

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.017.15:669.017.16

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА Al–1.8Mn–1.6Cu СПЛАВА ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

© 2024 г. А. Н. Петрова^a *, В. В. Астафьев^a, А. О. Курышев^a

^aИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: petrova@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 24.04.2024 г.

После доработки 12.08.2024 г.

Принята к публикации 22.08.2024 г.

Исследована эволюция структуры Al–1.8% Mn–1.6Cu сплава в процессе деформации методом кручения под высоким давлением при комнатной и повышенной температурах. Установлена последовательность механизмов формирования ультрамелкозернистой структуры, обнаружена циклическость фазовых превращений — частичного растворения и выделения наноразмерных частиц. Установлено, что старение, которое происходит при накопленной деформации $e=6.9$, сдерживает процесс роста зерен в ходе деформации при повышенной температуре. Определено влияние структурно-фазовых превращений на прочность и пластичность сплава. В результате деформации временное сопротивление повышается в 3 раза, а условный предел текучести в 7 раз. Динамическая рекристаллизация приводит к снижению прочности и к существенному повышению пластичности сплава.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, динамическая рекристаллизация, распад, прочность

DOI: 10.31857/S0015323024120165, **EDN:** IHVBXH

ВВЕДЕНИЕ

Одним из главных недостатков алюминиевых сплавов, ограничивающих их широкое применение, является их низкая жаропрочность [1, 2]. Среди промышленных деформируемых сплавов наиболее высокой термостойкостью обладают сплавы на базе системы Al–Mn–Cu [3–5]. Сплавы системы Al–Mn–Cu, содержащие до 2 вес. % Cu и до 2 вес. % Mn, обладают значительным преимуществом деформационной обработки литьих слитков без использования предварительных дорогостоящих операций гомогенизации, которые обязательны для всех промышленных жаропрочных алюминиевых сплавов [6–9]. Данный эффект достигается за счет понижения содержания меди в сплаве, при этом основная ее часть (1.5 %) находится в алюминиевом твердом растворе. Формирующаяся литая структура приводит к улучшению механических характеристик сплава при последующей термомеханической обработке, в результате которой образуются наноразмерные частицы вторых фаз, обеспечивающие также повышение термической стабильности сплава [10, 11]. Таким образом, актуальной задачей стало исследование возможности ис-

пользования интенсивной пластической деформации для совершенствования структуры перспективного модельного Al–Mn–Cu-сплава АЛТЭК и улучшения его механических свойств.

В качестве метода интенсивной пластической деформации выбрано кручение под высоким давлением (КВД). Известно, что при интенсивной пластической деформации в металлических материалах может происходить растворение вторых фаз, формирование пересыщенного твердого раствора и ультрамелкозернистой структуры, в которой зерно измельчается вплоть до нанометрического масштаба, оказывающие значительное влияние на упрочнение материалов [12–17].

Целью данной работы было исследование структурно-фазовых превращений в сплаве Al–1.8Mn–1.6Cu при интенсивной пластической деформации методом кручения под высоким давлением и установление взаимосвязи структурных характеристик и механических свойств сплава.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Литой сплав Al–Mn–Cu–Zr–Cr (“АЛТЭК”) был приготовлен в электропечи сопротивления

в графитошамотном тигле. В качестве шихтовых материалов были использованы первичный алюминий A85 (ГОСТ 11069–2001), медь марки М1 (ГОСТ 859–2001) и лигатура AlMn10, AlZr10 и AlCr10 (ГОСТ Р 53777–2010). Заливку расплава производили при 900°C в графитовую изложницу диаметром 40 мм. Фактический химический состав экспериментального сплава был Al–1.53Cu–1.66Mn–0.38Zr–0.15Cr–0.15Fe (вес. %).

Образцы, вырезанные из слитка, в виде дисков диаметром 20 мм и толщиной 1 мм подвергали КВД при количестве оборотов наковальни $n=5, 10, 15$ при комнатной температуре (КТ) и при $n=10, 15$ при повышенной температуре 280°C. Накопленная деформация ϵ на середине радиуса образцов для обеих температур составила 5.7, 6.5 и 6.9 при 5, 10 и 15 оборотах соответственно.

Структурные исследования литого сплава проводили на сканирующем электронном микроскопе “Tescan MIRA LMS”, оборудованном системой энергодисперсионного анализа (ЭДС) “AZtecLive Advanced Ultim Max”.

Исследование микроструктуры сплава проводили методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Tescan G2 30 Twin при ускоряющем напряжении 300 кВ. Образцы для ПЭМ утоняли с помощью электро-полировки на установке TenuPol-5 в электролите, содержащем 20% азотной кислоты и 80% метанола, при напряжении 15–20 В и температуре –25°C.

Рентгеноструктурные исследования проведены на лабораторном дифрактометре “Bruker Advance-D8” в медном $K\alpha$ -излучении ($K\alpha_{\text{ср}}=0.15418$ нм) в интервале углов 18°–140° с шагом съемки 0.02° и временем экспозиции 2 с. Анализ полученных дифрактограмм проводили с помощью программ DIFFRAC.EVA 4.0 и DIFFRAC.TOPAS 5.0.

Исследование механических свойств литого и деформированного сплава проводили при основном растяжении плоских образцов [18] с рабочей длиной 5.7 мм, шириной 2.0 мм и толщиной 1 мм при скорости деформации $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4}$ с^{−1} и комнатной температуре. Не менее 3 образцов были испытаны для каждого состояния сплава.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Структура литого сплава подробно описана в работе [19]. Размер зерна в средней части слитка составляет 2.3 мм, также в структуре слитка наблюдаются вытянутые в радиальном направлении столбчатые зерна размером 4–6 мм. Согласно данным сканирующей электронной ми-

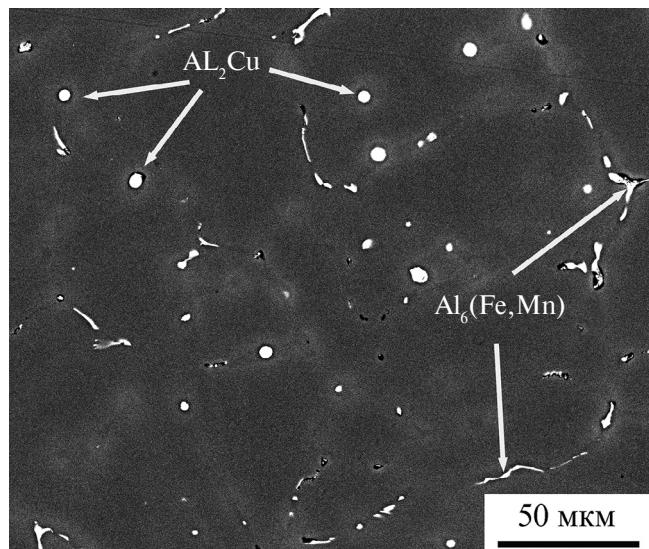


Рис. 1. Структура литого сплава.

кроскопии, энергодисперсионного анализа и рентгеноструктурного анализа, определены основные фазы — это алюминиевый твердый раствор и $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$ (рис. 1). В структуре также присутствует небольшое количество фазы Al_2Cu (рис. 1) и фаза $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ (рис. 2), характеризующаяся средним размером 1.2 мкм [19].

Согласно ПЭМ, при 5 оборотах наковальни в сплаве формируется ультрамелкозернистая структура с минимальным размером зерна 120 нм. На рис. 3а представлено светлопольное изображение структуры, полученное с помощью ПЭМ. Такой внутрзеренный контраст характерен для структуры с высоким уровнем внутренних напряжений, которая была сформирована в результате фрагментации исходных зерен.

Рис. 3б и в демонстрируют темнопольные изображения структуры сплава, полученные в рефлексе фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$.

Сравнивая дифрактограммы литого и деформированного при $n=5$ сплава (рис. 2), можно предположить, что в процессе КВД при накопленной деформации менее 5.7 в сплаве происходит деформационно-индуцированное растворение первичных частиц $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ и последующий распад алюминиевого твердого раствора с выделением наноразмерных (15–20 нм) частиц $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ (рис. 3б, в). В работе [19] была показана возможность частичного растворения фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ при меньших значениях накопленной деформации в процессе горячей радиально-сдвиговой прокатки.

При увеличении накопленной деформации и температуры происходит развитие процесса динамической рекристаллизации. О частич-

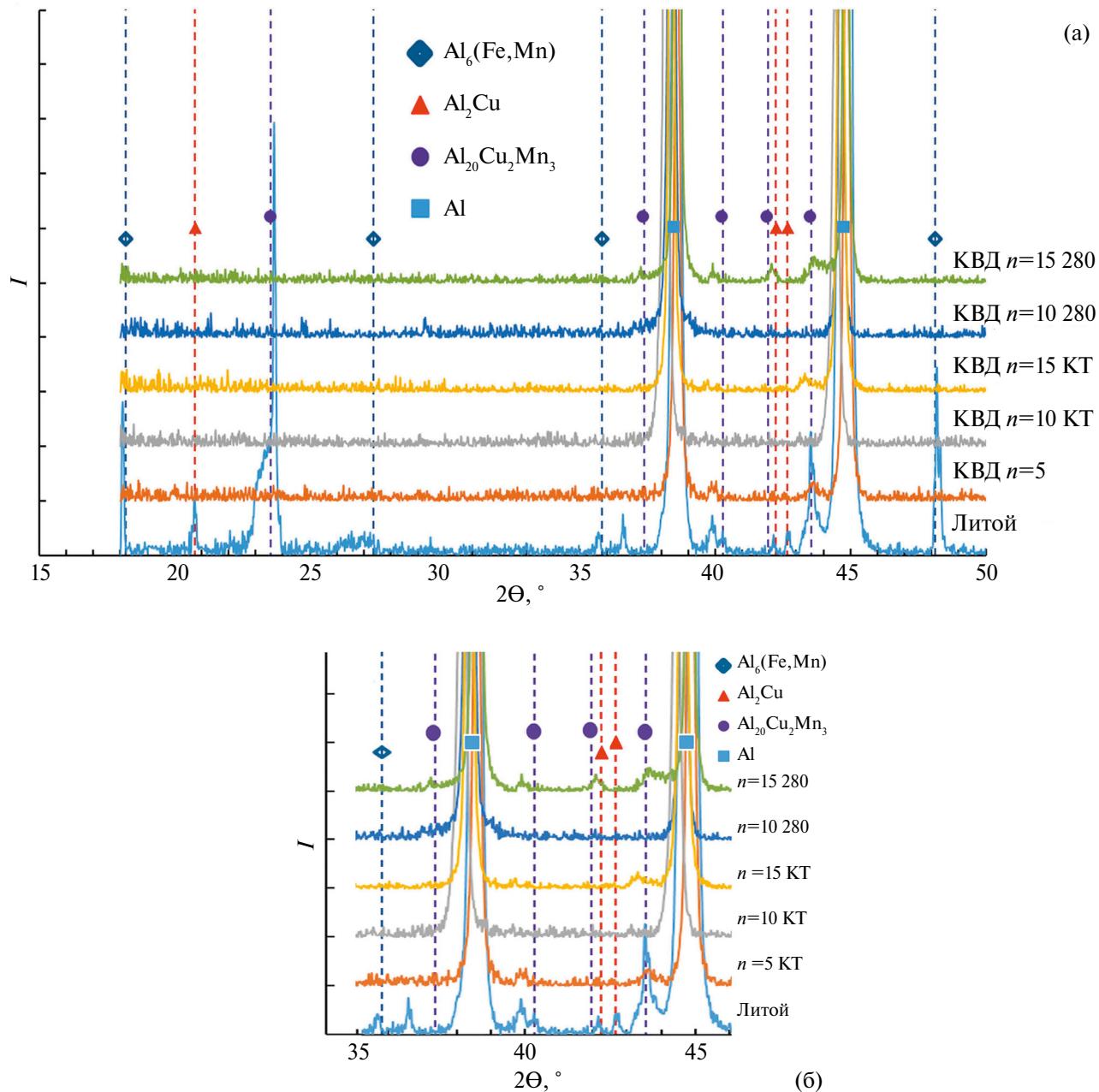


Рис. 2. Фрагменты дифрактограмм литого и деформированных сплавов АЛТЭК: б — увеличенный участок фрагмента дифрактограммы на рис. 2а.

ном прохождении динамической рекристаллизации можно судить по трансформации вида гистограмм распределения зерен по размерам (рис. 4а–в) и изменению среднего размера зерна (рис. 4г).

Самые крупные зерна величиной 700–1000 мкм наблюдаются в сплаве после КВД на 10 оборотов наковальни при температуре 280°C. Также на дифрактограммах сплава после 10 оборотов (рис. 2) независимо от температуры деформации, кроме пиков, относящихся к алюминию,

не имеется дополнительных пиков от других фаз, что может свидетельствовать в пользу измельчения и частичного растворения как первичных фаз $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$ и Al_2Cu , так и вторичных фаз $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$, выделяющихся на более ранних стадиях деформации. Однако при $n=15$ вид дифрактограмм изменяется, на них в области углов $2\theta = 35^\circ - 45^\circ$ (рис. 2б) определяются дополнительные пики, принадлежащие фазе $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$. Структура сплава после 15 оборотов наковальни при 280°C, представленная на рис. 5, свидетельствует

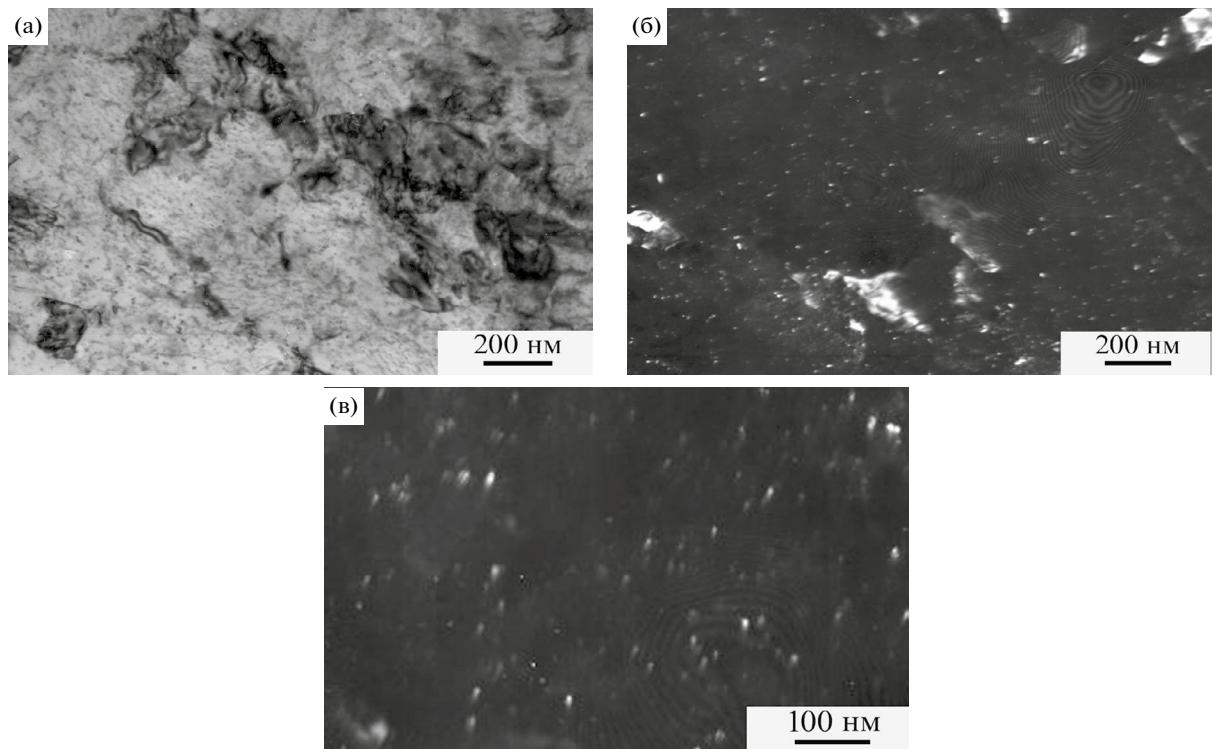


Рис. 3. Микроструктура сплава АЛТЭК после 5 оборотов наковальни при КВД (ПЭМ): а — светлопольное изображение; б, в — темнопольные изображения в рефлексе фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$.

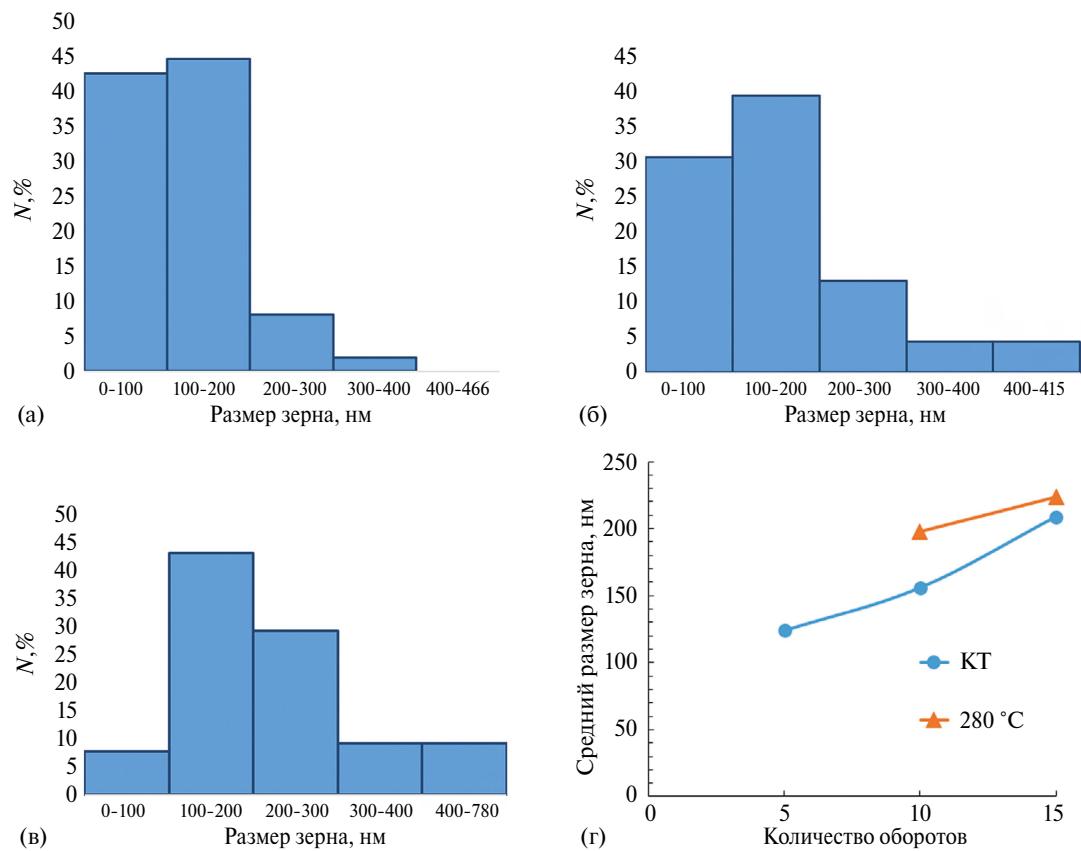


Рис. 4. Влияние числа оборотов наковальни и температуры деформации на размер зерен сплава АЛТЭК: а — распределение зерен по размерам в сплаве после 5 оборотов при КТ; б — после 10 оборотов при КТ; в — после 15 оборотов при 280°C; г — изменение среднего размера зерен.

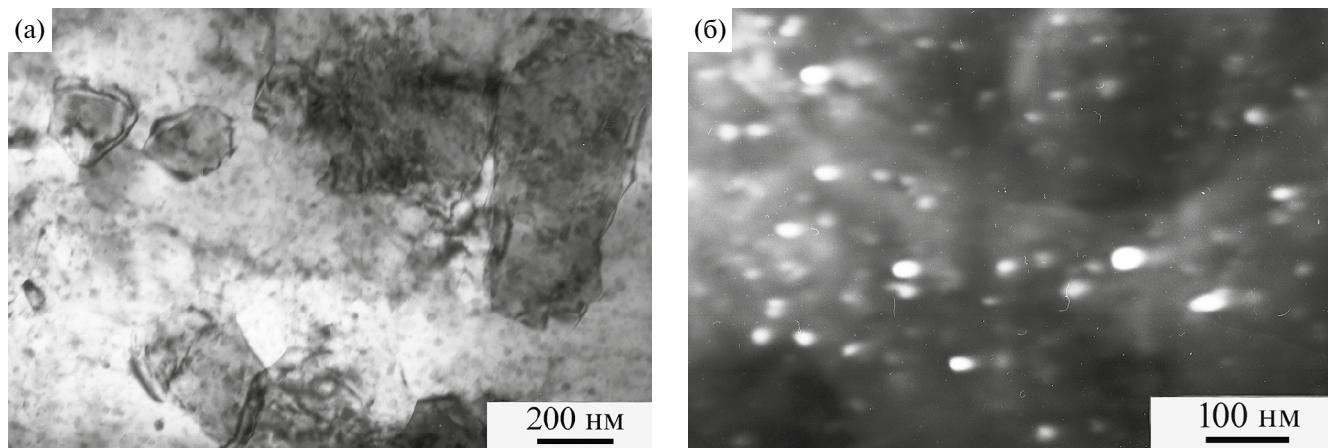


Рис. 5. Микроструктура сплава после 15 оборотов наковальни при КВД 280°C (ПЭМ): а — светлопольное изображение; б — темнопольное изображение в рефлексе фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$.

Таблица 1. Эволюция структуры сплава АЛТЭК при КВД

Состояние сплава	Размер зерна, мкм	Эволюция фазового состава	Механизмы деформации
Литое	2300–6000	Кристаллизационные Al_6FeMn Al_2Cu $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$	—
$n=5$ $e=5.7$ KT	0.12	Измельчение частиц фаз Al_6FeMn и Al_2Cu . Последовательное растворение первичной фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ и выделение из твердого раствора алюминия дисперсoidов вторичной фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$	Фрагментация исходных зерен
$n=10$ $e=6.5$ KT	0.15	Измельчение и частичное растворение фаз	Фрагментация и частичная динамическая рекристаллизация
$n=15$ $e=6.9$ KT	0.20	Выделение наноразмерной вторичной фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$	Динамическая рекристаллизация
$n=10$ $e=6.5$ 280°C	0.20	Измельчение и частичное растворение фаз	Динамическая рекристаллизация
$n=15$ $e=6.9$ 280°C	0.22	Выделение наноразмерной вторичной фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$	Динамическая рекристаллизация

о том, что в сплаве произошло старение с выделением наноразмерной фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$. При этом средний размер частиц составляет 45 нм.

Согласно рис. 4 при $n=15$ наблюдается наименьшее изменение среднего размера зерна при повышении температуры деформации (210 нм для KT и 220 нм для 280°C). Можно предположить, что старение, которое происходит при накопленной деформации $e=6.9$ сдерживает

процесс роста зерен при динамической рекристаллизации. Эволюция структуры сплава в процессе КВД представлена в табл. 1.

Структурно-фазовые превращения, описанные выше, влияют на прочностные свойства сплава и его пластичность (табл. 2).

В результате измельчения зерна при $n=10$ (KT), временное сопротивление повышается в 3 раза, а условный предел текучести в 8 раз. При

Таблица 2. Механические свойства сплава АЛТЭК

Состояние сплава	σ_b , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %
Литое	166	57	22
$n=10$, КТ	518	468	1
$n=10$, 280°C	460	383	15
$n=15$, КТ	561	467	1
$n=15$, 280°C	435	397	18

увеличении накопленной деформации ($n=15$) σ_b продолжает расти. Динамическая рекристаллизация при КВД на $n=15$ при 280°C приводит к снижению прочности на 22 %, с одной стороны, и к существенному повышению пластичности в деформированном состоянии до 18% — с другой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате исследований определена последовательность структурно-фазовых превращений в экспериментальном сплаве Al–1.53Cu–1.66Mn–0.38Zr–0.15Cr–0.15Fe (вес. %) при кручении под высоким давлением и их влияние на прочность и пластичность сплава. Установлено, что при накопленной деформации до $e=5.7$ фрагментация исходных зерен происходит на фоне последовательных частичного растворения и выделения из алюминиевого твердого раствора дисперсных частиц фазы $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$. Увеличение накопленной деформации до $e=6.5$ при комнатной температуре приводит к развитию второго механизма формирования ультрамелкозернистой структуры — динамической рекристаллизации, которая сохраняется и при больших степенях деформации. При горячей деформации динамическая рекристаллизация является основным механизмом формирования ультрамелкозернистой структуры сплава. При накопленной деформации $e=6.9$ обнаружен спад алюминиевого твердого раствора, выделение наноразмерных частиц сдерживает рост зерна. При $e=6.9$ (280°C) достигнут существенный рост прочностных свойств до $\sigma_b=435$ МПа, $\sigma_{0.2}=397$ МПа по сравнению с прочностными характеристиками литого сплава и наилучший показатель пластичности для деформированного состояния — $\delta=18\%$. Полученный уровень прочности соответствует прочности холоднокатанных листов коммерческого сплава AA2219 в состоянии T6 [8] и превышает прочность проволоки диаметром 1 мм из экспериментального сплава АЛТЭК после комплексной деформационной обработки, включающей радиально-сдвиговую прокатку, холодную прокатку, промежуточный отжиг и дополнительный цикл холодной прокатки [20].

Пластичность сплава после КВД существенно превышает пластичность проволоки и катанных листов из сплавов семейства АЛТЭК [8, 10, 20].

Работа выполнена в рамках проекта РНФ №22-23-00904.

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mondolfo L.F. Aluminum Alloys: Structure and Properties. London: Butterworths, 1976. 806 p.
2. Polmear I.J. Light Metals: From Traditional Alloys to Nanocrystals, fourth ed. Oxford: Elsevier, 2006. 421 p.
3. Lamb J., Rouxel B., Langan T., Dorin T. Novel Al–Cu–Mn–Zr–Sc compositions exhibiting increased mechanical performance after a high-temperature thermal exposure // J. Mater. Eng. Perform. 2020. V. 29. P. 5672–5684.
<https://doi.org/10.1007/s11665-020-05040-0>
4. Chen Zh., Pei Ch., Ma C. Microstructures and mechanical properties of Al–Cu–Mn alloy with La and Sm addition // Rare Metal. 2012. V. 31. P. 332–335.
<https://doi.org/10.1007/s12598-012-0515-6>
5. Tiryakioglu M., Shuey R.T. Quench sensitivity of 2219-T87 aluminum alloy plate // Mater. Sci. Eng. A. 2010. V. 527. P. 5033–5037.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.04.060>
6. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. Москва: Издательский Дом МИСиС, 2010. 511 с.
7. Белов Н.А. Обоснование состава и структуры деформируемых сплавов на базе системы Al–Cu–Mn (Zr), не требующих гомогенизации и закалки // Сборник трудов Международной научно-технической конференции “МАШТЕХ 2022. Инновационные технологии, оборудование и материалы заготовки в машиностроении. Москва. 2022. С. 10–13.
8. Belov N.A., Akopyan T.K., Shurkin P.K., Korotkova N.O. Comparative Analysis of Structure Evolution and Thermal Stability of Experimental AA2219 and Model Al–2wt.%Mn–2wt.%Cu Cold Rolled Alloys // JALCOM. 2021. V. 864. P. 158823.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.158823>
9. Belov N.A., Alabin A.N. Energy efficient technology for Al–Cu–Mn–Zr sheet alloys // Mater. Sci. Forum. 2013. V. 765. P. 13–17.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.765.13>

10. *Belov N.A., Alabin A.N., Matveeva I.A.* Optimization of phase composition of Al–Cu–Mn–Zr–Sc alloys for rolled products without requirement for solution treatment and quenching // *J. Alloys Compd.* 2014. V. 583. P. 206–213.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.202>
11. *Белов Н.А., Шуркин П.К., Короткова Н.О., Черкасов С.О.* Влияние термообработки на структуру и термостойкость холоднокатанных листов сплавов системы Al–Cu–Mn с разным соотношением меди и марганца // Цветные металлы. 2021. № 9. С. 80–86.
<https://doi.org/10.17580/tsm.2021.09.09>
12. *Estrin Y., Vinogradov A.* Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // *Acta Mater.* 2013. V. 61. P. 782–817.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038>
13. *Рогачев С.О., Наумова Е.А., Табачкова Н.Ю., Тен Д.В., Сундевеев Р.В., Задорожный М.Ю.* Влияние кручения под высоким давлением на структуру и механические свойства сплава Al–Ca–Cu // *ФММ.* 2023. Т. 124. № 6. С. 550–556.
<https://doi.org/10.31857/S0015323023600314>
14. *Страумал Б.Б., Заворотнев Ю.Д., Метлов Л.С., Страумал П.Б., Петренко А.Г., Томашевская Е.Ю.* Фазовые превращения, вызванные кручением под высоким давлением // *ФММ.* 2022. Т. 123. № 12. С. 1283–1288.
15. *Okeke U., Yilmazer H., Sato Sh., Boehlert C.J.* Strength enhancement of an aluminum alloy through high pressure torsion // *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. V. 760. P. 195–205.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.102>
16. *Садыков Д.И., Мурашкин М.Ю., Кириленко А.А., Левин А.А., Лихачев А.И., Орлова Т.С.* Аномальное изменение механических свойств ультрамелко-зернистых сплавов Al–Mg–Zr при низких температурах // *ФТТ.* 2024. Т. 66. № 6. С. 933–945.
<https://doi.org/10.61011/FTT.2024.06.58250.119>
17. *Chen Yu., Liu M., Ding L., Jia Zh., Jia Sh., Wang J., Murashkin M., Valiev R.Z., Roven H.J.* Atomic-scale inhomogeneous solute distribution in an ultrahigh strength nanocrystalline Al–8Mg aluminum alloy // *Mater. Characterization.* 2023. V. 198. P. 112706.
18. *Lomakin I.V., Arutyunyan A.R., Valiev R.R., Gadzhiev F.A., Murashkin M.Yu.* Design and Evaluation of an Experimental Technique for Mechanical and Fatigue Testing of Sub Sized Samples // *Exper. Techn.* 2018. V. 42. № 3. P. 261–270.
<https://doi.org/10.1007/s40799-017-0229-7>
19. *Petrova A.N., Rasposienko D.Y., Astafyev V.V., Yakovleva A.O.* Structure and strength of Al–Mn–Cu–Zr–Cr–Fe ALTEC alloy after radial-shear rolling // *Letters on Mater.* 2023. P. 177–182.
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-2-177-182>
20. *Belov N.A., Korotkova N.O., Akopyan T.K., Pesin A.M.* Phase composition and mechanical properties of Al–1.5%Cu–1.5%Mn–0.35%Zr(Fe,Si) wire alloy // *J. Alloys Comp.* 2019. V. 782. P. 735–746.

STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Al–1.8Mn–1.6Cu ALLOY SUBJECTED TO SEVERE PLASTIC DEFORMATION

A. N. Petrova^{1,*}, V. V. Astafiev¹, and A. O. Kuryshov¹

¹*Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia*

*e-mail: petrova@imp.uran.ru

The evolution of the structure and properties of an Al–1.8% Mn–1.6Cu alloy under deformation via high pressure torsion at room and elevated temperatures has been studied. The sequence of mechanisms of the formation of an ultrafine-grained structure has been established, and the cycling of the phase transformations, namely, the partial dissolution and precipitation of nanosized particles, has been observed. It has been found that aging, which occurs at the accumulated strain $e = 6.9$, suppresses the process of the grain growth under deformation at an elevated temperature. The effect of the structural-phase transformations on the strength and ductility of the alloy has been determined. As a result of deformation, the ultimate tensile strength increases by 3 times, and the yield strength increases by 7 times. Dynamic recrystallization results in a decrease in strength and in a considerable increase in the ductility of an alloy.

Keywords: severe plastic deformation, dynamic recrystallization, decomposition, strength