

06

## Механические свойства металломатричного композита системы Al–Mg, полученного деформацией кручением под высоким давлением

© Г.Ф. Корзникова,<sup>1</sup> Р.Х. Хисамов,<sup>1</sup> К.С. Назаров,<sup>1</sup> Г.Р. Халикова,<sup>1</sup> Р.У. Шаяхметов,<sup>1</sup> Р.Р. Кабиров,<sup>1</sup> Р.Р. Тимиряев,<sup>1</sup> Е.А. Корзникова,<sup>1,2</sup> Т.И. Назарова,<sup>1</sup> Р.Р. Мулюков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,  
450001 Уфа, Россия

<sup>2</sup> Уфимский университет науки и технологий,  
450076 Уфа, Россия  
e-mail: gfkorznikova@gmail.com

Поступило в Редакцию 14 июля 2023 г.

В окончательной редакции 5 июня 2024 г.

Принято к публикации 21 июня 2024 г.

Приведены результаты исследований эволюции структуры и механических свойств при растяжении Al–Mg-композитов, полученных методом кручения при повышенном до 8 GPa давлении и варьировании числа оборотов от 10 до 100. Показано, что максимальное число оборотов при деформировании обеспечивало однородную структуру и прочность на уровне высокопрочных алюминиевых сплавов.

**Ключевые слова:** ультрамелкозернистые материалы, прочность, микротвердость, твердый раствор, низкотемпературная термообработка.

DOI: 10.61011/JTF.2024.08.58563.180-23

### Введение

Легкие сплавы на основе алюминия и магния широко используются в качестве конструкционных материалов в аэрокосмической, автомобильной промышленности и электронике [1,2]. Потребность в этих материалах постоянно растет, и улучшение свойств сплавов на основе системы Al–Mg (магналий) [3], прежде всего механических, является актуальной задачей. Эти сплавы не относятся к термоупрочняемым, и поэтому основным подходом в повышении прочностных свойств является деформационное упрочнение. В последние годы многочисленные исследования показали, что интенсивная пластическая деформация (ИПД) методом кручения в условиях высокого квазигидростатического давления (КВД) существенно повышает прочностные характеристики большинства алюминиевых сплавов благодаря формированию в них нанокристаллической и ультрамелкозернистой структур [4]. Вместе с тем анализ механизмов упрочнения приводит к пониманию фундаментальных ограничений для известных сплавов. В то же время открываются возможности достижения еще более высоких прочностных характеристик магналий путем усовершенствования существующих и создания новых металломатричных композитов (ММК) системы Al–Mg с более высоким содержанием магния (более 13 mass.%), поскольку рост содержания этого легирующего элемента существенно повышает прочность материала [5]. Так, каждый процент магния в магналиях приводит к повышению значения предела прочности на 30 МПа [3]. Методы порошковой металлургии, используемые обычно для

механического легирования и получения композитных материалов, являются многоступенчатыми и приводят к неизбежному загрязнению компонентов и, в конечном счете, не обеспечивают высокие прочностные характеристики [6]. Существуют и другие методы изготовления ММК на основе алюминия, например, пропитка расплавом металла пористой заготовки из дисперсной фазы, литье композитов, в которых армирующий каркас формируется из эвтектики и частиц интерметаллидов [7], формование распылением, литье под давлением или с перемешиванием [8], накопительная прокатка [9], сварка взрывом [10], сварка трением с перемешиванием и др. Все эти методы предполагают, как правило, использование относительно небольших давлений и повышенных температур в течение длительного времени. Напротив, КВД основана на предельно большой пластической деформации в квазигидростатических условиях и характеризуется наибольшими сдвиговыми деформациями в материале без разрушения в течение небольшого промежутка времени, что позволяет получать нанокристаллическую и ультрамелкозернистую структуры даже в малопластичных материалах при комнатной температуре [11,12]. Значительное упрочнение в результате ИПД обеспечивается суммарным действием нескольких механизмов — зернограничного, дислокационного, твердорастворного и дисперсионного упрочнений [5].

Проведенные ранее исследования показали, что ММК, полученные методом КВД, обладают улучшенными механическими и физическими свойствами по сравнению с ММК, полученными традиционным способом, что делает их перспективными для дальнейших исследований

и разработок [10–12]. Такие ММК часто называют металлческими гибридами (metal hybrids), поскольку метод КВД позволяет соединять разнородные металлы при комнатной температуре с формированием гетерогенных по сечению структур, которые характеризуются не только градиентным распределением размера зерен — от более крупных в центре к ультрамелким на периферии, неоднородным распределением частиц вторичных фаз, но и гетерогенным распределением многих структурно-чувствительных свойств, например, микротвердости [13]. Этот метод применялся для изготовления металлматричных композитов на основе систем Al–Cu [13–16], Al–Ti [13,17,18], Al–Mg [13,19–21] и других различных систем, включая даже такие составы, как Al–Nb, который сложно получить путем сплавления из-за значительной разницы температур плавления [22]. Основным преимуществом обработки КВД является возможность получения композитов без загрязнения и остаточной пористости за один технологический прием при комнатной температуре. Введение в композиты упрочняющих частиц, например,  $Al_2O_3$ , улучшает комплекс механических свойств композитов по сравнению с алюминием, в частности, износостойкость [23]. В работе [24] описано изготовление ММК методом ИПД с использованием частиц SiC для упрочнения алюминиевой матрицы. Полученный материал показал повышенные твердость и модули упругости по сравнению с чистым алюминием. Введение в алюмоматричный композит наночастиц  $TiB_2$  позволяет не только улучшить термостабильность композита и предотвратить рост зерен при нагреве, но и достичь высоких удлинений в режиме сверхпластичности [25]. Есть сведения, что композиты с включениями графена и углеродных нанотрубок, изготовленные методом КВД, показывают повышенную прочность и пластичность по сравнению с алюминием [26,27]. В целом, эти исследования демонстрируют потенциал КВД как эффективного метода получения ММК с улучшенными механическими свойствами, а использование различных армирующих частиц и параметров обработки методами ИПД может привести к дальнейшему улучшению свойств ММК.

Вместе с тем в большинстве работ оценка механических свойств производилась по измерениям микротвердости, поскольку размер образцов композитов, получаемых методом КВД, небольшой. В настоящей работе, наряду с данными микротвердости, приводятся результаты механических испытаний на растяжение пропорциональных образцов, вырезанных из ММК, полученных методом КВД с разной степенью деформации.

Целью настоящей работы является изучение эволюции микроструктуры и механических свойств металлматричного композита системы Al–Mg при деформации методом КВД с использованием повышенного давления 8 ГПа и варьировании числа оборотов от  $n = 10$  до 100.

## 1. Материалы и методы исследования

Материалами исследования являлись алюминий (АД0) с размером зерен 10–30  $\mu m$  и магний (МА2-1) с размером зерен 10  $\mu m$ . Исходные заготовки алюминия и магния вырезали в виде дисков диаметром 12 mm и толщиной 1 и 0.3 mm соответственно. Дисковые заготовки подвергали предварительной шлифовке для удаления загрязнений и получения гладкой поверхности: заготовки алюминия шлифовали в проточной воде, магния — в этиловом спирте. Для получения образцов композита Al–Mg применяли интенсивную пластическую деформацию методом кручения под высоким давлением. В эксперименте использовали наковальни Бриджмена с углублениями в их центре величиной 0.25 mm и диаметром 12 mm. Исходные заготовки металлов укладывали в виде сэндвича в последовательности Al–Mg–Al. Деформацию кручением осуществляли при усилии пресса, равном 1200 kN, что соответствовало давлению не менее 8 ГПа. Давление в процессе кручения оставалось постоянным. Скорость оборотов наковален задавали равной 3 оборота в минуту, число оборотов  $n$  от 10 до 100. В процессе кручения до 100 оборотов образцы нагревались не выше 100°C [28]. В результате деформации были получены дисковые образцы композитов диаметром 12 mm, толщиной около 0.6–0.7 mm. Отжиг проводили при температуре 275°C в течение получаса. Образцы помещали в предварительно нагретую печь, после окончания времени отжига их вынимали из печи, и они охлаждались на воздухе. Температура и время отжига были выбраны из анализа данных дифференциальной сканирующей калориметрии таким образом, чтобы обеспечить протекание первичной рекристаллизации и предотвратить выделение интерметаллидных фаз, поскольку такие фазы вызывают охрупчивание композита, что было выявлено нами ранее [21].

Исследования микроструктуры, химического и фазового составов, измерение микротвердости проводили на поперечном срезе образцов композитов. Для этого дисковые образцы (после деформации) разрезали вдоль диаметра на две части. Микроструктуру и фазовый состав исследовали с помощью растрового электронного микроскопа Tescan Mira 3LHM, оснащенного EDX-детектором, и рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV с  $Cu-K_{\alpha}$ -излучением. Оценка фазового состава проводили методом Ритвелда с использованием программного пакета MAUD. Микротвердость измеряли методом Виккерса с помощью микротвердомера MHT-10 Paar Physica, совмещенным с оптическим микроскопом Carl Zeiss. Нагрузку задавали величиной равной 25 g (0.25 N). Время индентирования и выдержки алмазной пирамидки составляло 10 s. Обработку экспериментальных данных проводили при доверительной вероятности 95%. При этом относительная ошибка измерений не превышала 10%.

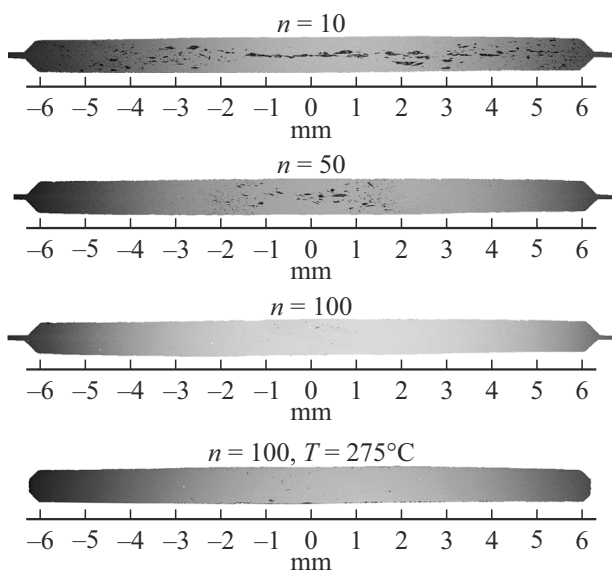
Для определения механических свойств композитов системы Al–Mg, полученных КВД, были проведены

статические испытания на растяжение. Для этого специально разработали геометрию образцов, приближенную к требованиям ГОСТ 1497-84. Плоские образцы в форме двусторонней лопатки с длиной рабочей части 3 мм, шириной 1 мм и толщиной 0.55 мм были вырезаны из дисковых образцов диаметром 12 мм на участке между центром и краем образца. Для закрепления таких тонких образцов изготовили специальные захваты, с помощью которых удалось выполнить испытания приближенно к требованиям ГОСТ 1497-84 и определить предел прочности ( $\sigma_b$ , [МПа]) и относительное удлинение ( $\delta$ , [%]) образцов композитов. Испытания проводили на электромеханической универсальной испытательной машине СМТ-3 (Liangong Testing Technology Co) при комнатной температуре со скоростью деформации  $5.5 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$  до разрушения образца. Для каждого структурного состояния было испытано по четыре образца. Относительная ошибка измерений не превышала 3%.

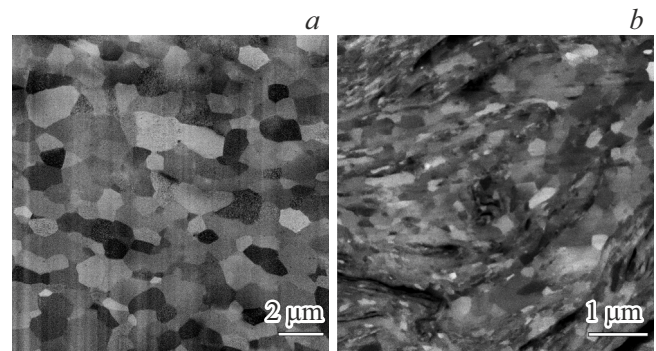
## 2. Результаты и их обсуждение

### 2.1. Эволюция микроструктуры композитов при кручении под высоким давлением

На рис. 1 приведены снимки поперечного сечения композитов, полученных при кручении трехслойных заготовок Al–Mg–Al на 10, 50 и 100 оборотов наковальни. Светлые участки на снимках растрового электронного микроскопа соответствуют фазе на основе Al, темные участки соответствуют более легкой фазе на основе Mg. Видно, что образцы всех полученных композитов не содержат пор и трещин. Исходная трехслойная струк-



**Рис. 1.** Снимки РЭМ (режим BSE) поперечного сечения образцов композитов системы Al–Mg, полученных КВД с различным числом оборотов:  $n = 10, 50$  и  $100$ , а также после отжига при  $275^\circ\text{C}$  композита Al–Mg, полученного с числом  $n = 100$ .



**Рис. 2.** Снимки РЭМ (режим BSE) поперечного сечения периферийной зоны композита системы Al–Mg, полученного КВД при  $n = 100$  оборотах до отжига (а) и после отжига при  $275^\circ\text{C}$  (b).

тура существенно трансформировалась — произошла фрагментация слоев и их перемешивание. В образце с меньшим числом оборотов ( $n = 10$ ) прослеживается двухфазная структура во всем объеме материала, причем фаза на основе Mg имеет вид слоистых фрагментов более крупных и расположенных плотно в середине центральной зоны дискового образца и мелких, распределенных более однородно на периферии. Такое перераспределение связано с тем, что при КВД деформация сдвига зависит от расстояния от центра и описывается формулой [12]

$$\gamma = \frac{2\pi n R}{h}, \quad (1)$$

где  $n$  — число оборотов наковальни,  $R$  и  $h$  — расстояние от центра и толщина образца соответственно. Это означает, что минимальная сдвиговая деформация происходит в центре диска, а максимальная — на его периферии. Такая зависимость обуславливает градиентное распределение структурных элементов в дисковом образце.

С увеличением числа оборотов ( $n = 50$ ), согласно вышеприведенной формуле, степень деформации растет во всем образце, но в большей степени — в периферийной зоне, где фрагменты слоев на основе Mg практически растворились полностью ( $n = 50$ , рис. 1). При максимальном числе оборотов ( $n = 100$ ) практически весь образец содержит только фазу на основе Al, наблюдается полностью однородная структура. Лишь в центральной части шириной около 1 мм наблюдаются немногочисленные раздробленные слои магния в алюминии (рис. 1). Исследования с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии указывают на то, что распределение Mg в матрице Al оказалось однородным и приближалось к 5 weight%. После отжига при  $275^\circ\text{C}$  в композите с максимальной степенью деформации ( $n = 100$ ) макроструктура практически не изменяется.

Снимки, полученные при большем увеличении на периферии композита ( $n = 100$ ), указывают на началь-

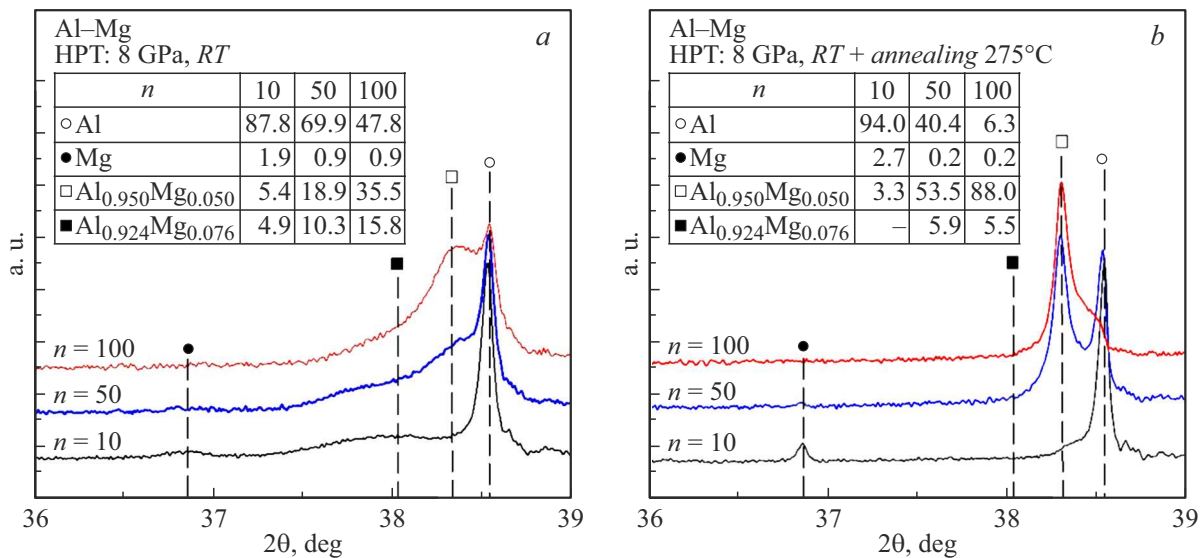


Рис. 3. Фрагменты дифрактограмм и фазовый состав композитов системы Al–Mg, полученных при  $n = 10, 50$  и  $100$  до отжига (а) и после отжига при  $275^\circ\text{C}$  (b).

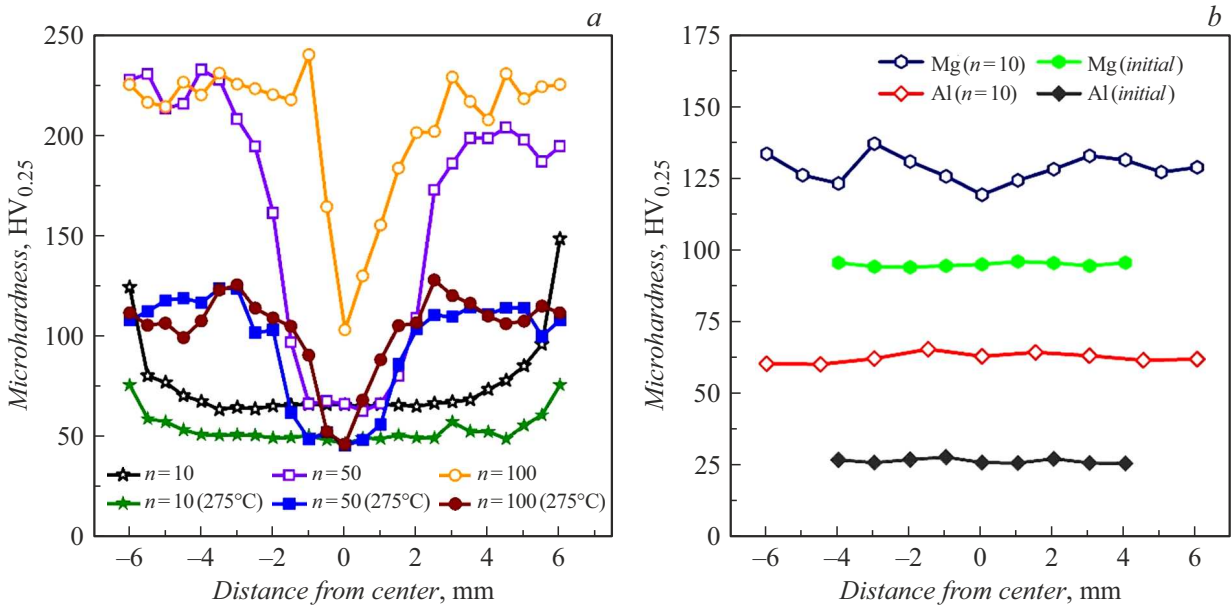
ную стадию динамической рекристаллизации — рекристаллизованные зерна, средний размер которых не превышает  $300\text{ nm}$ , занимают небольшой объем композита (рис. 2, а), образуя смешанную структуру. Хорошо различимые изгибы структурных элементов связаны с развитием ротационных мод деформации при сдвиге на границах соединения металлов с разными упругими и прочностными параметрами. Более подробно описание ротационных мод в многослойных структурах, возникающих при сдвиге под давлением, опубликовано в работах на композитах системы Al–Cu [29,30]. После отжига при  $275^\circ\text{C}$  следы ротационных мод исчезают, размер зерен увеличивается до  $2\text{ }\mu\text{m}$ , границы зерен становятся прямыми, что связано с прошедшей при отжиге статической рекристаллизацией в композите (рис. 2, б).

Микроструктурные наблюдения подтверждаются данными рентгеноструктурного анализа. На рис. 3, а приведены фрагменты дифрактограмм в интервале углов  $36\text{--}39^\circ$ , снятых с поперечного сечения композитов, полученных при  $n = 10, 50$  и  $100$ . На рис. 3, б приведены дифрактограммы тех же композитов, отожженных при  $275^\circ\text{C}$ . Хорошо видно, что в композитах (рис. 3, а) практически отсутствуют дифракционные максимумы, соответствующие чистому Mg, а максимумы, соответствующие Al, трансформировались в дублеты, и наряду с четкими отражениями от чистого алюминия Al(111) (рис. 3, а) слева от основных линий присутствуют размытые дифракционные максимумы. Эти отражения, по-видимому, связаны с формированием твердого раствора Mg в Al. Смещение дифракционных максимумов от твердого раствора в сторону меньших углов свидетельствует об увеличенном значении параметра решетки и соответствует известным данным [31,32]. Увеличение степени деформирования с увеличением числа оборотов

приводит к дальнейшей фрагментации включений Mg и их растворению в Al. Этот процесс сопровождается снижением интенсивности отражения от чистого алюминия Al(111) и увеличением интенсивностей дифракционных максимумов твердого раствора (рис. 3, а).

При взаимодействии двух металлов часто происходит образование интерметаллидных фаз [33,34]. Однако фазообразование зависит от области растворимости в бинарной системе, коэффициентов диффузии атомов, термодинамических параметров и времени протекания процесса. С точки зрения диффузии, когда две фазы граничат друг с другом, рост конкретной фазы зависит от коэффициента диффузии атомов внутри ее решетки и в соседних фазах. Скорость диффузии зависит, помимо прочего, от размера зерна, плотности вакансий и дислокаций. В условиях интенсивной сдвиговой деформации происходит генерация значительной плотности точечных и линейных дефектов, что существенно меняет кинетику диффузии компонентов. Кроме того, в системах с отрицательной энтальпией смешения каждый атом одного компонента окружается максимальным числом атомов другого компонента. В нашем случае совместная деформация Al и Mg в условиях квазигидростатического сжатия без внешнего нагрева приводит к диффузии Al в Mg и Mg в Al, за которой следует формирование твердого раствора переменного состава, охватывающего, с повышением степени деформации, все большие объемы материала. С этим связано снижение интенсивности отражений от чистого алюминия Al(111) и рост интенсивности размытого пика твердого раствора Al–Mg(111) с повышением степени деформации (рис. 3, а).

В результате последующего отжига на дифрактограммах композитов, полученных при повороте накопительной на  $50$  и  $100$  оборотов, наряду с отражени-



**Рис. 4.** Распределение микротвердости в Al–Mg-композите, полученном КВД с разным числом оборотов до отжига и после отжига при 275 °С в течение 30 min (a), распределение микротвердости в чистых Al и Mg в исходном крупнозернистом состоянии и после КВД ( $n = 10$ ) (b).

ем от чистого Al формируются четкий дифракционный максимум, соответствующий твердому раствору Al с 5% Mg ( $Al_{0.95}Mg_{0.05}$ ), и небольшой максимум, связанный с Al с 8% Mg ( $Al_{0.924}Mg_{0.076}$ ) (рис. 3, b). В образце  $n = 100$  после отжига содержание чистого Al оказалось около 6%, а доля твердого раствора превысила 90%. Ожидаемых заметных дифракционных максимумов от интерметаллидных фаз обнаружено не было. Здесь необходимо отметить, что в композите, полученном при использовании меньшего числа оборотов ( $n < 50$ ), как и в предыдущей нашей работе [21], где использовали меньшее давление и число оборотов ( $P = 5$  GPa,  $n = 10$ ), были обнаружены интерметаллидные фазы  $\beta-Al_3Mg_2$  и  $\gamma-Al_{12}Mg_{17}$ , расположенные преимущественно по межфазным границам Al/Mg. Аналогичные результаты были ранее представлены в работах М. Кавасаки [13,20] в Al–Mg-композите, полученном при давлении 6 GPa и 20 оборотах наковальни, где было показано формирование интерметаллидных фаз (преимущественно  $Al_{12}Mg_{17}$  и небольшой доли  $Al_3Mg_2$ ), а также формирование твердого раствора Al с 7% Mg после отжига при 300 °С.

Таким образом, при увеличении числа оборотов до  $n = 100$  и при использовании давления более 8 GPa удастся сформировать нанокристаллическую структуру, состоящую преимущественно из чистого алюминия и твердого раствора. После отжига практически весь композит является твердым раствором Mg в Al, и рентгеновские дифрактограммы не обнаруживают наличия включений интерметаллидных фаз.

## 2.2. Эволюция микротвердости композита при кручении под давлением

Для оценки упрочнения композита, а также наглядного выявления его макроскопической однородности были проведены измерения микротвердости (HV) композитов, полученных при разной степени деформации. На рис. 4, a приведено распределение микротвердости вдоль диаметра, измеренное в средней части поперечного сечения композитов до отжига и после отжига. Для сравнения на рис. 4, b приведены значения микротвердости для чистых Al и Mg в исходном крупнозернистом состоянии, а также подвергнутых КВД с  $n = 10$ .

Хорошо видно, что после небольшой деформации ( $n = 10$ ) HV-композита практически не отличается от HV-чистого алюминия. С увеличением степени деформации ( $n = 50, 100$ ) значения HV-композита увеличиваются почти в 3 раза, но в центральной зоне композитов значения микротвердости значительно ниже, причем с увеличением степени деформации диаметр этой зоны уменьшается, однако даже при  $n = 100$  достичь полностью однородного распределения микротвердости в композите не удастся, поскольку центральная зона, в соответствии с формулой (1), подвержена меньшей деформации. Здесь необходимо отметить, что при  $n = 10$  распределение микротвердости в чистых Al и Mg оказывается однородным, а значения HV — предельными [12]. Это согласуется с известными данными о связи микротвердости после КВД с величиной гомологической температуры  $T/T_{melt}$  (где  $T$  — температура деформирования,  $T_{melt}$  — температура плавления) для большого числа чистых металлов [35]. В процессе КВД

в металлах с  $T/T_{\text{melt}} > 0.4$  происходит разупрочнение, в металлах с  $T/T_{\text{melt}} < 0.25$  происходит значительное упрочнение без возврата [36]. Для Al и Mg значения  $T/T_{\text{melt}} = 0.32$ , и в процессе КВД в этих металлах происходит возврат, который снижает уровень внутренних напряжений и не позволяет материалу упрочняться выше определенных значений, но обеспечивает сравнительно однородное распределение HV [37]. Очевидно, высокая энергия дефектов упаковки в чистом Al облегчает поперечное скольжение дислокаций, что обеспечивает высокую скорость возврата и однородное распределение HV. В отличие от чистого Al в алюминиевых сплавах величина энергии дефектов упаковки ниже и процессы возврата происходят с меньшими скоростями. Поэтому в композитах, полученных при  $n = 50$  и  $100$ , где в результате значительной взаимодиффузии Al и Mg сформировался твердый раствор Al–Mg, возврата и релаксации внутренних напряжений не происходит с необходимой скоростью, и наблюдается значительный рост HV.

Здесь необходимо отметить, что полученные значения HV для композитов, полученных при высокой степени деформации ( $n = 50$  и  $100$ ) существенно превышают значения HV для чистых Al и Mg. Это не согласуется с эмпирическим правилом аддитивности для слоистых структур [38], согласно которому HV-композита определяется объемной долей и HV отдельных компонентов и не может превышать HV самой прочной компоненты. Все это указывает на разные механизмы упрочнения в композитах и чистых металлах.

В чистых металлах основной вклад в упрочнение, наряду с точечными и линейными дефектами решетки, вносят границы зерен [5] — механизм упрочнения Холла–Петча [39,40], согласно которому предел текучести обратно пропорционален размеру зерен. Этот вклад для чистых Al и Mg ограничен в силу относительно высокой гомологической температуры. На установившейся стадии деформации при КВД размер зерна и, следовательно, твердость остаются постоянными из-за баланса между накоплением дислокаций и измельчением зерна, с одной стороны, и аннигиляцией дислокаций, и разрушением границ зерен, с другой [37]. Такое равновесие достигается уже при небольшом числе оборотов, и после кручения на 3–4 оборота распределение HV по диаметру в чистом Al становится однородным [36].

В наноструктурированных алюминиевых сплавах, как и в чистом Al, основным является механизм упрочнения за счет размера зерен. Дополнительно действуют механизмы деформационного, твердорастворного упрочнения и упрочнения за счет дисперсных включений. Поэтому в композитах, полученных при высоких степенях сдвиговой деформации ( $n = 50$  и  $100$ ), где произошла взаимная диффузия компонентов и образовался твердый раствор, достигаются более высокие значения HV, причем вначале на периферии композита, где степень деформации максимальна, а затем с увеличением степени

Механические свойства на растяжение (предел прочности,  $\sigma_b$ , [МПа] и относительное удлинение,  $\delta$ , [%]) при комнатной температуре композитов системы Al–Mg, полученных КВД с разным числом оборотов ( $n$ ) до отжига и после отжига при  $275^\circ\text{C}$  в течение 30 min, а также чистых Al и Mg в исходном крупнозернистом состоянии и после КВД

Материал	Состояние	Количество оборотов ( $n$ ) при КВД	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , %
Al–Mg	КВД	10	189	3.3
		50	400	0.1
		100	604	0.5

Al–Mg	КВД+отжиг	10	121	1.8
		50	141	11.6
		100	360	12.7

Al	Исходное	–	66	57.0
Al	КВД	10	230	9.3

Mg	Исходное	–	183	10.1
Mg	КВД	10	237	0.2

деформации зона высокой твердости распространяется к центру образца.

Таким образом, использование в процессе КВД высокого давления ( $\sim 8$  GPa) и большого числа оборотов (до  $n = 100$ ) позволило получить композиты системы Al–Mg с однородной структурой практически во всем объеме дискового образца, за исключением центральной зоны диаметром не более 2 mm. В более ранних работах [41–43] при давлениях 5–6 GPa и при меньшем числе оборотов такой результат достигнут не был, и композиты системы Al–Mg имели неоднородную структуру с градиентным распределением как размера зерен, так и фазового состава.

### 2.3. Механические свойства композитов системы Al–Mg

В таблице приведены результаты механических испытаний на растяжение при комнатной температуре образцов композитов системы Al–Mg, полученных при  $n = 10, 50$  и  $100$  до и после отжига. Для сравнения в таблице также представлены результаты, полученные для образцов чистых Al и Mg в исходном крупнозернистом состоянии и после КВД с числом оборотов  $n = 10$ . Максимальным пределом прочности на растяжение ( $\sigma_b$ ) обладает композит Al–Mg, полученный с числом обо-

ротов  $n = 100$ , несколько меньше прочность композита с числом оборотов  $n = 50$ . Полученное после КВД значение  $\sigma_B$  около 600 МПа соответствует прочности высокопрочных алюминиевых сплавов в наноструктурированном состоянии [5] и существенно превышает прочность чистых Al и Mg (см. таблицу), а также прочность композитов Al–Mg, полученных ранее с использованием меньшего давления и степени деформации [21].

Известно, что повышение прочности деформационными методами обычно сопровождается падением удлинения при растяжении. Данное утверждение справедливо для композитов Al–Mg, полученных при  $n = 10$  и 50. Видно (см. таблицу), что увеличение числа оборотов с  $n = 10$  до 50 обеспечивает повышение прочности композита, но приводит к снижению удлинения с 3.3% до практически нулевого значения (0.1%). В случае же композита Al–Mg, полученного при  $n = 100$ , наблюдается не только дальнейшее повышение прочности композита, но и появление некоторого удлинения (0.5%) по сравнению с композитом Al–Mg, полученном при  $n = 50$ .

Считается, что наноструктурированные металлические материалы имеют высокие напряжения течения, но низкую скорость упрочнения из-за неспособности нанокристаллических или ультрамелкозернистых зерен накапливать подвижные дислокации, а более высокой пластичностью обладает микроструктура, обеспечивающая большее количество мест для скопления дислокаций [44]. Важную роль в динамике распределения дислокаций в процессе деформации могут играть также различные виды точечных дефектов, в больших количествах присутствующие в решетках металлов в процессе интенсивных деформационных воздействий [45–47].

Пластичность материала имеет значение прежде всего для прикладных задач — она важна как для операций формовки, так и для предотвращения усталостных разрушений при эксплуатации. Поэтому был проведен отжиг при 275°C, после которого размер зерен в композите Al–Mg с  $n = 100$  увеличился с 0.3 до 1  $\mu\text{m}$  (рис. 2, *b*), и оба композита Al–Mg ( $n = 50$  и 100) показали удлинение около 12%. Отметим, что композит Al–Mg, полученный при  $n = 100$ , также, как и в случае до отжига, обладает более высоким значением удлинения по сравнению с композитом Al–Mg, полученном при  $n = 50$ , 12.7% и 11.6% соответственно. Вместе с тем значение предела прочности отожженного композита Al–Mg с  $n = 100$  превышает значение предела прочности отожженного композита Al–Mg с  $n = 50$  на 5.6%.

Измерения микротвердости и прочности на растяжение на серии образцов композитов, полученных при числе оборотов от  $n = 10$  до 100 приведены на рис 5. Значения микротвердости на графике зависимости HV от числа оборотов наковальни получены из измерений на расстоянии 4 mm от центра дисковых образцов, что соответствует рабочей зоне пропорциональных образцов для растяжения, использованных для измерения  $\sigma_B$ . Из графиков на рис. 5 видна хорошая корреляция микротвердости и прочности на растяжение. Увеличение

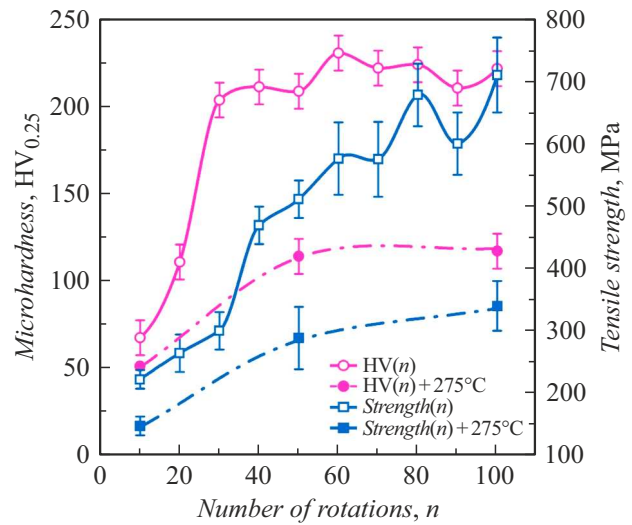


Рис. 5. Влияние числа оборотов  $n$  при КВД на микротвердость и предел прочности при растяжении Al–Mg-композитов.

числа оборотов до  $n = 40$  приводит к существенному росту как HV, так и  $\sigma_B$ . Дальнейшее повышение числа оборотов до  $n = 80$  дает лишь небольшой прирост прочностных характеристик. При  $n = 90$  и 100 изменения не наблюдаются, что свидетельствует о достижении критических напряжений и об установившейся стадии деформации, когда размер зерна и, следовательно, прочностные характеристики практически не меняются.

## Заключение

В работе на примере легких металломатричных композитов системы Al–Mg, полученных интенсивной пластической деформацией кручения на наковальнях Бриджмена, показано, что в случае применения высокого давления 8 GPa и числа оборотов от 50 до 100 удается получить высокопрочное состояние с пределом прочности около 700 МПа, обусловленное формированием в процессе интенсивной деформации смешанной частично рекристаллизованной структуры, состоящей преимущественно из чистого алюминия и твердого раствора Mg в Al. При деформации с числом оборотов 10 формируется гетерогенная структура, состоящая из отдельных прослоек Mg в матрице Al, предел прочности такого композита составляет около 200 МПа. Повышение микротвердости и прочности композитных образцов после деформирования связано действием нескольких механизмов упрочнения — зернограницным, твердорастворным и дисперсным упрочнением, обусловленным появлением дисперсных интерметаллидных фаз, причем первые два фактора играют основную роль в повышении микротвердости и прочности композитов Al–Mg, полученных с большой степенью деформации при кручении от 50 до 100 оборотов.

Для получения структурного состояния с некоторой пластичностью необходима дополнительная низкотемпературная термообработка. В результате отжига при 275°C для образцов, деформированных с числом оборотов от 50 до 100, формируется однородная мелкозернистая структура твердого раствора без охрупчивающих интерметаллидных включений.

Таким образом, с учетом ранее проведенных экспериментов, можно заключить, что варьирование режимов деформирования путем подбора давления и числа оборотов и последующей термообработки позволяет получить широкий набор структурных состояний с различным уровнем механических свойств композита на основе Al и Mg. Значимым результатом является обнаруженный интервал степеней деформации, соответствующий кручению на 50–100 оборотов и обеспечивающий при заданном повышенном давлении 8 GPa формирование однородной структуры с высоким уровнем механических свойств, соответствующим высокопрочным алюминиевым сплавам, практически по всему объему (за исключением застойной зоны).

### Финансирование работы

Исследования структуры, физических и механических свойств выполнены в рамках государственного задания Института проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук. Образцы композитов были получены при выполнении проекта Российского научного фонда (проект № 18-12-00440). К.Е.А. благодарит за поддержку Министерство науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания Уфимского университета науки и технологий (№ 075-03-2023-119).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] A.A. Luo, A.K. Sachdev, D. Apelian. *J. Mater. Process. Technol.*, **306**, 117606 (2022). DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2022.117606
- [2] K. Lu. *Science*, **328** (5976), 319 (2010). DOI: 10.1126/science.118586
- [3] К.В. Фролов, И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, О.Е. Осинцев. *Машиностроение. Энциклопедия. В 40 т. Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы* (Машиностроение, М., 2001), т. 2–3.
- [4] A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov. *Nanostructured Materials*. In: *Handbook of NanoScience. Engineering and Technology* (CRC Press, Boca Raton, 2002), p. 22-1-22-41, DOI: 10.1201/9781420040623
- [5] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *Mater. Sci. Engineer.: A*, **560**, 1 (2013). DOI: 10.1016/j.msea.2012.09.020
- [6] S. Scudino, M. Sakaliyska, K.B. Surreddi, J. Eckert. *J. Alloys and Compounds*, **483** (1–2), 2 (2009). DOI: 10.1016/j.jallcom.2008.07.161
- [7] T.K. Akopyan, N.A. Belov, E.A. Naumova, N.V. Letyagin. *Mater. Lett.*, **245**, 110 (2019). DOI: 10.1016/j.matlet.2019.02.112
- [8] B. Bihari, A.K. Singh. *IJERA*, **7**, 42 (2017). DOI: 10.9790/9622-0701034248
- [9] V.Y. Mehr, M.R. Toroghinejad, A. Rezaeian. *Mater. Sci. Engineer.*, **601**, 40 (2014). DOI: 10.1016/j.msea.2014.02.023
- [10] D.M. Fronczek, R. Chulist, L. Litynska-Dobrzynska, G. Lopez, A. Wierzbicka-Miernik, N. Schell, Z. Szulc, J. Wojewoda-Budka. *Mater. Design*, **130**, 120 (2017). DOI: 10.1016/j.matdes.2017.05.051
- [11] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov. *Mater. Sci. Engineer.: A*, **168** (2), 141 (1993)
- [12] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. *Progr. Mater. Sci.*, **53** (6), 893 (2008). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2008.03.002
- [13] D. Hernández-Escobar, M. Kawasaki, C.J. Boehlert. *Intern. Mater. Rev.*, **67** (3), 1 (2022). DOI: 10.1080/09506608.2021.1922807
- [14] O. Keiichiro, K. Edalati, H.S. Kim, K. Hono, Z. Horita. *Acta Mater.*, **61** (9), 3482 (2013). DOI: 10.1016/j.actamat.2013.02.042
- [15] O. Bouaziz, H.S. Kim, Y. Estrin. *Adv. Engineer. Mater.*, **15** (5), 336 (2013). DOI: 10.1002/adem.201200261
- [16] R.R. Mulyukov, G.F. Korznikova, K.S. Nazarov, R.Kh. Khisamov, S.N. Sergeev, R.U. Shayakhmetov, G.R. Khalikova, E.A. Korznikova. *Acta Mechanica*, **232**, 1815 (2021). DOI: 10.1007/s00707-020-02858-6
- [17] Y. Sun, M. Aindow, R.J. Hebert, T.G. Langdon, E.J. Lavernia. *J. Mater. Sci.*, **52**, 12170 (2017). DOI: 10.1007/s10853-017-1331-z
- [18] A. Bartkowska, P. Bazarnik, Yi Huang, M. Lewandowska, T. Langdon. *Mater. Sci. Engineer.: A*, **799**, 140114 (2021). DOI: 10.1016/j.msea.2020.140114
- [19] M. Kawasaki, J.-K. Han, D.H. Lee, J. Jang, T.G. Langdon. *J. Mater. Res.*, **33**, 2700 (2018). DOI: 10.1557/jmr.2018.205
- [20] J.-K. Han, H.-J. Lee, J.-I. Jang, M. Kawasaki, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Engineer.: A*, **684**, 318 (2017). DOI: 10.1016/j.msea.2016.12.067
- [21] G.F. Korznikova, E.A. Korznikova, G.R. Khalikova, K.S. Nazarov, R.K. Khisamov, S.N. Sergeev, R.U. Shayakhmetov, R.R. Mulyukov. *Lett. Mater.*, **11** (4s), 533 (2021). DOI: 10.22226/2410-3535-2021-4-533-543
- [22] G. Korznikova, E. Korznikova, K. Nazarov, R. Shayakhmetov, R. Khisamov, G. Khalikova, S. Sergeev, R. Mulyukov. *Adv. Engineer. Mater.*, **23** (1), 2000757 (2021). DOI: 10.1002/adem.202000757
- [23] K. Edalati, M. Ashida, Z. Horita, T. Matsui, H. Kato. *Wear*, **310** (1–2), 83 (2014). DOI: 10.1016/j.wear.2013.12.022
- [24] Y. Xie, Y. Huang, F. Wang, X. Meng, J. Li, Z. Dong, J. Cao. *J. Alloys Compounds*, **823**, 153741 (2020). DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.153741
- [25] Q. Zhang, X. Ju, J. Liu, L. Wang, Y. Li, H. Wang, Z. Chen. *Mater. Characterization*, **182**, 111531 (2021). DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111531.
- [26] P. Lava Kumar, A. Lombardi, G. Byszynski, S.V.S. Narayana Murty, B.S. Murty, L. Bichler. *Progr. Mater. Sci.*, **128**, 100948 (2022). DOI: 10.1016/j.pmatsci.2022.100948.
- [27] V. Khanna, V. Kumar, S.A. Bansal. *Mater. Today: Proceed.*, **38** (1), 289 (2021). DOI: 10.1016/j.matpr.2020.07.221.



- [28] K.S. Nazarov, G.F. Korznikova, R.Kh. Khisamov, R.R. Timiryayev, E.A. Korznikova, G.R. Khalikova, R.U. Shayakhmetov, S.N. Sergeev, R.R. Kabirov, R.R. Mulyukov. *Lett. Mater.*, **12**(4), 360 (2022). DOI: 10.22226/2410-3535-2022-4-360-366
- [29] R. Kulagin, Y. Beygelzimer, Yu. Ivanisenko, A. Mazilkin, B. Straumal, H. Hahn. *Mater. Lett.*, **222**, 172 (2018). DOI: 10.1016/j.matlet.2018.03.200
- [30] G. Korznikova, R. Kabirov, K. Nazarov, R. Khisamov, R. Shayakhmetov, E. Korznikova, G. Khalikova, R. Mulyukov. *JOM*, **72**, 2898 (2020). DOI: 10.1007/s11837-020-04152-1
- [31] Л.Ф. Мондольфо. *Структура и свойства алюминиевых сплавов* (Металлургия, М., 1979).
- [32] Г.Ф. Ловшенко, Е.И. Марукович. *Литье и металлургия*, **2**(34), 156 (2005).
- [33] S. Sanamar, H.-G. Brokmeier, N. Schell. *J. Alloys Compounds*, **911**, 165114 (2022). DOI: 10.1016/j.jallcom.2022.165114
- [34] J. Tang, L. Chen, G. Zhao, C. Zhang, L. Sun. *J. Magnesium Alloys*, **8**(3), 654 (2020). DOI: 10.1016/j.jma.2020.02.016
- [35] D. Dietrich, D. Nickel, M. Krause, T. Lampke, M.P. Coleman, V. Randle. *J. Mater. Sci.*, **46**, 357 (2011). DOI: 10.1007/s10853-010-4841-5
- [36] M. Kawasaki. *J. Mater. Sci.*, **49**, 18 (2014). DOI: 10.1007/s10853-013-7687-9
- [37] K. Edalati, Z. Acta Mater., **59**(17), 6831 (2011). DOI: 10.1016/j.actamat.2011.07.046
- [38] X.L. Ma, C.X. Huang, W.Z. Xu, H. Zhou, X.L. Wu, Y.T. Zhu. *Scripta Mater.*, **103**, 57 (2015). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2015.03.006
- [39] E.O. Hall. *Proceed. Phys. Society. Section B*, **64**(9), 747 (1951). DOI: 10.1088/0370-1301/64/9/303
- [40] N.J. Petch. *J. Iron and Steel Institute*, **174**, 25 (1953).
- [41] W. Jiang, H. Zhou, Y. Cao, J. Nie, Y. Li, Y. Zhao, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Y. Zhu. *Adv. Engineer. Mater.*, **22**(1), 1900477 (2020). DOI: 10.1002/adem.201900477
- [42] R.Kh. Khisamov, R.U. Shayakhmetov, Y.M. Yumaguzin, A.A. Kistanov, G.F. Korznikova, E.A. Korznikova, K.S. Nazarov, G.R. Khalikova, R.R. Timiryayev, R.R. Mulyukov. *Appl. Sci.*, **13**(8), 5007 (2023). DOI: 10.3390/app13085007
- [43] G. Khalikova, G. Korznikova, K. Nazarov, R. Khisamov, S. Sergeev, R. Shayakhmetov, E. Korznikova, R. Mulyukov. *AIP Conf. Proceed.*, **2533**(1), 020001 (2022). DOI: 10.1063/5.0098871
- [44] Y.T. Zhu, X.L. Wu. *Mater. Today Nano*, **2**, 15 (2018). DOI: 10.1016/j.mtnano.2018.09.004
- [45] E.A. Korznikova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov, A.P. Zhilyayev, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Engineer.: A*, **556**, 437 (2012). DOI: 10.1016/j.msea.2012.07.010
- [46] E.A. Korznikova, I.A. Shepelev, A.P. Chetverikov, S.V. Dmitriev, S.Yu. Fomin, K. Zhou. *J. Experimental Theor. Phys.*, **127**, 1009 (2018). DOI: 10.1134/S1063776118120063
- [47] И.Д. Колесников, И.А. Шепелев. *Mater. Technol. Design*, **4**(1(7)), 5 (2022).