

05.1

## Влияние отжига и дополнительной деформации на механические свойства ультрамелкозернистого сплава Al–1.5Cu

© А.М. Мавлютов<sup>1</sup>, Т.С. Орлова<sup>2,3,¶</sup>, Э.Х. Яппарова<sup>1</sup><sup>1</sup> Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия<sup>3</sup> Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

¶ E-mail: orlova.t@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 3 июня 2020 г.

В окончательной редакции 3 июня 2020 г.

Принято к публикации 16 июня 2020 г.

Исследовались механические свойства ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава системы Al–1.5Cu (wt.%). УМЗ-структура сформирована путем обработки сплава методом интенсивной пластической деформации кручением. УМЗ-сплав демонстрирует высокие значения микротвердости (1690 МПа), предела текучести (515 МПа) и предельной прочности (655 МПа), но низкую пластичность (~ 3%). Кратковременный отжиг при 150°C и последующая небольшая интенсивная пластическая деформация кручением на 0.25 оборота при комнатной температуре привели лишь к небольшому снижению прочности сплава до значения 450 МПа, которое составляло ~ 70% от значения до отжига, но обеспечили высокую пластичность (~ 22%), что предполагает высокий потенциал практического применения исследуемого сплава. Предложенный подход может быть универсальным эффективным способом достижения сочетания высокой прочности и высокой пластичности для различных УМЗ-материалов.

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

DOI: 10.21883/PJTF.2020.18.49999.18407

Повышение прочности проводниковых алюминиевых сплавов при сохранении приемлемой пластичности является актуальной задачей современного физического материаловедения. Современным подходом, позволившим значительно увеличить прочность алюминиевых сплавов, явилось структурирование их методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1]. Многочисленные работы по применению методов ИПД для различных металлов и сплавов позволили получить высокие значения прочности благодаря формированию в них ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической структуры [1,2]. В последние годы широкий интерес представляют исследования эволюции микроструктуры и механических свойств металлов и сплавов, структурированных различными методами ИПД, в процессе их дополнительной термомеханической обработки. Например, в работах [3–6] было исследовано влияние кратковременного низкотемпературного отжига на механические свойства технически чистого алюминия (CP Al) [3,4], а также чистого Al [5] в УМЗ-состоянии и был выявлен новый, нехарактерный для традиционных крупнозернистых (КЗ) металлов эффект упрочнения отжигом (УО). Величина упрочнения варьировалась от 5 [5] до 50% [3] и зависела от параметров УМЗ-структуры, таких как плотность внутризеренных дислокаций [4], характер распределения границ зерен (ГЗ) по разориентировкам (доля большеугловых ГЗ), средний угол разориентировки ГЗ, степень равновесности большеугловых ГЗ [6] и др. Следует отметить, что в ряде УМЗ-структур алюми-

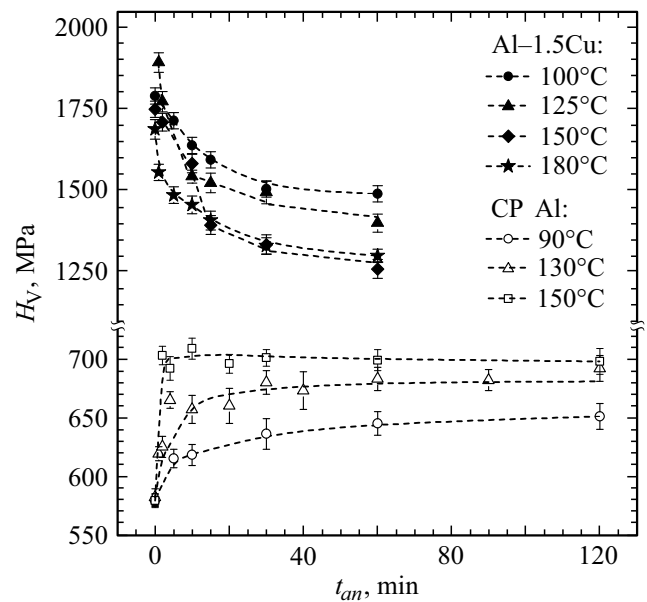
ния, где преобладали малоугловые ГЗ, эффект УО не наблюдался [7,8]. Эффект УО в УМЗ-Al был объяснен уменьшением источников подвижных внутризеренных дислокаций из-за их стока в близлежащие большеугловые границы зерен (БУГЗ) [4] или релаксацией неравновесных БУГЗ в результате перестройки их дислокационной структуры при отжиге [3,6]. Другой нетипичный для КЗ-состояния эффект, связанный с эффектом УО, — увеличение пластичности, сопровождаемое снижением прочности, — после дополнительной деформации также наблюдался для УМЗ-Al [3,6]. Увеличение пластичности после дополнительной небольшой деформации кручением объяснялось повышением неравновесности БУГЗ за счет введения в них новых внешних дислокаций [6]. Таким образом, было показано, что такая постдеформационная обработка является эффективным способом модификации механических свойств (прочности и пластичности) УМЗ-алюминия.

Известно, что чистые металлы не имеют широкого применения в промышленности, поэтому активно исследуется влияние интенсивной пластической деформации на прочностные свойства сплавов на основе Al, таких как Al–Mg [9], Al–Mg–Si [10,11] и в ряде случаев Al–Zr [12], Al–Cu [13–18] и др. В связи с этим важно понимать, проявляются ли упомянутые выше эффекты упрочнения отжигом и увеличения пластичности в результате дополнительной ИПД после отжига также и в сплавах в УМЗ-состоянии и каковы их особенности в легированных системах по сравнению с чистым Al.

В настоящей работе впервые исследовалось влияние кратковременного низкотемпературного отжига и последующей небольшой дополнительной деформации кручением на механические свойства УМЗ-сплава Al–1.5Cu (wt.%), УМЗ-структура которого была сформирована предварительной интенсивной пластической деформацией кручением (ИПДК) при комнатной температуре.

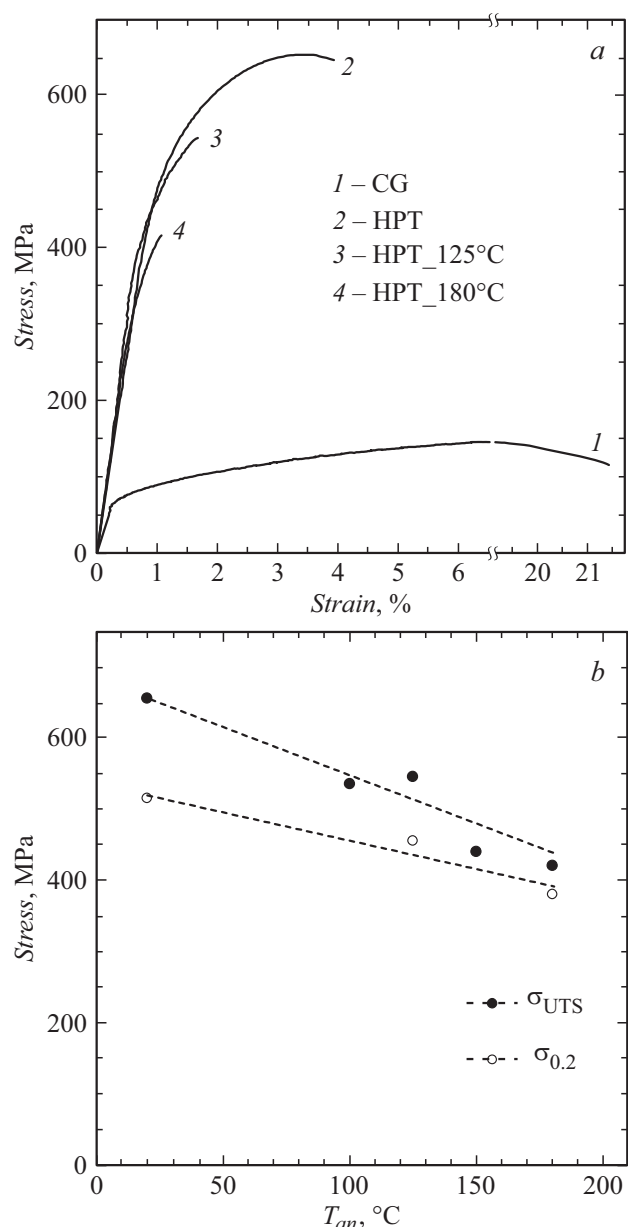
В работе исследовался сплав Al–1.5 wt.% Cu (~ 0.6 at.%). Предварительно материал был подвергнут гомогенизационному отжигу при 500°C в течение 4 h, который обеспечивает формирование крупнозернистой структуры (CG — coarse grained state, образцы Al–1.5Cu<sub>CG</sub>) [19]. Далее часть отожженных заготовок была подвергнута обработке ИПДК на прессе Walter Klement GmbH НРТ-07 под давлением 6 GPa на 10 оборотов при комнатной температуре [2]. В результате были получены диски диаметром 20 mm и толщиной ~ 1.0 mm. Величина истинной деформации на расстоянии от центра диска составила  $\varepsilon \approx 6.6$  [2]. Образцы после обработки ИПДК обозначены далее как Al–1.5Cu<sub>НРТ</sub> (НРТ — high pressure torsion). Часть образцов была подвергнута изотермическому отжигу при различных температурах  $T_{an} = 100, 125, 150$  и 180°C длительностью до 60 min (образцы обозначены соответственно как Al–1.5Cu<sub>НРТ\_100°C</sub>, Al–1.5Cu<sub>НРТ\_125°C</sub> и т.д.). Из полученных дисков были вырезаны образцы в виде двойных лопаток с рабочей частью размером 5 × 2 mm, при этом центр рабочей части располагался на расстоянии 5 mm от центра диска. Микротвердость образцов была измерена на микротвердомере Shimadzu HМV-G по методу Виккерса с нагрузкой 1 N и временем выдержки 10 s. Микротвердость каждого образца определялась на базе 10–12 измерений. Испытания образцов на одноосное растяжение были проведены на испытательной машине Shimadzu AG-XD Plus при комнатной температуре со скоростью  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , деформация образцов контролировалась видеозастензометром TRViewX 55S. Для каждого состояния было испытано не менее трех образцов для подтверждения повторяемости результатов. По полученным диаграммам напряжение–деформация были определены значения условного предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ), предела прочности ( $\sigma_{UTS}$ ), равномерного удлинения ( $\delta_1$ ) и удлинения до разрушения ( $\delta$ ).

На рис. 1 представлены зависимости микротвердости  $H_V$  образцов Al–1.5Cu<sub>НРТ</sub> от длительности отжига ( $t_{an}$ ) при различных температурах отжига. Как и ожидалось, обработка сплава методом ИПДК привела к значительному увеличению микротвердости от 622 до 1690 МПа, что в первую очередь связано с формированием ультрамелкозернистой структуры с типичным размером зерна ~ 500 nm [13] и повышением плотности дислокаций [1]. При отжиге образцов Al–1.5Cu<sub>НРТ</sub> микротвердость сначала понижается с увеличением продолжительности отжига и затем (начиная приблизительно с  $t_{an} \approx 0.5$  h) выходит практически на стационарный уровень. Скорость разупрочнения на первом этапе тем



**Рис. 1.** Зависимости микротвердости от длительности отжига образцов УМЗ-сплава Al–1.5Cu (настоящая работа) и ультрамелкозернистого технически чистого Al (CP Al) (данные работы [12]) при различных температурах.

выше, чем выше температура отжига. Значения  $H_V$ , достигнутые после отжига при разных температурах в течение 1 h, представлены в таблице. Поведение  $H_V(t_{an})$  при отжиге для сплава Al–1.5Cu<sub>НРТ</sub> принципиально отличается от подобных зависимостей для CP Al<sub>НРТ</sub> [12] (рис. 1). В работе [12] для технически чистого Al наблюдалась обратная зависимость: материал упрочнялся в результате отжига. Эффект упрочнения отжигом увеличивался при повышении температуры отжига и достигал своего максимального значения после отжига при 150°C (величина  $\sigma_{0.2}$  повышалась на 50%). На рис. 2, а представлены типичные диаграммы напряжение–деформация, полученные для образцов сплава Al–1.5Cu в исходном крупнозернистом состоянии, после обработки ИПДК и после обработки ИПДК с последующим дополнительным отжигом при различных невысоких температурах в течение 1 h. Как видно, обработка ИПДК приводит к существенному росту предела прочности от 160 до ~ 655 МПа, предела текучести от 76 до ~ 515 МПа, однако пластичность образцов снижается с 21 до ~ 3%. Последующие отжиги приводят к уменьшению прочности, однако ее уровень остается достаточно высоким и составляет 65–80% от величины прочности до отжига (рис. 2, б). Чем выше температура отжига, тем больше понижается прочность. Однако такие отжики приводят практически к охрупчиванию образцов, т.е. пластичность падает почти до нуля (см. таблицу). Таким образом, результаты испытаний на растяжение находятся в полном согласии с данными по изменению микротвердости при отжиге. Механические



**Рис. 2.** *a* — типичные диаграммы напряжение–деформация для образцов сплава Al–1.5Cu в исходном крупнозернистом состоянии (CG), после обработки ИПДК (состояние НРТ) и после последующих отжигов при температурах 125 и 180°C (состояния НРТ\_125°C и НРТ\_180°C соответственно); *b* — зависимости условного предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ) и предела прочности ( $\sigma_{UTS}$ ) УМЗ-сплава Al–1.5Cu от температуры отжига.

свойства образцов УМЗ-сплава Al–1.5Cu после отжигов при различных температурах приведены в таблице.

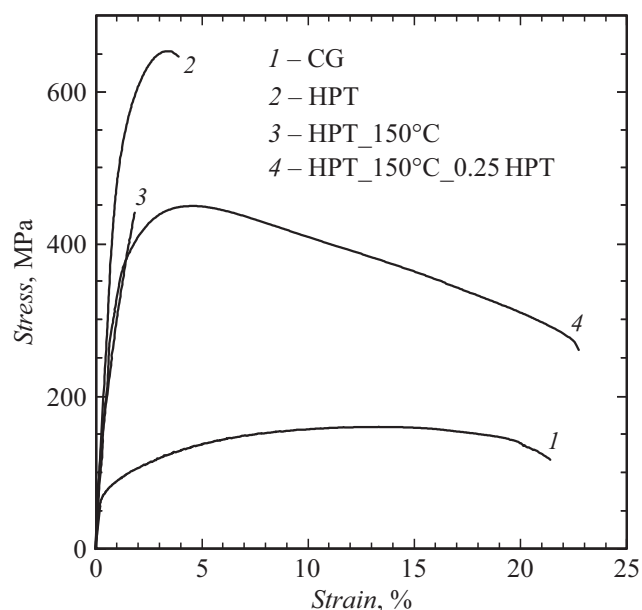
Таким образом, в отличие от ультрамелкозернистого СР Al в УМЗ-сплаве Al–1.5Cu упрочнения в результате низкотемпературного отжига не происходит. Подавление эффекта УО в слаболегированном УМЗ-сплаве Al–1.5Cu согласуется с объяснением эффекта УО в УМЗ-Al, основанным на релаксации неравновесных

ГЗ [6]. Согласно [6], пластическая деформация в УМЗ-Al, структурированном методом ИПДК, происходит за счет эмиссии дислокаций из ГЗ, их скольжения в теле зерна и захвата противоположными ГЗ. Обработка ИПДК приводит к формированию предпочтительно БУГЗ в неравновесном состоянии [1]. Неравновесные ГЗ содержат избыточные (внесенные) решеточные дислокации, которые могут образовывать скользящие вдоль границы скопления дислокаций (pile-ups), напряжения от которых, складываясь с внешним приложенным сдвиговым напряжением, способствуют испусканию дислокаций из границы [6]. При отжиге происходит релаксация неравновесных границ зерен за счет перестройки зернограничной дислокационной структуры, сопровождающейся аннигиляцией ряда дислокаций, что приводит к уменьшению количества дислокаций в зернограничных скоплениях. В результате требуется большее внешнее напряжение для испускания дислокаций из релаксированных ГЗ [6].

Многочисленные работы различных научных групп показали, что в сплавах на основе алюминия в процессе ИПД возможна сегрегация примесных атомов в ГЗ [10,13–16,20]. В частности, было показано, что в алюминиевом сплаве 6061 (система Al–Mg–Si) в процессе обработки ИПДК образуются зернограничные сегрегации атомов Cu, Mg, Si, которые были выявлены методом пространственной атомной томографии [10]. В работе [13] был исследован сплав Al–0.83 at.% Cu, подвергнутый обработке ИПДК, и было показано, что уже на ранних стадиях деформации (после 0.5 оборота) происходит распад твердого раствора и сегрегация Cu в границы зерен. Повышение концентрации Cu в ГЗ при увеличении степени деформации было продемонстрировано на примере сплава системы Al–Zn–Mg–Cu (с содержанием меди 2.5 wt.%), подвергнутого четырем и восьми проходам равноканального углового прессования при 200°C [20]. В процессе ИПД деформационно-индуцированный рост концентрации вакансий и плотности дислокаций приводит к ускорению процессов зернограничной сегрегации и преципитации [16], сегрегация Cu в ГЗ способствует снятию решеточных напряжений и снижению общей энергии системы [14], после ИПДК в сплаве устанавливается химическое равновесие, как это было показано, например, для Al–3 wt.% Cu [14]. Другими словами, сегрегация примесей в ГЗ является механизмом релаксации неравновесной структуры, возникающей в процессе ИПД. Таким образом, отсутствие эффекта упрочнения и снижение пластичности после отжига УМЗ-сплава Al–1.5Cu могут быть связаны с сегрегацией Cu в ГЗ уже в процессе обработки ИПДК, что приводит к релаксации ГЗ, поэтому постдеформационный отжиг не оказывает существенного вклада в релаксацию структуры и эффект упрочнения отжигом не проявляется в данной системе. Наблюдаемое понижение напряжения течения сплава Al–1.5Cu\_НРТ после отжига связано главным образом с понижением плотности

Механические свойства сплава Al–1.5Cu: средние значения микротвердости ( $H_V$ ), предела прочности ( $\sigma_{UTS}$ ), условного предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ), максимального удлинения до разрушения ( $\delta$ ) и максимального равномерного удлинения ( $\delta_1$ )

Состояние	$H_V$ , МПа	$\sigma_{UTS}$ , МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\delta_1$ , %
Al–1.5Cu_CG	622	160	76	21	13
Al–1.5Cu_HPT	1690	655	515	3	2
Al–1.5Cu_HPT_100°C	1490	535	–	–	–
Al–1.5Cu_HPT_125°C	1400	545	455	1	1
Al–1.5Cu_HPT_150°C	1259	440	–	–	–
Al–1.5Cu_HPT_180°C	1300	420	385	0.5	0.5
Al–1.5Cu_HPT_150°C_0.25HPT	–	450	345	22	4



**Рис. 3.** Типичные диаграммы напряжение–деформация для образцов сплава Al–1.5Cu в крупнозернистом состоянии (CG), после обработки ИПДК (состояние HPT), после последующего отжига при 150°C (состояние HPT\_150°C) и после отжига при 150°C и последующей дополнительной ИПДК на 0.25 оборота (состояние HPT\_150°C\_0.25HPT).

дислокаций и распадом твердого раствора, при котором Cu может образовывать вторичные фазы [19].

Небольшая дополнительная ИПДК сплава на  $n = 0.25$  оборота после отжига (состояние Al–1.5Cu\_HPT\_150°C\_0.25HPT) приводит к значительному увеличению пластичности до 22% (рис. 3). Величина пластичности достигает и даже превышает пластичность образца в КЗ-состоянии, при этом прочность сохраняется на высоком уровне ( $\sigma_{0.2} = 345$  МПа и  $\sigma_{UTS} = 450$  МПа) (см. таблицу). Как уже отмечалось выше, такое поведение — увеличение пластичности в результате обработки деформацией — абсолютно не типично для КЗ-металлов и сплавов. Согласно теоретической модели, разработанной для УМЗ-Al [4], увеличение пластичности после дополнительной небольшой деформации связано с

внесением решеточных дислокаций в релаксированную структуру ГЗ, что увеличивает количество дислокаций в зернограницных скоплениях и обеспечивает испускание большего количества дислокаций, а следовательно, и большую степень пластической деформации образца. В отличие от УМЗ-Al, в котором предел текучести после дополнительной ИПДК понижался, присутствие сегрегаций на ГЗ в УМЗ-сплаве Al–1.5Cu приводит к сохранению величины  $\sigma_{0.2}$  после дополнительной ИПДК.

Таким образом, в работе путем кратковременного низкотемпературного отжига и последующей небольшой дополнительной ИПДК-обработки впервые получено сочетание высокой прочности ( $\sigma_{UTS} = 450$  МПа) и высокой пластичности ( $\delta = 22\%$ ) для УМЗ-сплава системы Al–Cu, что предполагает высокий потенциал для его практического применения. Предложенный подход может быть универсальным эффективным способом увеличения пластичности различных УМЗ-материалов при сохранении высокого уровня прочности.

### Финансирование работы

А.М.М. благодарит Российский научный фонд (грант № 19-79-00114) за финансовую поддержку работы.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. // Prog. Mater. Sci. 2000. V. 45. P. 103–189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
- [2] Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // Prog. Mater. Sci. 2008. V. 53. P. 893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
- [3] Мавлютов А.М., Латынина Т.А., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З., Орлова Т.С. // ФТТ. 2017. Т. 59. В. 10. С. 1949–1955. <https://doi.org/10.21883/FTT.2017.10.44964.094>
- [4] Huang X., Hansen N., Tsuji N. // Science. 2006. V. 312. P. 249–251. <https://doi.org/10.1126/science.1124268>
- [5] Kamikawa N., Huang X., Tsuji N., Hansen N. // Acta Mater. 2009. V. 57. P. 4198–4208. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.05.017>

- [6] Orlova T.S., Skiba N.V., Mavlyutov A.M., Valiev R.Z., Murashkin M.Y., Gutkin M.Y. // *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2018. V. 57. P. 224–240. <https://doi.org/10.1515/rams-2018-0068>
- [7] Abdulstaar M.A., El-Danaf E.A., Wahyu N.S., Wagner L. // *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. V. 565. P. 351–358. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.046>
- [8] El-Danaf E.A., Soliman M.S., Almajid A.A., El-Rayes M.M. // *Mater. Sci. Eng. A.* 2007. V. 458. P. 226–234. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.12.077>
- [9] Sauvage X., Enikeev N., Valiev R., Nasedkina Y., Murashkin M. // *Acta Mater.* 2014. V. 72. P. 125–136. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033>
- [10] Nurislamova G., Sauvage X., Murashkin M., Islamgaliev R., Valiev R. // *Phil. Mag. Lett.* 2008. V. 88. P. 459–466. <https://doi.org/10.1080/09500830802186938>
- [11] Valiev R.Z., Murashkin M.Yu., Sabirov I. // *Scripta Mater.* 2014. V. 76. P. 13–16. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.12.002>
- [12] Latynina T.A., Mavlyutov A.M., Murashkin M.Yu., Valiev R.Z., Orlova T.S. // *Phil. Mag.* 2019. V. 99. P. 2424–2443. <https://doi.org/10.1080/14786435.2019.1631501>
- [13] Nasedkina Y., Sauvage X., Bobruk E.V., Murashkin M.Y., Valiev R.Z., Enikeev N.A. // *J. Alloy Compd.* 2017. V. 710. P. 736–747. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.312>
- [14] Jiang L., Li J.K., Cheng P.M., Liu G., Wang R.H., Chen B.A., Zhang J.Y., Sun J., Yang M.X., Yang G. // *Sci. Rep.* 2014. V. 4. P. 3605 (1–6). <https://doi.org/10.1038/srep03605>
- [15] Chen Y., Gao N., Sha G., Ringer S.P., Starink M.J. // *Acta Mater.* 2016. V. 109. P. 202–212. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.050>
- [16] Jia H., Björge R., Cao L., Song H., Marthinsen K., Li Y. // *Acta Mater.* 2018. V. 155. P. 199–213. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.05.075>
- [17] Hohenwarter A., Faller M., Rashkova B., Pippan R. // *Phil. Mag. Lett.* 2014. V. 94. P. 342–350. <https://doi.org/10.1080/09500839.2014.907508>
- [18] Shanmugasundaram T., Murty B.S., Sarma V.S. // *Scripta Mater.* 2006. V. 54. P. 2013–2017. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.03.012>
- [19] Mondolfo L.F. *Aluminum alloys: structure and properties.* Elsevier, 2013. 982 p.
- [20] Sha G., Yao L., Liao X., Ringer S.P., Duan Z.C., Langdon T.G. // *Ultramicroscopy.* 2011. V. 111. P. 500–505. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.11.013>