# 14,01

# Влияние отжига на механические, упругие и микропластические свойства алюминиевого сплава АД1 в различных структурных состояниях

© М.В. Нарыкова, Б.К. Кардашев, А.А. Левин, А.Г. Кадомцев, В.И. Бетехтин, А.И. Лихачев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 9 апреля 2024 г. В окончательной редакции 9 апреля 2024 г. Принята к публикации 3 мая 2024 г.

> Изучено влияние изотермических отжигов в интервале температур 50–300°С на структуру, микротвердость, упругие и микропластические свойства алюминиевого сплава АД1 в различных структурных состояниях. Исследования структуры проводились с применением дифракции обратного рассеяния электронов, просвечивающей электронной микроскопии, рентгенодифракционного метода и денситометрии. Определен температурный интервал, обеспечивающий стабильность указанных выше характеристик сплава АД1.

> Ключевые слова: алюминий АД1, модуль упругости, модуль Юнга, ультрамелкозернистый алюминий, микротвердость, микрокристаллический алюминий, декремент.

DOI: 10.61011/FTT.2024.06.58259.83

# 1. Введение

Технический алюминий АД1 относится к деформируемым сплавам, высокая коррозионная стойкость которого позволяет широко применять этот сплав в различных областях промышленности. Формирование ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния различными методами, основанными на интенсивной пластической деформации, позволяет существенно улучшить прочностные характеристики материалов [1-3]. Однако повышение прочности путем создания УМЗ-состояния требует исследования стабильности зеренной структуры и механических свойств не только на этапе формирования, но и при эксплуатации, которая может проходить при повышенных температурах. Поэтому изучение температурного интервала, обеспечивающего стабильность структуры и свойств ультрамелкозернистых металлических материалов, является актуальным.

Настоящая работа продолжает исследования [4] УМЗ алюминия марки АД1. В данной работе анализируются результаты для образцов алюминия АД1 в различных структурных состояниях, впервые полученных по технологии, сочетающей поперечно-винтовую и продольную прокатки и успешно используемой для формирования УМЗ-структуры в титане [5].

# 2. Образцы и методы исследований

Исследование проводилось на техническом алюминии марки АД1, элементный состав которого согласно паспорту содержит до 0.3 wt% Fe, до 0.3 wt% Si, до 0.15 wt% Ti, до 0.1 wt% Zn, до 0.05 wt% Cu, до 0.05 wt% Mg, до 0.025 wt% Mn и до 0.05 wt% других примесей. По режиму механо-термической обработки [5] было сформировано два субмикрокристаллических состояния, обозначаемых как CMK-1 (или SMC-1) и CMK-2 (или SMC-2). После прокаток прутки имели форму стержней круглого сечения диаметром около 7 mm. Отличие в процессе формирования субмикрокристаллических структур для этих состояний состояло в температуре при финишной прокатке: CMK-1 проводилось при комнатной температуре, CMK-2 — с применением дополнительного охлаждения в жидком азоте. Из CMK-1 отжигом при температуре 250°C в течение одного часа было сформировано рекристаллизованное микрокристаллическое состояние, обозначаемое далее как MK (или MC).

Для изучения термической стабильности структуры и механических свойств была проведена серия изотермических отжигов в интервале  $50-350^{\circ}$ C с шагом  $50^{\circ}$ C длительностью от 45 min до 4 h (для температуры  $200^{\circ}$ C) в печи SNOL 6.7/1300.

Исследования зеренной структуры образцов проводились с использованием растрового электронного микроскопа JSM 7001F (JEOL, Japan), оснащенного детектором HKL Nordlys EBSD (Oxford Instruments, England). Методом дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ) были получены карты кристаллографических ориентировок зерен, построены распределения зерен по размерам и границ зерен по углам разориентации. Подготовка образцов проводилась путем механической шлифовки поверхности на установке Multi Prep 8 (Allied, San Francisco, CA, USA) с последующей финишной полировкой широким пучком ионов аргона на установке 1061 SEM Mill (Fischione, Export, PA, USA).

Рентгенодифракционные исследования (РД) проводились на порошковом рентгеновском дифрактометре D2 Phaser (Bruker AXS, Karlsruhe, Germany) в геометрии Брэгга-Брентано с использованием дублетного СиКаизлучения рентгеновской трубки с медным анодом, отфильтрованного с помощью СиК<sub>в</sub>-фильтра в виде Niфольги. Для регистрации картин РД (рентгеновских дифрактограмм) применялся полупроводниковый линейный детектор рентгеновского излучения LYNXEYE (Bruker AXS). В процессе измерений температура в камере образца в дифрактометре составляла 41 ± 1°С. Измерения проводились в симметричном режиме сканирования  $\theta - 2\theta$ . Рентгенофазовый анализ измеренных дифрактограмм проводился с помощью программы EVA (версия 5.1.0.5) [6] с использованием порошковой базы данных PDF-2 [7]. Для получения параметров наблюдаемых рефлексов, по которым проводились расчеты параметров структуры и микроструктуры, также применялась программа EVA. Параметр кубической элементарной ячейки Al для образцов вычислен по измеренным значениям углов Брэгга 20 наблюдаемых рефлексов после внесения угловых поправок на смещение нуля счетчика и отклонение поверхности образца от фокальной плоскости дифрактометра. Для вычислений применялась кристаллографически ориентированная программа Celsiz (версия 1.1.6) [8], работающая методом наименьших квадратов с использованием индексов Миллера hkl наблюдаемых рефлексов. Параметры микроструктуры (средние размеры D кристаллитов, также называемых областями когерентного рассеяния (ОКР) рентгеновского излучения, и абсолютные значения средних микродеформаций  $\varepsilon_s$  в них) оценивались из дифрактограмм по полным ширинам наблюдаемых рефлексов на половине максимума их интенсивности (FWHM, full width at half maximum) методами графиков "размер кристаллита микродеформация" [9]. Для вычислений применялись процедуры для наблюдаемого типа рефлексов (псевдо-Фогтовского типа), используя программу SizeCr (версия 11.04) [10].

Микротвердость по Виккерсу  $(H_V)$  образцов была определена на установке ПМТ-3 с использованием микроскопа AxioVert. A1 с цифровой оптикой Carl Zeiss Axiocam 208. Отпечатки получали с помощью пирамиды Виккерса при нагрузке 1.96 N и времени экспозиции 10 s.

Для акустических исследований из центральной части круглых стержней-заготовок изготавливались образцы прямоугольного сечения 1.4 × 2.5 mm<sup>2</sup> длиной 25 mm.

Как и в [4], упругие и микропластические свойства (модуль Юнга E, амплитудно-независимый декремент упругих колебаний  $\delta$ , напряжение микропластического течения  $\sigma$  и неупругая деформация  $\varepsilon_d$ ) изучались резонансным методом составного пьезоэлектрического вибратора. Испытания проводились на частоте около 100 kHz в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации  $\varepsilon$ , включающем линейную (амплитуднонезависимую) и нелинейную (микропластическую) области. Формулы, необходимые для обработки экспериментальных данных, приведены в [4]. Погрешность определения модуля E образца составляла примерно 0.4%, амплитуды  $\varepsilon$ , декремента  $\delta$ , напряжения  $\sigma$  и деформации  $\varepsilon_d$  — около 5%.

Определение плотности образцов производилось методом гидростатического взвешивания на аналитических весах Shimadzu AUW 120D (Shimadzu Corporation, Japan) с использованием денситометрической приставки SMK-301. Относительная погрешность определения плотности — не более 0.02%.

Более подробное описание деталей эксперимента и анализа методами ДОРЭ, РД, акустических и денситометрических измерений можно найти в [11].

## 3. Экспериментальные результаты

### 3.1. Микротвердость

Наиболее простым с точки зрения получения предварительных данных о влиянии температуры на механические свойства является изучение микротвердости. Учитывая, что размер d зерна и твердость  $H_V$  связаны эмпирическим соотношением Холла–Петча [12]:

$$H_V = H_0 + K_H d^{-1/2},$$

где  $K_H$  — коэффициент Холла-Петча, а  $H_0$  соответствует твердости монокристалла, можно предварительно оценить температуру, при которой происходят изменения физических (и структурных) свойств материала. Определение микротвердости проводилось на образцах после отжига с шагом 50°С. На рис. 1 приведены зависимости микротвердости  $H_V$  от температуры отжига для алюминия для трех структурных состояний. Установлено, что до 300°С величина микротвердости для всех образцов практически не меняется. Наибольшее значение  $H_V$  характерно для СМК-2 состояния. Повышение температуры отжига до 350°С ведет к существенному



**Рис. 1.** Зависимость микротвердости  $H_V$  от температуры отжига для алюминия АД1 — МК (МС), СМК-1 (SMC-1) и СМК-2 (SMC-2). Длительность отжига 45 min. Пунктиром обозначено значение микротвердости для исходного состояния АД1 (состояние поставки).



**Рис. 2.** Амплитудные зависимости модуля Юнга *E* и декремента δ для образцов алюминия АД-1, отожженных при *a* — 100 и *b* — 300°С. Измерения выполнены при комнатной температуре.



**Рис. 3.** Диаграммы микропластического деформирования образцов алюминия АД-1 после отжига при *a* — 100 и *b* — 300°С. Измерения выполнены при комнатной температуре.

ее уменьшению — в 1.4 раза, величина микротвердости становится одинаковой для всех образцов — 35. Увеличение времени отжига до 4 h (при температуре 200°С, СМК-1) мало повлияло на величину микротвердости, увеличение составило 1.9%.

### 3.2. Упругие и микропластические свойства

Для изучения термической стабильности исследуемого алюминия АД1 были определены упругие и микропластические свойства после изотермических отжигов



**Рис. 4.** Влияние температуры отжига *T* на модуль Юнга *E*, амплитудно-независимый декремент  $\delta$  и напряжения микротекучести  $\sigma$  при неупругой деформации  $\varepsilon_d = 5.0 \cdot 10^{-8}$ для образцов алюминия АД-1. Измерения выполнены при комнатной температуре.

при температурах 100, 200 и 300°C длительностью 45 min в различных структурных состояниях.

На рис. 2, a и b в качестве примера приведены амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента  $\delta$ , а на рис. 3, a и b — диаграммы акустического деформирования  $\sigma(\varepsilon_d)$  после отжигов при 100 и 300°С.

Сравнение экспериментальных данных на рис. 2 и 3 показывает, что повышение температуры отжига практически не влияет на модуль E. Наиболее заметно меняются  $\delta$  и  $\sigma$  для образцов СМК-1 и СМК-2. При повышении температуры в этих образцах характер зависимостей декремента  $\delta(\varepsilon)$  и напряжения микропластического течения  $\sigma(\varepsilon_d)$  и их абсолютные значения становятся близкими к данным для образца в МК-состоянии.

На рис. 4 показаны зависимости модуля *E*, амплитудно-независимого декремента  $\delta$  и напряжения микротекучести  $\sigma$  (при  $\varepsilon_d = 5.0 \cdot 10^{-8}$ ) от температуры отжига. Из рисунка видно, что имеет место довольно хорошая стабильность модуля при увеличении температуры отжига (наблюдается лишь незначительное снижение для СМК-2 и небольшое повышение к 300°C для МК и СМК-1), а  $\delta$  и  $\sigma$  для СМК-1 и СМК-2 заметно уменьшаются и становятся близкими друг другу по значениям после отжига при 200°С. Отметим, что увеличение температуры отжига от 200 до 300°С существенно не повлияло на дальнейшее изменение упругих и микропластических свойств.

# 3.3. Исследования зеренной структуры (растровая электронная микроскопия)

Результаты исследований зеренной структуры АД1 до изотермических отжигов приведены в [4]. Было показано, что в поперечном сечении (перпендикулярно направлению прокатки) до отжига зерна имеют равноосный вид со средним значениями 1500, 470 и 500 nm для МК, СМК-1 и СМК-2 состояний соответственно. В направлении прокатки зерна имеют несколько вытянутую форму. После отжигов в интервале температур 50–150°С, согласно результатам ДОРЭ-исследований, заметных изменений в форме и размеров зеренной структуры АД1 не обнаружено (как и при исследовании механических, упругих и микропластических свойств). Поэтому далее в основном приводятся структурные данные после отжигов при температурах 200 и 300°С в продольном сечении.

Характерные распределения зерен по размерам и границ зерен по разориентациям после отжига 200°С для СМК-1 состояния приведены на рис. 5 (продольное сечение), а на рис. 6 — карты Эйлера до и после отжигов 200, 300 и 350°С.

Из сравнения ранее полученных данных (до отжига) [4] и рис. 5 и 6 следует, что зеренная структура образца остается достаточно стабильной (до 200°C включительно). Для других состояний — СМК-2 и МК отжиг в интервале до 200°С также не привел к заметным изменениям структуры. После отжига при температуре 300°С, согласно данным растровой электронной микроскопии, структура для всех трех состояний (МК, СМК-1 и СМК-2) представлена равноосными зернами, размер которых изменяется в диапазоне 10-12 µm, что является следствием процесса собирательной рекристаллизации. Эти данные вполне согласуются с тем, что  $T = 300^{\circ}$ С заметно выше температуры  $0.25T_{\text{melt}}$ , при которой для большинства технически чистых металлов начинается процесс рекристаллизации. В [13] было показано, что УМЗ-структура алюминиевых сплавов, сформированная методом равноканального углового прессования, также сохраняется до 200°С (например, для сплава Al 1100, состав которого близок к сплаву АД1).

Распределение границ зерен по разориентациям (рис. 5) показало, что в центральной части прутка преобладают малоугловые границы с небольшим пиком при угле разориентации 55°. Ближе к краю прутка увеличивается доля границ с большими разориентациями (с углами разориентации более 15°), а доля границ с разориентациями около 55° остается такой же, как и в центральной части. Заметных изменений в распределениях по межзеренным границам после отжига при 200°С (в сравнении с образцами до отжига [4]) не выявлено.



**Рис. 5.** Микроструктура алюминиевого сплава АД1 (СМК-1) — распределения зерен по размерам и углов разориентации границ зерен в центре (a, b) и крае (c, d) прутка после отжига при  $T = 200^{\circ}$ С.

### 3.4. Рентгенодифракционные исследования

Характерный вид измеренных рентгеновских дифрактограмм приведен на рис. 7 на примере РД-картин, полученных от образца МК до и после отжига на воздухе при 200°С.

Согласно полученным дифрактограммам, образцы в МК и СМК-1 до отжига показывали преимущественную ориентацию вдоль направлений [001] и [011], соответственно (в отличие от Al без эффектов преимущественной ориентации, где наибольшей интенсивностью характеризуется рефлекс 111 и примерно вдвое меньшей — рефлекс 002, см. PDF-2 карту 00-004-0787). После отжига 200°С преимущественная ориентация вдоль [001] в образце СМК-1 — такая же, как и до отжига. В образцах МК и СМК-2 после отжига стала развиваться преимущественная ориентация вдоль [001].

Другое следствие отжига на воздухе, видимое на измеренных дифрактограммах — это формирование нового рефлекса с углом Брэгга  $2\theta_{\rm B} \approx 32^{\circ}$  (рис. 8), который может быть отнесен к одной из модификаций Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

(рефлекс 020  $\delta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, или 220  $\delta^*$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, или -401  $\theta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> согласно PDF-2 картам 00-046-1131, 00-046-1215 и 01-086-1410 соответственно). Интенсивность рефлекса, формирующегося после отжига и относимого к Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, максимальна в образце МК и минимальна в СМК-2. Приблизительная оценка, проведенная путем моделирования соотношения интенсивности наблюдаемого рефлекса Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (в качестве примера взят один из возможных оксидов,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (PDF-2 карта 01-086-1410), тогда это рефлекс -401) и рефлекса 002 Al с помощью программы Powder Cell (версия 2.4) [14] дает весовое содержание ~ 5.8 wt% для образца МК после 200°C отжига и ~ 2.9 и 2.0 wt% в отожженных при 200°C образцах СМК-1 и СМК-2 соответственно.

До отжига рефлексы Al с одними и теми же индексами сдвигаются в сторону меньших углов Брэгга от образца CMK-1 к CMK-2 и MK (рис. 9 как пример), т.е., исходя из закона Брэгга, параметр *а* кубической элементарной ячейки Al материала образца CMK-1 больше, чем у образца CMK-2, и, в свою очередь, у образца CMK-2 больше, чем у MK. После отжига для всех образцов



Рис. 6. Карты Эйлера для АД1 СМК-1 состояний: до отжига (a), отжиг 200°С (b), отжиг 300°С (c), отжиг 350°С (d).

наблюдается сдвиг углов Брэгга рефлексов к большим значениям, т.е. параметр *a* Al материала во всех образцах уменьшается. Однако тенденция увеличения параметра *a* от образца CMK-1 к CMK-2 и далее к MK сохраняется, как можно судить по положению рефлексов (рис. 9). Количественные расчеты параметра *a* материала образцов Al подтверждают эти предварительные наблюдения (см. таблицу).

Согласно данным, представленным в таблице, в Аlкристаллитах образцов МК и СМК-2 ни до, ни после отжига микродеформаций не отмечено. Отжиг приводит к росту кристаллитов (см. таблицу) для всех структурных состояний. Микродеформация  $\varepsilon_s = 0.011\%$  обнаружена в образце СМК-1 до отжига. После отжига микродеформация исчезает ( $\varepsilon_s = 0$ ), средний размер Al-кристаллита уменьшается с 184 nm в до отжига до 170 nm после отжига.

Параметр а кубической элементарной ячейки материала образцов Al, средний размер D кристаллитов и микродеформация в них  $\varepsilon_s$  (температура во время измерений  $41 \pm 1^{\circ}$ C)

Образец	<i>a</i> , Å	D, nm	$\varepsilon_s, \%$
MC	$4.05131 {\pm} 0.00030$	131.1±8.4	0
SMC-1	$4.04933 \!\pm\! 0.00011$	$183.8\!\pm\!9.2$	$0.011 \!\pm\! 0.003$
SMC-2	$4.05035 {\pm} 0.00030$	$194.2 {\pm} 8.4$	0
MC (200°C)	$4.05035 {\pm} 0.00010$	$157 {\pm} 17$	0
SMC-1 (200°C)	$4.04917 {\pm} 0.00007$	$170 {\pm} 15$	0
SMC-2 $(200^{\circ}C)$	$4.04919 {\pm} 0.00040$	$216\!\pm\!10$	0

# 4. Обсуждение

Проанализируем изменения микротвердости, упругих и микропластических свойств при отжиге с учетом

структурных исследований. Для образца СМК-2 значение микротвердости при 20°С почти на 10% выше, чем для состояний МК и СМК-1. Это связано с особенностью деформации при низких температурах, которые способствуют формированию более мелкого размера зерна и существенному увеличению плотности дислокаций. Так, в [15] применение криотемпературы при одинаковых режимах пластической деформации привело к увеличению плотности дислокаций в 2.25 раза и повышению микротвердости H<sub>V</sub> до 4%. При отжиге до  $150^{\circ}$ С  $H_V$  практически не изменяется для всех образцов. Повышение температуры отжига для образца СМК-1 привело к росту микротвердости на 3.8% (данные для  $T = 200^{\circ}$ C). Известно, что для большинства УМЗ материалов отжиг приводит к релаксации внутренних напряжений, влияющих в том числе и на микротвердость.



**Рис. 7.** РД-картины образца МК до (a) и после (b) отжига на воздухе при 200°С. Показаны индексы Миллера *hkl* наблюдаемых РД-рефлексов Al. На (b) указан рефлекс, относимый к одной из модификаций Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Вставки на (a) и (b) показывают в увеличенном масштабе диапазон углов дифракции  $2\theta = 27-70^{\circ}$ .  $K_{\beta}$  — остатки от рефлексов, отвечающих  $K_{\beta}$ излучению. Температура во время измерений 41 ± 1°С.



**Рис. 8.** Часть РД-картин измеренных образцов в диапазоне углов дифракции  $2\theta$ , внутри которого после отжига на воздухе при 200°C формируется рефлекс, относимый к одной из модификаций Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Для удобства, РД-картины сдвинуты вдоль вертикальной оси. Температура во время измерений 41 ± 1°C.

Наиболее вероятной причиной аномального повышения микротвердости является увеличение плотности решеточных дислокаций [16]. Авторы [16] наблюдали аналогичный эффект для субмикро- и нанокристаллических состояний алюминиевых сплавов, где при температуре отжига 200°С для сплава Al-3% Mg и 300°С для сплава Al 1570 обнаружено повышение микротвердости. Отметим, что при  $T = 200^{\circ}$ С выявлено уменьшение параметра кубической элементарной ячейки образцов (см. таблицу), что косвенно может свидетельствовать об увеличении концентрации примесных атомов в объеме зерен при растворении частиц выделений на границах зерен [16]. Этой же причиной объясняется стабильность микротвердости для образца СМК-2. Очевидно, что отжиг при 350°C формирует крупнозернистое равновесное состояние (рис. 6) для всех образцов и значение Н<sub>V</sub> соответствует величине микротвердости для исходного состояния АД1 (состояние поставки), рис. 1.

Для проведения анализа изменения упругих и микропластических свойств в различных структурных состояниях удобно пользоваться данными рис. 4, на котором приведены зависимости модуля Юнга, декремента и напряжения микропластического течения от температуры отжига.



**Рис. 9.** Часть РД-картин измеренных образцов вблизи рефлекса Al с индексами Миллера hkl = 113. Для удобства, РД-картины сдвинуты вдоль вертикальной оси. Температура во время измерений  $41 \pm 1$  °C.

В [4] были рассмотрены причины, влияющие на заметное отличие модуля Юнга до отжигов. Так, было показано, что более высокое значение Е для СМК-1 обусловлено (преимущественно) влиянием высоких внутренних напряжений. В настоящей работе это подтверждается РД-исследованиями, согласно которым величина микродеформации  $\varepsilon_s$  только в этом образце отлична от нуля и составляет 0.011%, что должно приводить к росту внутренних напряжений. Для образца СМК-2 переход от температуры жидкого азота до 20°С (после прокатки) является фактически отжигом [17], и, следовательно, такой последеформационный нагрев до комнатной температуры можно рассматривать как "отжиг", который приводит к более равновесному состоянию и понижению уровня внутренних напряжений. Этим же объясняется более низкое значение модуля Е для МК алюминия, структурное состояние которого было получено последеформационным "отжигом", по сравнению с образцами СМК-1 и СМК-2.

После дополнительных отжигов, как следует из рис. 4, значения модуля Юнга каждого образца меняются мало. Для СМК-1 и МК наблюдается незначительное повышение при 300°С. РД-методом установлено формирование оксидов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на поверхности образцов после отжигов. Согласно данным [18], модуль упругости Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

составляет величину 365-393 GPa. Оценки показали, что наибольшая весовая доля  $Al_2O_3$  характерна для образца МК (~ 5.8 wt%), а значение модуля для этого образца остается наименьшим. Можно полагать, что появление слоя  $Al_2O_3$  после отжига образца МК, а тем более образцов СМК-1 и СМК-2, характеризующихся еще меньшей весовой долей  $Al_2O_3$ , не оказывает существенного влияния на величину модуля.

В отличие от модуля Юнга, величина декремента  $\delta$  меняется существенно. Различные значения декремента для состояний СМК-1, СМК-2 и МК до отжига обсуждались в [4]. Согласно данным таблицы, после отжига при 200°С наблюдается увеличение размеров кристаллитов (т. е. ОКР — области "идеального кристалла") для всех структурных состояний. По-видимому, количество подвижных дислокаций в кристаллитах становится меньше, что должно приводить к заметному уменьшению декремента.

При рассмотрении данных, представленных на рис. 2, *b* и 3, *b*, обращает на себя внимание, что характер поведения зависимостей декремента  $\delta(\varepsilon)$  и напряжения  $\sigma(\varepsilon_{\delta})$  после отжига при 300°С становится практически одинаковым для всех трех образцов алюминия. Идентичные зависимости являются следствием формирования одинакового структурного состояния благодаря собирательной рекристаллизации (что подтверждается проведенными структурными исследованиями методами электронной микроскопии — рис. 5 и 6).

Амплитудный гистерезис кривых  $\delta(\varepsilon)$  (рис. 2, b), вероятнее всего, связан с подвижностью (переориентацией) центров закрепления дислокаций в процессе измерения амплитудной зависимости. В качестве таких стопоров могут выступать как примеси, так и дисперсные частицы, присутствие которых выявлено при больших увеличениях в просвечивающем электронном микроскопе на образце МК алюминия. По данным энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, дисперсные частицы представляют собой оксиды алюминия и меди [19].

# 5. Заключение

Формирование ультрамелкозернистой структуры в техническом алюминии АД1 приводит к заметному изменению упругих и микропластических свойств. В данной работе выявлена достаточно высокая термическая стабильность зеренной структуры в состояниях СМК-1 и СМК-2 до температуры 200°С, а микротвердости и модуля упругости — до 300°С. Образующийся при отжиге на воздухе кристаллический  $Al_2O_3$  (до ~ 5.8 wt%) не оказывает заметного влияния на величину модуля Юнга *E* технического алюминия АД1. При увеличении размера A1 кристаллитов после отжига декремент  $\delta$  существенно понижается — по-видимому, за счет уменьшения количества подвижных дислокаций.

### Благодарности

Авторы выражают благодарность Ю.Р. Колобову за предоставленные образцы алюминия АД1. Структурные исследования выполнены с использованием оборудования и программного обеспечения Центра коллективного пользования "Материаловедение и диагностика в передовых технологиях" (ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

# Список литературы

- K. Edalati, A. Bachmaier, V.A. Beloshenko Y. Beygelzimer, V.D. Blank, W.J. Botta, K. Bryła, J. Čížek, S. Divinski, N.A. Enikeev, Y. Estrin, G. Faraji, R.B. Figueiredo, M. Fuji, T. Furuta, T. Grosdidier, J. Gubicza, A. Hohenwarter, Z. Horita, J. Huot, Y. Ikoma, M. Janeček, M. Kawasaki, P. Král, S. Kuramoto, T.G. Langdon, D.R. Leiva, V.I. Levitas, A. Mazilkin, M. Mito, H. Miyamoto, T. Nishizaki, R. Pippan, V.V. Popov, E.N. Popova, G. Purcek, O. Renk, Á. Révész, X. Sauvage, V. Sklenicka, W. Skrotzki, B.B. Straumal, S. Suwas, L.S. Toth, N. Tsuji, R.Z. Valiev, G. Wilde, M.J. Zehetbauer, X. Zhu. Mater. Res. Lett. 10, 4, 163 (2022) https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779
- [2] С.В. Добаткин. Технология легких сплавов 3, 5 (2011).
- [3] M. Eizadjou, H.D. Manesh, K. Janghorban. J. Alloys. Compound 474, 1–2, 406 (2009).
- [4] М.В. Нарыкова, Б.К. Кардашев, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, А.И. Лихачев, О.В. Амосова. ФТТ 65, 8, 1383 (2023). [М.V. Narykova, В.К. Kardashev, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, A.I. Lihachev, O.V. Amosova. Phys. Solid State 65, 8, 1326 (2023).]
- [5] М.Б. Иванов, А.В. Пенкин, Ю.Р. Колобов, Е.В. Голосов, Д.А. Нечаенко, С.А. Божко. Деформация и разрушение материалов 9, 13 (2010).
- [6] Bruker AXS. Karlsruhe, Diffrac. Suite Eva Version 5.1.0.5; DIFFRAC.SUITE User Manual; Bruker AXS GmbH: Karlsruhe, Germany (2019).
- [7] International Centre for Diffraction Data (ICDD). Powder Diffraction File-2Release 2014. ICDD: Newton Square, PA, USA (2014).
- [8] C. Maunders, J. Etheridge, N. Wright, H.J. Whitfield. Acta Cryst. B 61, Part 2, 154 (2005).
- [9] B. Terlan, A.A. Levin, F. Börrnert, F. Simon, M. Oschatz, M. Schmidt, R. Cardoso-Gil, T. Lorenz, I.A. Baburin, J.-O. Joswig, A. Eychmüller. Chem. Mater. 27, 14, 5106 (2015).
- [10] A.A. Levin. Program SizeCr for calculation of the microstructure parameters from X-ray diffraction data, preprint (https://www.researchgate.net/profile/Alexander-Levin-6/ research) (accessed on 5 June 2022). https://doi.org/10.13140/RG.2.2.15922.89280
- [11] M.V. Narykova, A.A. Levin, N.D. Prasolov, A.I. Lihachev, B.K. Kardashev, A.G. Kadomtsev, A.G. Panfilov, R.V. Sokolov, P.N. Brunkov, M.M. Sultanov, V.N. Kuryanov, V.N. Tyshkevich. Crystals 12, 2, 166 (2022). https://doi.org/10.3390/cryst12020166

- [12] E.O. Hall. Proc. Phys. Soc. B 64, 9, 747 (1951).
- [13] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon. Mater. Proc. Technol. 117, 3, 288 (2001).
- [14] W. Kraus, G. Nolze. J. Appl. Cryst. 29, Part 3, 301 (1996). https://doi.org/10.1107/S0021889895014920
- [15] H. Xiong, Y. Zhou, P. Yang, C. Kong, H. Yu. Mater. Sci. Eng. A 853, 143764 (2022). https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143764

[16] Н.К. Ценев, В.Н. Перевезенцев, М.Ю. Щербань, А.Н. Це-

- нев. ЖТФ **80**, *6*, 68 (2010). [N.K. Tsenev, V.N. Perevezentsev, M.Yu. Shcherban', A.N. Tsenev. Tech. Phys. **55**, *6*, 822 (2010).]
- [17] П.А. Хаймович. Физика низких температур **44**, *5*, 463 (2018).
- [18] Springer handbook of condensed and materials data / Eds
  W. Martienssen, H. Warlimont. Berlin, Springer (2005).
  1119 p.
- [19] С.С. Манохин, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, О.В. Амосова, Ю.Р. Колобов, Д.В. Лазарев. ФТТ 65, *1*, 131 (2023). [S.S. Manohin, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, O.V. Amosova, Yu.R. Kolobov, D.V. Lazarev. Phys. Solid State 65, *1*, 126 (2023).]

Редактор Е.В. Толстякова