\text{--}293$ К испытаний на растяжение, что весьма важно для потенциального применения таких сплавов при низких температурах. Для УМЗ-сплава Al-0.95Mg-0.32Zr (wt.%) после ДТО впервые выявлен аномальный характер температурных зависимостей $\sigma_{0.2}$ и δ в интервале температур деформации $243\text{--}293$ К. Трансформация дислокационной структуры границ зерен, вызванная ДТО, является ключевым фактором, ответственным за такое аномальное изменение механических свойств с температурой. Предложено возможное объяснение такого аномального поведения.

Полученные результаты показали принципиальную возможность значительной модуляции механических свойств УМЗ-сплавов Al-Mg-Zr в широком диапазоне низких температур ($77\text{--}293$ К) за счет изменения состояния ГЗ в УМЗ-структуре без изменения размера зерна.

Благодарности

РСА, ДОРЭ и ПЭМ/СПЭМ исследования проводились с использованием оборудования и программного обеспечения Центра коллективного пользования „Материаловедение и диагностика в перспективных технологиях“ (Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия). Авторы признательны Д.А. Калганову за проведение фактографических исследований с использованием растровой электронной микроскопии.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №22-19-00292).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] K. Son, M.E. Kassner, T.K. Lee, J.W. Lee. *Mater. Des.* **224**, 111336 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111336>
- [2] D.H. Park, S.W. Choi, J.H. Kim, J.M. Lee. *Cryogenics* **68**, 44 (2015). <https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2015.02.001>
- [3] W.S. Park, M.S. Chun, M.S. Han, M.H. Kim, J.M. Lee. *Mater. Sci. Eng. A* **528**, 18, 5790 (2011). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.032>
- [4] K. Edalati, A. Bachmaier, V.A. Beloshenko, Y. Beygelzimer, V.D. Blank, W. Botta et al. *Mater. Res. Lett.* **10**, 4, 163 (2022). <https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>
- [5] D.C. Machado, P.C.A. Flausino, Y. Huang, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, P.H.R. Pereira, J. *Mater. Res. Technol.* **24**, 2850 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.03.167>
- [6] E. Damavandi, S. Nourouzi, S.M. Rabiee, R. Jamaati, J.A. Szpunar. *J. Mater. Sci.* **56**, 3535 (2021). <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05479-5>
- [7] X.M. Mei, Q.S. Mei, J.Y. Li, C.L. Li, L. Wan, F. Chen, Z.H. Chen, T. Xu, Y.C. Wang, Y.Y. Tan. *J. Mater. Sci. Technol.* **125**, 238 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.02.029>
- [8] K. Changela, H. Krishnaswamy, R.K. Digavalli, *Mater. Sci. Eng. A* **760**, 7 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.088>
- [9] Z. Be'zi, G. Kra'lics, M. El-Tahawy, P. Pekker, J. Gubicza. *Mater. Sci. Eng. A* **688**, 210 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.112>
- [10] A.S. Al-Zubaydi, N. Gao, S. Wang, P.A. Reed. *J. Mater. Sci.* **57**, 19, 8956 (2022). <https://doi.org/10.1007/s10853-022-07234-4>
- [11] M. Howeyze, A.R. Eivani, H. Arabi, H.R. Jafarian. *Mater. Sci. Eng. A* **732**, 120 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.081>
- [12] X. Li, W. Xia, J. Chen, H. Yan, Z. Li, B. Su, M. Song. *Met. Mater. Int.* **27**, 1 (2021). <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00929-w>
- [13] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, S. Cheng, E. Ma, Y.T. Zhu. *Adv. Mater.* **18**, 17, 2280 (2006). <https://doi.org/10.1002/adma.200600310>
- [14] A.M. Mavlyutov, T.A. Latynina, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, T.S. Orlova. *Phys. Solid State* **59**, 1970 (2017). <https://doi.org/10.1134/S1063783417100274>
- [15] 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). <https://doi.org/10.1515/rams-2018-0068>
- [16] X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji. *Science* **312**, 5771, 249 (2006). <https://doi.org/10.1126/science.1124268>
- [17] T.S. Orlova, D.I. Sadykov, D.A. Kirilenko, A.I. Lihachev, A.A. Levin. *Mater. Sci. Eng. A* **875**, 145122 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145122>
- [18] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, D.I. Sadykov, N.A. Enikeev, M.Y. Murashkin. *Metals* **13**, 9, 1570 (2023). <https://doi.org/10.3390/met13091570>
- [19] D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev. *Adv. Eng. Mater.* **17**, 12, 1804 (2015). <https://doi.org/10.1002/adem.201500138>
- [20] D. Zhemchuzhnikova, S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev. *Mater. Sci. Eng. A* **598**, 387 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.01.060>

- [21] Y. Ma, C. Liu, K. Miao, H. Wu, R. Li, X. Li, G. Fan. *J. Alloys Compd.* **947**, 169559 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169559>
- [22] D.C.C. Magalhães, A.M. Kliauga, V.L. Sordi. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* **31**, 3, 595 (2021).
[https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65522-X](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65522-X)
- [23] D.C.C. Magalhães, A.M. Kliauga, M.F. Hupalo, O.M. Cintho, C.A. Della Rovere, M. Ferrante, V.L. Sordi. *Mater. Sci. Eng. A* **768**, 138485 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138485>
- [24] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, M.Y. Gutkin. *Mater. Sci. Eng. A* **802**, 140588 (2021).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140588>
- [25] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, N.A. Enikeev, A.D. Evstifeev, D.I. Sadykov, M.Y. Gutkin. *Materials* **15**, 23, 8429 (2022). <https://doi.org/10.3390/ma15238429>
- [26] T.S. Orlova, D.I. Sadykov, D.V. Danilov, M.Y. Murashkin. *J. Alloys Compd.* **931**, 167540 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.167540>
- [27] P.L. Sun, C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang. *Scr. Mater.* **52**, 4, 265 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.10.022>
- [28] T.S. Orlova, T.A. Latynina, M.Y. Murashkin, F. Chabanais, L. Rigutti, W. Lefebvre. *J. Alloys Compd.* **859**, 157775 (2021).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157775>
- [29] P.H.L. Souza, C.A.S. de Oliveira, J.M. do Vale Quaresma. *J. Mater. Res. Technol.* **7**, 1, 66 (2018).
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.05.006>
- [30] G.K. Williamson, R.E. Smallman III. *Philos. Mag.* **1**, 1, 34 (1956). <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>
- [31] Дж. Хирт, И. Лотге. Теория дислокаций. Атомиздат, М. (1972). 600 с.
- [32] T.S. Orlova, T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *J. Alloys. Compd.* **784**, 41 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.12.324>
- [33] T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, T.S. Orlova. *Phil. Mag.* **99**, 19, 2424 (2019).
<https://doi.org/10.1080/14786435.2019.1631501>
- [34] K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Int. *J. Mater. Res.* **97**, 3, 246 (2022). <https://doi.org/10.1515/ijmr-2006-0042>
- [35] A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, V.S. Levchenko, N.Yu. Tabachkova, W. Mufalo, V.K. Portnoy. *Mater. Charact.* **139**, 30 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.02.030>
- [36] M. Zha, H. Zhang, H. Jia, Y. Gao, S. Jin, G. Sha, R. Björge, R.H. Mathiesen, H.J. Roven, H. Wang, Y. Li. *Int. J. Plast.* **146**, 103108 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2021.103108>
- [37] C. Chen, Y. Chen, J. Yu, M. Liu, J. Zhang. *J. Alloys. Compd.* **983**, 173905 (2024).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.173905>
- [38] J. Xue, S. Jin, X. An, X. Liao, J. Li, G. Sha. *J. Mater. Sci. Technol.* **35**, 5, 858 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.11.017>
- [39] Y. Liu, M. Liu, X. Chen, Y. Cao, H.J. Roven, M. Murashkin, R.Z. Valiev, H. Zhou. *Scr. Mater.* **159**, 137 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.033>
- [40] J.E. Hatch. *Aluminum: properties and physical metallurgy*. 1st ed. ASM International: Metals Park, OH (1984). 424 с.
- [41] J.L. González-Velázquez. *Fractography and failure analysis*. Springer International Publishing, Switzerland (2018). 165 с.
- [42] M.K. Pathak, A. Joshi, K.K.S. Mer. *Trans. Indian Inst. Met.* **74**, 679 (2021). <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02198-6>
- [43] ASM Handbook Volume 12: Fractography. 9th ed. ASM International: Metals Park, OH. (1987). 517 с.
- [44] G. Wang, D. Song, Z. Zhou, Y. Liu, N. Liang, Y. Wu, A. Ma, J. Jiang. *J. Mater. Res. Technol.* **15**, 2419 (2021).
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.085>
- [45] D. Zhou, X. Zhang, H. Wang, Y. Li, B. Sun, D. Zhang. *Int. J. Plast.* **157**, 103405 (2022).
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2022.103405>
- [46] J. Kang, X. Liu, T. Wang. *Scr. Mater.* **224**, 115121 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115121>
- [47] H. Sun, W. Zhang, Y. Xu, Q. Li, X. Zhuang, Z. Zhao. *Scr. Mater.* **222**, 115025 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115025>
- [48] T. Tian, M. Zha, H.L. Jia, Z.M. Hua, P.K. Ma, H.Y. Wang. *Mater. Sci. Eng. A* **880**, 145376 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145376>
- [49] D. Bae, S.H. Kim, D.H. Kim, W.T. Kim. *Acta Mater.* **50**, 2343 (2002). [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00067-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00067-8)
- [50] X.R. Zhang, G.X. Sun, W. Zai, Y. Jiang, Z.H. Jiang, S. Han, G.L. Bi, D.Q. Fang, J.S. Lian. *Mater. Sci. Eng. A* **799**, 140141 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140141>
- [51] 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). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.02.056>
- [52] D. Hull, D.J. Bacon. *Introduction to dislocations*. 5th ed. Elsevier, Butterworth-Heinemann, Oxford. (2011). 272 с.
- [53] В.И. Владимиров. Физическая теория пластичности и прочности. Ч. I. ЛПИ, Л. (1973). 120 с.
- [54] O. Renk, A. Hohenwarter, V. Maier-Kiener, R. Pippa. *J. Alloys Compd.* **935**, 168005 (2023).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.168005>
- [55] O. Renk, V. Maier-Kiener, I. Issa, J.H. Li, D. Kiener, R. Pippa. *Acta Mater.* **165**, 409 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.12.002>

Редактор Т.Н. Василевская