

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 669.715:621.77.016.2:620.18

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.04.008

МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В СПЛАВЕ Al-3 вес. % Cu В ПРОЦЕССЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ ПРИ ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Олег Шамилевич Ситдиков^{1†}, Ринат Рустемович Загитов², Елена Викторовна Автократова³, Михаил Вячеславович Маркушев⁴

^{1, 2, 3, 4} Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, 450001, Уфа, Россия

¹ sitdikov.oleg@imsp.ru[†], <https://orcid.org/0000-0001-7617-3926>

² zagitov-rinat@mail.ru

³ avtokratova@imsp.ru

⁴ mvmark@imsp.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6738-1018>

Аннотация. Исследовали изменение микроструктуры крупнозернистого бинарного сплава Al-3 вес. % Cu в процессе равноканального углового (РКУ) прессования при $T=150\text{ }^{\circ}\text{C} \approx 0,5T_{\text{пл}}$ (где $T_{\text{пл}}$ – температура плавления чистого алюминия). Перед началом деформации в сплаве были получены гомогенные выделения упрочняющей фазы $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ со средним размером около 16 нм. Как и в условиях низкотемпературной деформации, основной особенностью РКУ прессования данного сплава при $0,5T_{\text{пл}}$ было развитие на начальной стадии деформации ($\epsilon=1$) полосовых деформационных структур, приводящих к фрагментации исходных зерен. Однако, при дальнейшем РКУ прессовании такие дислокационные структуры трансформировались в характерную для горячей деформации смешанную (суб)зеренную структуру, что сопровождалось измельчением зерен. В результате при $\epsilon=8$ в сплаве формировалась бимодальная микроструктура с долей высокоугловых границ около 50 %, состоящая на 60 % из областей новых зерен размером около 1 мкм и нерекристаллизованных фрагментов исходных зерен, содержащих субзерна. Показано, что в отсутствие дисперсных алюминидов переходных металлов выделения основной упрочняющей фазы Θ оказывали существенное влияние на процессы накопления и релаксации энергии деформации. В результате эти выделения контролировали формирование дислокационной структуры, протекание динамического возврата и миграцию границ (суб)зерен, определяя характер и кинетику процессов формирования новой мелкозернистой структуры.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, равноканальное угловое (РКУ) прессование, вторые фазы, деформационные полосы, (суб)зеренная структура, измельчение зерен.

Благодарности: Работа выполнена по государственному заданию ИПСМ РАН (AAAA-A19-119021390107-8).

Для цитирования: Ситдиков О.Ш., Загитов Р.Р., Автократова Е.В., Маркушев М.В. Микроструктурные изменения в сплаве Al-3 вес. % Cu в процессе равноканального углового прессования при повышенной температуре // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 4. С. 491–500. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.04.008.

Original article

MICROSTRUCTURAL CHANGES IN THE Al-3 wt. % Cu ALLOY DURING EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING AT ELEVATED TEMPERATURE

Oleg Sh. Sitdikov^{1†}, Rinat R. Zagitov², Elena V. Avtokratova³, Michael V. Markushev⁴

^{1, 2, 3, 4} Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences, Khalturina Str., 39, Ufa, 450001, Russia

¹ sitdikov.oleg@imsp.ru[†], <https://orcid.org/0000-0001-7617-3926>

² zagitov-rinat@mail.ru

³ avtokratova@imsp.ru

⁴ mvmark@imsp.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6738-1018>

Abstract. The microstructure changes in a coarse-grained binary alloy Al-3 wt. % Cu during equal channel angular (ECA) pressing at $T=150\text{ }^{\circ}\text{C} \approx 0.5T_m$ (where T_m is the melting point of pure Al) were investigated. Prior to pressing, the alloy was heat treated to obtain precipitates of the main strengthening phase $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ with an average size of approximately 16 nm. As with low-temperature straining, the main feature of ECA pressing of this alloy at $0.5T_m$ was the development of banded deformation structures in the initial stage of deformation ($\epsilon=1$), leading to fragmentation of the original grains. However, during further ECA pressing, such dislocation structures were transformed into a mixed (sub)grain structure characteristic of hot deformation, accompanied by grain refinement. At $\epsilon=8$, a bimodal microstructure with about 50 % high-angle boundaries was formed in the alloy, consisting of 60 % new grain regions with a size of about $1\text{ }\mu\text{m}$ and unrecrystallized portions of the original grains with subgrains. It has been shown that, in the absence of transition metal dispersoids, the precipitates of the primary strengthening phase Θ significantly influenced the processes of deformation energy accumulation and relaxation. As a result, these precipitates controlled the formation of dislocation structures, the occurrence of dynamic recovery, and the migration of (sub)grain boundaries, determining the nature and kinetics of the process of forming a new fine-grained structure.

Keywords: aluminum alloy, high-temperature equal-channel angular (ECA) pressing, second phases, deformation bands, (sub)grain structure, grain refinement.

Acknowledgements: The work was accomplished according to the state assignment of IMSP RAS (AAAA-A19-119021390107-8).

For citation: Sitdikov, O. Sh., Zagitov, R. R., Avtokratova, E. V. & Markushev, M. V. (2023). Microstructural changes in the Al-3 wt. % Cu alloy during equal-channel angular pressing at elevated temperature. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(4), 491–500. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.04.008.

Введение

Металлы и сплавы с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой (размер зерна порядка и менее 1 мкм) имеют ряд преимуществ по сравнению со своими крупнозернистыми аналогами, демонстрируя, например, повышенные характеристики прочности при комнатной температуре и сверхпластичности при высокотемпературной обработке [1]. Ряд методов, позволяющих получить УМЗ структуру в массивных заготовках, основывается на так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД) [1-3]. Среди них наибольшее распространение получило равноканальное угловое (РКУ) прессование [3-5]. Его принцип заключается в том, что пластическая деформация осуществляется простым сдвигом в момент прохождения заготовки через деформационную зону (зону пересечения каналов равного поперечного сечения). В отличие от большинства деформационных способов при таком прессовании поперечное сечение заготовок практически не изменяется [4]. Это дает возможность проводить РКУ прессование многократно и, что немаловажно, использовать его в качестве одного из действенных методов исследования процессов структурообразования, протекающих в металлах и сплавах при больших деформациях [4, 5].

В настоящее время опубликовано значительное количество работ [6-17], показывающих, что РКУ прессование эффективно для из-

мельчения зерен в алюминиевых сплавах даже при высоких температурах ($T \geq 0,5T_{пл}$). Известно, что прерывистая динамическая рекристаллизация [18], которая обычно имеет место при высокотемпературной деформации материалов с низкой энергией дефектов упаковки, редко развивается в типичных представителях материалов с высокой энергией дефекта упаковки, таких как алюминий и его сплавы, и была отмечена при РКУ-прессовании только в отдельных работах [14, 17]. Напротив, в Al сплавах в указанных условиях преимущественно протекает непрерывная динамическая рекристаллизация. Она осуществляется в результате аккумуляции дислокаций в малоугловых границах, что приводит к увеличению их разориентировки и трансформации в высокоугловые границы (когда углы разориентировки достигают критического значения 15°) [18]. Как правило, образование новых мелких зерен по такому механизму наблюдалось при РКУ прессовании сплавов, комплексно легированных наряду с основными элементами (Cu, Mg, Zn) переходными металлами (Zr, Cr, Sc) с формированием как основных упрочняющих фаз, так и дисперсоидов [6-15]. Последние играли важную роль в измельчении зерен и формировании мелкозернистой структуры, поскольку были способны обеспечивать ее стабильность, сдерживая миграцию межкристаллитных границ, а также ог-

раничивая перераспределение решеточных дислокаций и их аннигиляцию. В результате при РКУ прессовании даже при предплавленных температурах становилось возможным накопление дислокаций, формирование субгранц высокой плотности и их трансформация в высокоугловые границы [6, 7, 9-11, 13, 15].

Однако результаты этих исследований, полученные для многофазных сплавов промышленных композиций, не позволяют в полной мере охарактеризовать особенности изменения структуры при высокотемпературном РКУ прессовании чистого алюминия [16, 19] и/или модельных (бинарных) алюминиевых сплавов [20], таких как Al-Cu, Al-Mg, не содержащих переходные металлы. В этих сплавах выделяются «эвтектические» вторичные фазы типа Θ (Al-Cu) или β (Al-Mg) фаз, которые также способны воздействовать на процессы трансформации микроструктуры [11, 14, 17, 20]. Однако, надо учесть, что в отличие от дисперсоидов, температура сольвуса этих выделений значительно ниже, вследствие чего они могут легко укрупняться и/или растворяться при высоких температурах. Это, несомненно, должно сказаться на структурном поведении сплавов, на термической стабильности формирующейся структуры. Таким образом, как изменения фазового состава таких материалов сами по себе, так и связанные с этим микроструктурные изменения в процессе РКУ прессования при повышенных температурах, представляют значительный интерес для построения целостной картины структурно-механического поведения алюминиевых сплавов в широком диапазоне температур и степеней деформации.

Цель данной работы – провести оценку изменений фазового состава сплава Al-3 вес. % Cu, вызванных предварительной термической обработкой и последующим РКУ прессованием при 150 °C (0,5T_{пл}), и проанализировать их влияние на формирующуюся микроструктуру.

Материал и методы исследования

Слитки сплава Al-3 вес. % Cu были отлиты в стальную изложницу и гомогенизированы на воздухе при температуре 520 °C в течение 4 часов, с последующим охлаждением в печи со скоростью около 1 °C/мин. Целью такой термообработки было устранить дендритную ликвацию и обеспечить предельное выделение фазы Θ (Al₂Cu) в алюминиевой матрице. Это было необходимо, чтобы максимально избежать

влияния выделений неравновесных вторичных фаз на изменение структуры в процессе последующей обработки.

РКУ прессование прутков диаметром 20 мм и длиной около 100 мм проводили на гидравлическом прессе со скоростью движения траверсы 6 мм/с в изотермических условиях при температуре 150 °C. Образцы деформировали по маршруту "А" (без поворота между проходами) до общей эквивалентной деформации $\epsilon=8$ с использованием матрицы с L-образным каналом с внутренним и внешним углами $\phi=90$ и $\psi=0^\circ$ соответственно. Эта конфигурация обеспечивала истинную эквивалентную деформацию около 1 за один проход. Для фиксации структурных изменений, образцы охлаждали в воде. Перед повторным прессованием образцы прогревали в нагретой оснастке не менее 45 мин (1 час перед первым проходом).

Микроструктуру сплава после РКУ прессования изучали в центре продольных сечений образцов с помощью оптического микроскопа Nikon L-150. Зеренную структуру выявляли травлением механически полированной поверхности в растворе Келлера. Параметры микроструктуры анализировали методом дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD анализ) с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMN и программного обеспечения HKL Channel-5 [21]. Минимальный шаг сканирования при напряжении 20 кВ составлял 0,1 мкм. Цветовой контраст на картах EBSD соответствовал различным кристаллографическим ориентировкам в стандартном треугольнике с вершинами 100 (красный), 110 (зеленый), 111 (синий). Мало- (2-5°), среднее- (5-15°) и высоко- (>15°) угловые границы маркировали белыми, темно-серыми и черными линиями соответственно. Межкристаллитные границы с разориентировкой <2° не учитывали. Тонкую структуру исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL 2000EX. Образцы для EBSD и ПЭМ анализа получали электролитической полировкой на устройстве TenuPol-5 в 30% растворе азотной кислоты в метаноле при температуре -28 °C. Размер зерен и субзерен определяли по данным EBSD анализа как эквивалентный диаметр кристаллитов [21, 22]. Размер выделений также оценивали по их эквивалентному диаметру на ПЭМ изображениях [23]. Для этого поперечные и продольные размеры не менее 600 частиц измеряли как диагонали эллипсов, вписанных в частицы.

Микротвердость по методу Виккерса (HV) измеряли с помощью полуавтоматического

прибора Metrotest ITV-1-M не менее, чем по 10 отпечаткам, полученным при нагрузке 0,5Н при комнатной температуре.

Результаты и их обсуждение

Структура сплава после гомогенизации состояла из близких к равноосным зерен размером от 200 до 400 мкм (рис.1а). Наряду с крупными избыточными фазами размерами до 3 мкм, которые представляли собой интерметаллиды на основе примесей Fe и Si, в структуре наблюдали вторичные фазы $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$, сформировавшиеся при медленном охлаждении слитка до комнатной температуры. При этом выделения фазы Θ зарождались как гетерогенно на избыточных фазах и границах зерен (рис.1б,в), так и гомогенно – внутри зерен (рис.1г). В результате после такой обработки

фиксируют неравномерное распределение фаз двух видов с размерами в диапазоне 0,01–3 мкм. Последующий нагрев и часовая выдержка сплава при температуре 150 °С, имитировавшая нагрев заготовок под РКУ прессование, приводили к более однородному по размерам и объему распределению гомогенно выделившихся фаз (рис.1д). При этом происходило дополнительное упрочнение сплава (рис.1е). Так как температура 150 °С была близка к режиму T1 для Al-Cu сплавов [24], можно заключить, что даже после охлаждения с печью нагрев перед РКУ прессованием приводил к искусственному старению сплава Al-3 вес. % Cu с дополнительным выделением дисперсных фаз Θ и снижением концентрации меди в твердом растворе (вплоть до наименьших значений $C_{\text{Cu}} \sim 0,1$ вес. %).

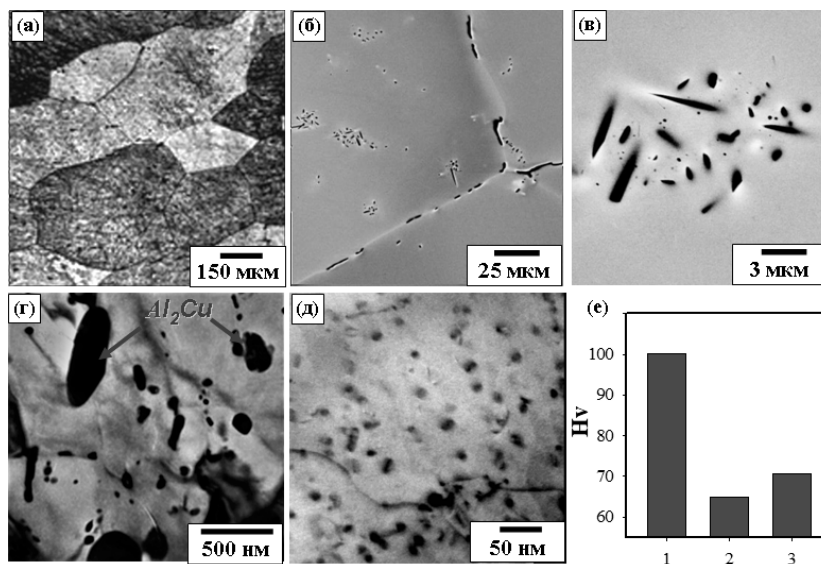


Рис.1. (а-е) Структура и твердость сплава Al-3 вес. % Cu после предварительной термообработки: (а-г) после гомогенизации и охлаждения с печью; (д) после дополнительного отжига при 150 °С, 1 ч: (а) ОМ; (б, в) СЭМ; (г, д) ПЭМ; (е) значения твердости сплава в различных состояниях: 1 – закалка с 520 °С в воду + естественное старение; 2 – охлаждение с печью с 520 °С (а-г); 3 – последующий отжиг при 150 °С, 1 ч (д)

Fig.1. (а-f) Structure and hardness of Al-3 wt. % Cu alloy after preliminary heat treatment: (а-d) after homogenization followed by furnace cooling; (е) after additional annealing at 150 °С during 1 h: (а) OM; (б, в) SEM; (г, д) TEM; (е) hardness values of the alloy in various states: 1 – quenching from 520 °С in water + natural aging; 2 – furnace cooling from 520 °С (а-d); 3 – subsequent annealing at 150 °С, 1 h (е)

Типичные карты EBSD и изображения тонкой структуры, сформированной при РКУ прессовании до различных степеней, представлены на рис.2 и рис.3-4 соответственно. Видно (рис.2), что при РКУ прессовании исходные зерна в сплаве вытягивались в соответствии со схемой простого сдвига. При этом, динамический возврат, вероятно, был подавлен на ранних стадиях деформации даже в условиях, ко-

гда он мог эффективно понизить накопленную энергию деформации [18]. В пользу этого свидетельствует тот факт, что при $\epsilon=1$ в исходных зернах преимущественно формировались дислокационные скопления, ведущие к развитию полосовых дислокационных структур, которые были характерны скорее для холодной, чем для горячей деформации [25-28] (рис.2а,б и 3).

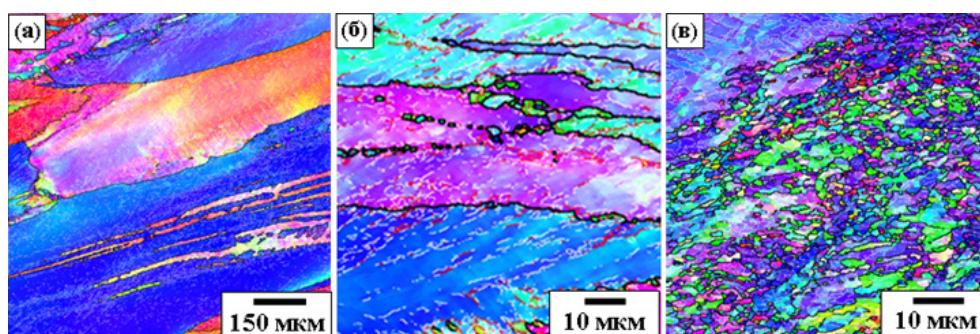


Рис.2. Структура сплава Al-3 вес. % Cu после РКУ прессования: (а, б) $e=1$; (в) $e=8$: EBSD анализ

Fig.2. Structure of the Al-3 wt. % Cu alloy after ECA pressing: (a, b) $e=1$; (c) $e=8$: EBSD analysis

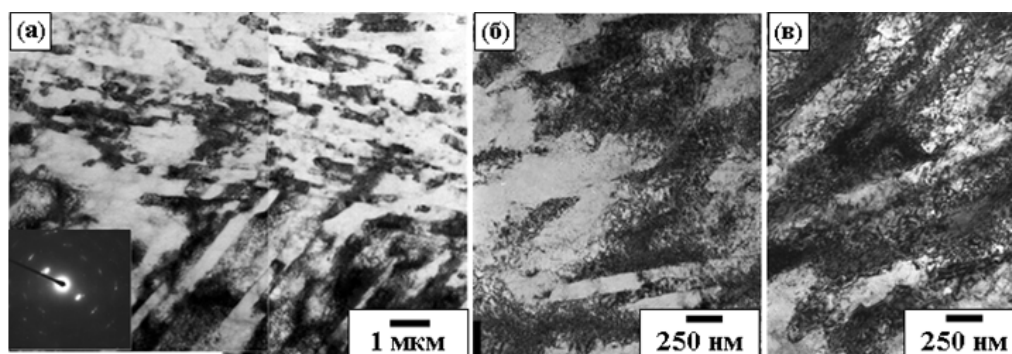


Рис.3. ПЭМ изображения структуры сплава Al-3 вес. % Cu после РКУ прессования до $e=1$ (а-в).
Здесь и далее электронограмма соответствует области диаметром 3 мкм

Fig.3. TEM images of the structure of the Al-3 wt. % Cu alloy after ECA pressing up to $e=1$ (a-c).
Hereafter, selected area diffraction patterns correspond to the areas with a diameter of 3 μm

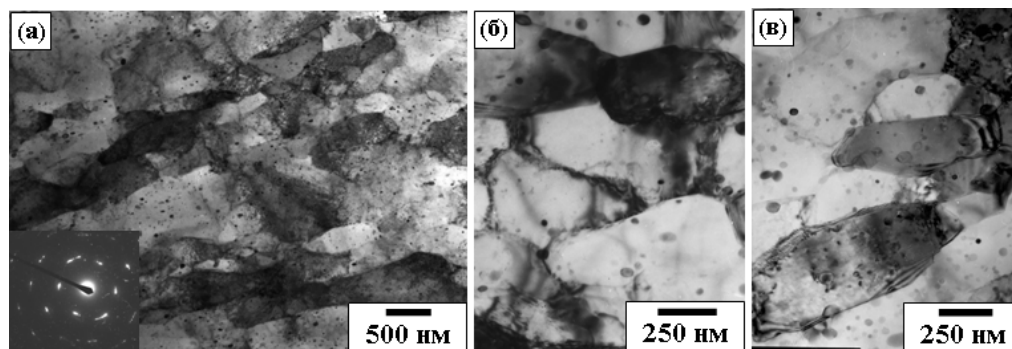


Рис.4. ПЭМ изображения структуры сплава Al-3 вес. % Cu после РКУ прессования до $e=8$ (а-в)

Fig.4. TEM images of the structure of the Al-3 wt. % Cu alloy after ECA pressing up to $e=8$ (a-c)

Как следует из цветового контраста на картах EBSD (рис.2а,б), фрагментация исходных зерен полосами деформации сопровождалась локальными разворотами кристаллической решетки и приводила к формированию границ со средне- и высокоугловой разориентировкой. При этом границы полос, выявляемые с помощью ПЭМ, были преимущественно неравновесными и диффузными дислокационными стенками (рис.3б-в). Согласно [11, 16, 17, 29],

формирование таких деформационных полос слабо зависит от температуры и контролируется совокупностью протекающих атермических механически-индуцированных процессов.

В ходе последующего РКУ прессования до $e=8$, указанные выше неравновесные деформационно-индуцированные границы, образованные объемными дислокационными скоплениями, трансформировались в сетки более равновесных и плоских межкристаллитных границ

(рис.2в и 4). Этот процесс был обусловлен динамическим возвратом, который в конечном итоге приводил к образованию новых кристаллитов – ультрамелких (суб)зерен (дисперсных структур, состоящих из субзерен и зерен) на месте деформационных полос [10, 11, 29]. А именно, при РКУ прессовании, проводимом до больших степеней деформации при повышенной температуре, возврат обеспечивал перестройку дислокаций в деформационно-индуцированных границах, что приводило к увеличению их разориентировки (рис.2в), а также к уменьшению плотности дислокаций внутри развивающихся (суб)зерен (рис.3б,в и 4б,в). В результате, микроструктура, сформировавшаяся после 8 проходов, характеризовалась долей высокоугловых границ около 50 %. Она состояла на ~60 % из областей новых зерен размером около 1,0 мкм. Другим компонентом такой структуры были деформированные фрагменты исходных зерен, содержащие субзерна. На основании приведенных данных можно сделать вывод, что формирование УМЗ структуры при РКУ прессовании сплава Al-3 вес. % Cu могло происходить на ранних стадиях за счет

механически индуцированного образования полос деформации с неравновесными границами, имеющими средний или высокий угол разориентировки. С ростом же степени деформации активизировался возврат структуры этих границ [11, 29]. Таким образом, формирование УМЗ структуры при теплом РКУ прессовании контролировалось как атермическими, так и термически активированными процессами [18].

Было сделано предположение, что одна из основных причин такого структурного поведения сплава могла быть связана со стабилизирующим эффектом от присутствующих в нем частиц вторых фаз (рис.1 и 5), объемная доля которых в соответствии с правилом рычага [24] превышала 5 % при 150 °С. ПЭМ анализ (рис.4 и 5а-в), показал, в свою очередь, что при всех степенях деформации имело место сильное взаимодействие выделений с дислокациями и (суб)границами. При этом вторые фазы препятствовали перераспределению дислокаций на дальние дистанции и их аннигиляции. Также они ограничивали миграцию субзеренных и зеренных границ, замедляя рост кристаллитов.

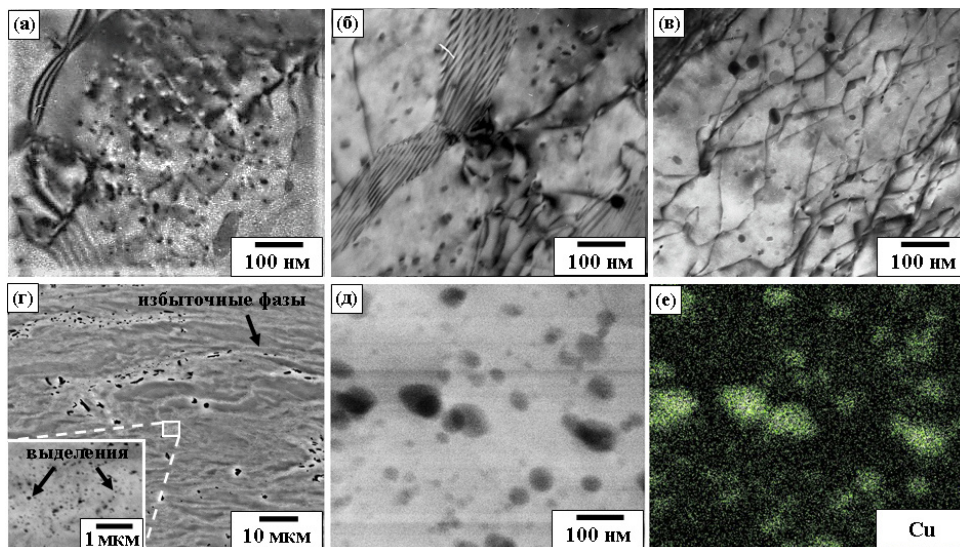


Рис.5. ПЭМ (а, б, в, д) и СЭМ (г) изображения и результаты энергодисперсионного анализа (е) структуры сплава Al-3 вес. % Cu после РКУ прессования до (а) $e=1$; (б) $e=2$; (в) $e=4$ и (г-е) $e=8$

Fig.5. TEM (a, b, c, e) and SEM (d) images and results of energy-dispersive X-ray analysis (f) of the structure of the Al-3 wt. % Cu alloy after ECA pressing up to (a) $e=1$; (b) $e=2$; (c) $e=4$ and (d-f) $e=8$

Следовательно, выделения Θ фазы в значительной степени были ответственны за накопление энергии деформации в процессе РКУ прессования, а также формирование и последующее преобразование дислокационной структуры, приводящие к измельчению зерен.

С другой стороны, сравнение данных, представленных на рис.1 и 5, показало, что

вторые фазы также изменялись при РКУ прессовании: крупные избыточные фазы измельчались и выстраивались в строчки вдоль направления прессования (рис.5г), как это было описано для функционально-градиентных материалов, подвергнутых РКУ прессованию по маршруту А [30]. А более мелкие однородно распределенные выделения Al_2Cu укрупнились

во время деформации (рис.5д,е) вследствие их коагуляции по механизму Оствальда [31].

Как показали результаты количественного анализа (рис.6), с увеличением степени деформации распределение таких частиц по размерам оставалось одномодальным. Однако по мере развития деформации пик на графике смещался и расширялся в сторону больших размеров за счет постепенного снижения его максимума (с 0,55 до 0,35), а также за счет уменьшения доли более мелких выделений вплоть до их практически полного исчезновения. Соответственно, средневзвешенный размер выделений (как и размер наиболее мелких фаз) увеличивался более чем в два раза (с 16 до 35 нм). Такое поведение сильно контрастировало с поведением упоминавшихся выше дисперсоидов – термически стабильных алюминидов переходных металлов таких как Zr, Sc, Mn и т.д., которые присутствуют в большинстве промышленных сплавов [6, 9, 10, 13, 14, 17, 18, 26].

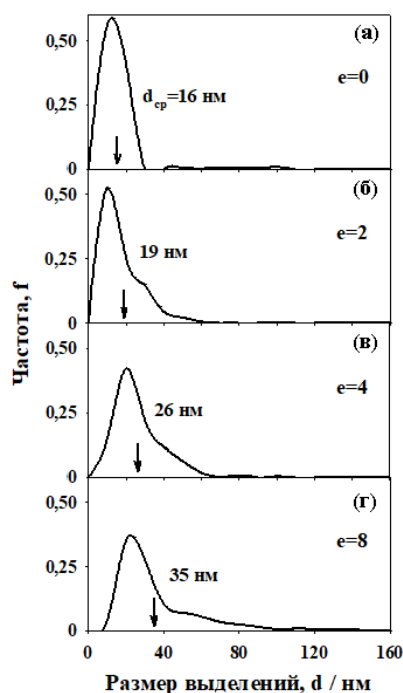


Рис.6. Распределение по размерам выделений до и после РКУ прессования: (а) нагрев перед РКУ прессованием – 150 °С, 1 ч, $e=0$; (б-г) $e=2, 4$ и 8 соответственно

Fig.6. Size distribution of precipitates before and after ECA pressing: (a) heating before ECA pressing – 150 °С, 1 h, $e=0$; (b-d) $e=2, 4$ and 8, respectively

Таким образом, наблюдаемое интенсивное укрупнение выделений Al_2Cu могло дополнительно способствовать облегчению перераспределения решеточных дислокаций на корот-

кие дистанции в границах деформационных полос. Это, в свою очередь, было одной из основных причин облегчения трансформации низкоэнергетических дислокационных структур, характерных для холодной деформации, в более равновесные (суб)зеренные структуры в ходе РКУ прессования. На основании полученных данных можно утверждать, что в алюминиевых сплавах не только дисперсоиды, но и основные упрочняющие фазы вносят существенный вклад в процессы накопления и релаксации энергии при деформации при повышенных температурах, такие как формирование дислокационных структур, динамический возврат и миграция границ (суб)зерен. Соответственно, эти фазы также контролируют формирование УМЗ структуры, определяя его кинетику.

Выводы

Исследованы изменения микроструктуры и фазового состава сплава Al-3 вес. % Cu, вызванные гомогенизирующим отжигом при температуре 520 °С в течение 4 часов, последующим охлаждением с печью, часовым отжигом при температуре 150 °С, имитирующим нагрев под РКУ прессование, и непосредственно РКУ прессованием при 150 °С. Температура РКУ прессования приблизительно соответствовала температуре перехода от холодной к горячей деформации алюминия ($\sim 0,5T_{пл}$).

1. Как и при холодной деформации, основной особенностью РКУ прессования данного сплава при повышенной температуре было развитие на начальной стадии деформации ($e=1$) полосовых деформационных структур, приводящих к фрагментации исходных зерен. При дальнейшей деформации такие дислокационные структуры постепенно трансформировались в смешанную (суб)зеренную структуру, характерную для горячей деформации и приводили к измельчению зерен. При $e=8$ формировалась неоднородная микроструктура с долей высокоугловых границ около 50 %, состоящая на 60 % из областей новых зерен размером около 1,0 мкм и оставшихся фрагментов исходных зерен, содержащих субзерна.

2. Средний размер выделений Al_2Cu , равномерно распределенных в сплаве после предварительной термической обработки, увеличивался примерно с 16 до 35 нм при РКУ прессовании. Это очевидно способствовало облегчению трансформации неравновесных полосовых деформационных структур в более равновес-

ную (суб)зеренную структуру и измельчению зерен за счет постепенного ускорения динамического возврата в границах кристаллитов с ростом степени деформации.

3. При РКУ прессовании наноразмерные выделения фазы Al_2Cu интенсивно взаимодействовали с решеточными дислокациями и (суб)границами, тем самым стабилизируя развивающуюся микроструктуру. В частности, эти фазы ограничивали перестройку дислокаций на большие расстояния, предотвращая их аннигиляцию, и препятствовали росту зерен. Следовательно, они были в значительной степени ответственны за эволюцию дислокационной структуры, приводящую к измельчению зерен даже при повышенной температуре РКУ прессования.

Список литературы

1. Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А., Имаев М.Ф., Имаев В.М. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технологии. М.: Наука, 2014. 284 с.
2. Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties // Annual Review of Materials Research. 2022. V. 52. P. 357–382.
3. Segal V. Review: Modes and processes of severe plastic deformation (SPD) // Materials. 2018. V. 11. P. 1175.
4. Segal V.M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation // Materials Science and Engineering A. 1999. V. 271. P. 322–333.
5. Beyerlein I.J., Tóth L.S. Texture evolution in equal-channel angular extrusion // Progress in Materials Science. 2009. V. 54. P. 427–510.
6. Yamashita A., Yamaguchi D., Horita Z., Langdon T.G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing // Materials Science and Engineering A. 2000. V. 287. P. 100–106.
7. Sitdikov O., Kaibyshev R., Safarov I., Mazurina I. Evolution of the microstructure and mechanisms of formation of new grains upon severe plastic deformation of the 2219 aluminum alloy // The Physics of Metals and Metallography. 2001. V. 92, N 3. P. 270–280.
8. Zeng X., Fan X.G., Li H.W., Zhan M., Li S.H., Ren T.W., Wu K.Q. Grain refinement in hot working of 2219 aluminium alloy: On the effect of deformation mode and loading path // Materials Science and Engineering A. 2020. V. 794. P. 139905.
9. Goloborodko A., Sitdikov O., Kaibyshev R., Miura H., Sakai T. Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP // Materials Science and Engineering A. 2004. V. 381. P. 121–128.
10. Sitdikov O., Sakai T., Avtokratova E., Kaibyshev R., Kimura Y., Tsuzaki K. Grain refinement in a commercial Al–Mg–Sc alloy under hot ECAP conditions // Materials Science and Engineering A. 2007. V. 444. P. 18–30.
11. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in 2219 aluminum alloy during ECAP // Materials Science and Engineering A. 2008. V. 486. P. 662–671.
12. Baig M., Seikh A.H., Rehman A.U., Mohammed J.A., Hashmi F.H., Ragab S.M. Microstructure evaluation study of Al5083 alloy using EBSD technique after processing with different ECAP processes and temperatures // Crystals. 2021. V. 11, P. 862.
13. Sitdikov O., Avtokratova E., Babicheva R. Effect of temperature on the formation of a microstructure upon equal-channel angular pressing of the Al–Mg–Sc 1570 alloy // The Physics of Metals and Metallography. 2010. V. 110, N 2. P. 153–161.
14. Gazizov M., Kaibyshev R. Effect of overaging on the microstructural evolution in an Al–Cu–Mg–Ag alloy during ECAP at 300 °C // Journal of Alloys and Compounds. 2012. V. 527. P. 163–175.
15. Sitdikov O., Avtokratova E., Sakai T. Microstructural and texture changes during equal channel angular pressing of Al–Mg–Sc alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2015. V. 648. P. 195–204.
16. Subbarayan S., Roven H., Chen Y.J., Skaret P.C. Microstructure evolution in pure aluminium processed by equal channel angular pressing at elevated temperature // International Journal of Materials Research. 2013. V. 104, N 7. P. 630–636.
17. Popovic M., Verlinden B. Microstructure and mechanical properties of Al-4.4 wt. % Mg alloy (AA 5182) after equal channel angular pressing // Materials Science and Technology. 2005. V. 21, N 5. P. 606–612.
18. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier. Pergamon, 2004. 658 p.
19. Chakkingal U., Thomson R.F. Development of microstructure and texture during high temperature equal channel angular extrusion of aluminium // Journal Materials Processing Technology. 2001. V. 117, N 1–2. P. 169–177.
20. Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Загитов Р.Р., Маркушев М.В. Влияние температуры равноканального углового прессования на формирование мелкозернистой структуры в сплаве Al-3 % Cu // Письма о материалах. 2021. Т. 11, N 3. С. 332–337.
21. Channel 5: User Manual. Hobro (Denmark): Oxford Instruments HKL, 2007. С.1.1–22.10. [Электронный ресурс]: URL: https://aarc.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford_Channel_5_User_Manual.pdf (дата обращения: 23.05.2023).

22. ISO Standard 13067:2020. Microbeam Analysis – Electron Backscatter Diffraction – Measurement of Average Grain Size. Geneva: ISO, 2020. [Электронный ресурс]: URL: <https://www.iso.org/obp/ui/en/#iso:std:iso:13067:ed-2:v1:en> (дата обращения: 23.05.2023).
23. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R., Pashley D., Whelan M.J. Electron microscopy of thin crystals. London: Butterworths, 1965. 549 p.
24. Алиева С.Г., Альтман М.Б., Амбарцумян С.М. и др. Промышленные алюминиевые сплавы: Справочник. М.: Металлургия, 1984. 528 с.
25. Hurley P.J., Humphreys F.J. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy // *Acta Materialia*. 2003. V. 51, N 4. P. 1087–1102.
26. Apps P.J., Berta M., Prangnell P.B. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminium alloys to ultrahigh strains // *Acta Materialia*. 2005. V. 53, N 2. P. 499–511.
27. Huang Y. Substructural alignment during ECAE processing of an Al-0.1Mg aluminium alloy // *Metals*. 2016. V. 6. P. 158.
28. Gholinia A., Prangnell P.B., Markushev M.V. The effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE // *Acta Materialia*. 2000. V. 48, N 5. P. 1115–1130.
29. Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2008. V. 39. P. 2206–2214.
30. Watanabe Y., Sequeira P.D., Sitdikov O., Sato H., Zhang Z.G., Kim I.S. Effect of processing route on microstructure and texture development in ECAP of Al–Ti alloy // *Materials Science Forum*. 2007. V. 561–565. P. 251–254.
31. Kahlweit M. Ostwald ripening of precipitates // *Advances in Colloid and Interface Science*. 1975. V. 5, N 1. P. 1–35.

Информация об авторах

О. Ш. Ситди́ков – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

Р. Р. Загитов – аспирант, стажер-исследователь Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

Е. В. Автократова – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

М. В. Маркушев – доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией «Материаловедение и технологии легких сплавов» Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

References

1. Mulyukov, R. R., Imayev, R. M., Nazarov, A. A., Imayev, M. F. & Imayev, V. M. (2014). Superplasticity of ultrafine grained alloys: experiment, theory, technologies. Nauka, Moscow. P. 284. (In Russ.).
2. Valiev, R. Z., Straumal, B. & Langdon, T. G. (2022). Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties. *Annual Review of Materials Research*, 52, 357–382.
3. Segal, V. (2018). Review: modes and processes of severe plastic deformation (SPD). *Materials*, 11(7), 1175.
4. Segal, V. M. (1999). Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering: A*, 271, 322–333.
5. Beyerlein, I. J. & Tóth, L. S. (2009). Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*, 54, 427–510.
6. Yamashita, A., Yamaguchi, D., Horita, Z. & Langdon, T. G. (2000). Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 287, 100–106.
7. Sitdikov, O., Kaibyshev, R., Safarov, I. & Mazurina, I. (2001). Evolution of the microstructure and mechanisms of formation of new grains upon severe plastic deformation of the 2219 aluminum alloy. *The Physics of Metals and Metallography*, 92, 270–280.
8. Zeng, X., Fan, X. G., Li, H. W., Zhan, M., Li, S. H., Ren, T. W. & Wu, K. Q. (2020). Grain refinement in hot working of 2219 aluminium alloy: On the effect of deformation mode and loading path. *Materials Science and Engineering: A*, 794, 139905.
9. Goloborodko, A., Sitdikov, O., Kaibyshev, R., Miura, H. & Sakai, T. (2004). Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 381, 121–128.
10. Sitdikov, O., Sakai, T., Avtokratova, E., Kaibyshev, R., Kimura, Y. & Tsuzaki, K. (2007). Grain refinement in a commercial Al–Mg–Sc alloy under hot ECAP conditions. *Materials Science and Engineering: A*, 444, 18–30.
11. Mazurina, I., Sakai, T., Miura, H., Sitdikov, O. & Kaibyshev, R. (2008). Effect of deformation temperature on microstructure evolution in 2219 aluminum alloy during ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 486, 662–671.
12. Baig, M., Seikh, A. H., Rehman, A. U., Mohammed, J. A., Hashmi, F. H. & Ragab, S. M. (2021). Microstructure evaluation study of Al5083 alloy using EBSD technique after processing with different ECAP processes and temperatures. *Crystals*, 11, 862.
13. Sitdikov, O., Avtokratova, E. & Babicheva, R. (2010). Effect of temperature on the formation of a

microstructure upon equal-channel angular pressing of the Al–Mg–Sc 1570 alloy. *The Physics of Metals and Metallography*, 110(2), 153–161.

14. Gazizov, M. & Kaibyshev, R. (2012). Effect of over-aging on the microstructural evolution in an Al–Cu–Mg–Ag alloy during ECAP at 300 °C. *Journal of Alloys and Compounds*, 527, 163–175.

15. Sitdikov, O., Avtokratova, E. & Sakai, T. (2015). Microstructural and texture changes during equal channel angular pressing of Al–Mg–Sc alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 648, 195–204.

16. Subbarayan, S., Roven, H. J., Chen, Y. J. & Skaret, P. C. (2013). Microstructure evolution in pure aluminium processed by equal channel angular pressing at elevated temperature. *International Journal of Materials Research*, 104(7), 630–636.

17. Popovic, M. & Verlinden, B. (2005). Microstructure and mechanical properties of Al-4.4 wt. % Mg alloy (AA 5182) after equal channel angular pressing. *Materials Science and Technology*, 21(5), 606–612.

18. Humphreys, F. J. & Hatherly, M. (2004). Recrystallization and related annealing phenomena. 2nd ed. Elsevier. Pergamon, Amsterdam. P. 658.

19. Chakkingal, U. & Thomson, R. F. (2001). Development of microstructure and texture during high temperature equal channel angular extrusion of aluminium. *Journal Materials Processing Technology*, 117(1–2), 169–177.

20. Sitdikov, O., Avtokratova, E., Zagitov, R. & Markushev, M. (2021). Influence of the temperature of equal-channel angular pressing on fine-grain structure formation in the alloy Al-3 % Cu. *Letters on Materials*, 11(3), 332–337. (In Russ.).

21. Channel 5: User Manual. (2007). Oxford Instruments HKL, Hobro (Denmark). P. 1.1–22.10. Retrieved from https://aarc.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford_Channel_5_User_Manual.pdf (date of the application: 23.05.2023).

22. Microbeam Analysis – Electron Backscatter Diffraction – Measurement of Average Grain Size. ISO Standard 13067:2020. (2020). ISO, Geneva. Retrieved from <https://www.iso.org/obp/ui/en/#iso:std:iso:13067:ed-2:v1:en> (date of the application: 23.05.2023).

23. Hirsch, P. B., Howie, A., Nicholson, R., Pashley, D. & Whelan, M. J. (1965). *Electron Microscopy of Thin Crystals*. Butterworths, London. P. 549.

24. Alieva, S. G., Altman, M. B. & Ambartsumyan, S. M. et al. (1984). Commercial

aluminum alloys: Handbook. Metallurgy, Moscow. P. 528. (In Russ.).

25. Hurley, P. J. & Humphreys, F. J. (2003). The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy. *Acta Materialia*, 51(4), 1087–1102.

26. Apps, P. J., Berta, M. & Prangnell, P. B. (2005). The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminium alloys to ultrahigh strains. *Acta Materialia*, 53(2), 499–511.

27. Huang, Y. (2016). Substructural alignment during ECAE processing of an Al-0.1Mg aluminium alloy. *Metals*, 6(7), 158.

28. Gholinia, A., Prangnell, P. B. & Markushev, M. V. (2000). The effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE. *Acta Materialia*, 48(5), 1115–1130.

29. Sakai, T., Belyakov, A. & Miura, H. (2008). Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39, 2206–2214.

30. Watanabe, Y., Sequeira, P. D., Sitdikov, O., Sato, H., Zhang, Z. G. & Kim, I. S. (2007). Effect of processing route on microstructure and texture development in ECAP of Al–Ti alloy. *Materials Science Forum*, 561–565, 251–254.

31. Kahlweit, M. (1975). Ostwald ripening of precipitates. *Advances in Colloid and Interface Science*, 5(1), 1–35.

Information about the authors

O. Sh. Sitdikov – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher at the Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences.

R. R. Zagitov – Post-Graduate Student, Trainee Researcher at the Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences.

E. V. Avtokratova – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher at the Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences.

M. V. Markushev – Doctor of Technical Sciences, Senior Researcher, Head of the Laboratory «Material Science and Technology of Light Alloys» at the Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 07.07.2023; одобрена после рецензирования 24.07.2023; принята к публикации 07.08.2023.

The article was received by the editorial board on 07 July 23; approved after reviewing 24 July 23; accepted for publication 07 Aug. 23.