

## ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.71:539.89:539.4

### ВЛИЯНИЕ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Al–Ca–Cu

© 2023 г. С. О. Рогачев<sup>a, b, \*</sup>, Е. А. Наумова<sup>a</sup>, Н. Ю. Табачкова<sup>a</sup>, Д. В. Тен<sup>a</sup>,  
Р. В. Сундеев<sup>a</sup>, М. Ю. Задорожный<sup>c</sup>

<sup>a</sup>НИТУ МИСИС, Ленинский просп., 4, Москва, 119049 Россия

<sup>b</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский просп., 49, Москва, 119334 Россия

<sup>c</sup>Московский политехнический университет, ул. Большая Семёновская, 38, Москва, 107023 Россия

\*e-mail: csaap@mail.ru

Поступила в редакцию 22.02.2023 г.

После доработки 27.04.2023 г.

Принята к публикации 13.05.2023 г.

Для улучшения баланса прочности и пластичности сплава Al–6% Ca–8% Cu (мас. %) применена деформация методом кручения под высоким давлением (КВД) с последующим отжигом. Структура сплава в литом состоянии состояла в основном из двух эвтектик [(Al) + AlCaCu] и [(Al) + (Al,Cu)<sub>4</sub>Ca + AlCaCu]. КВД с тремя оборотами приводит к формированию преимущественно субмикроструктурной структуры, измельчению эвтектических частиц и их более равномерному распределению в объеме образца, сегрегированию кальция из частиц AlCuCa и (Al,Cu)<sub>4</sub>Ca и пересыщению твердого раствора (Al) медью. Такая структура обеспечивает упрочнение сплава в 3.5 раза, но способствует его охрупчиванию. Последующий отжиг при 400°C позволяет достичь хорошего баланса прочности и пластичности сплава.

**Ключевые слова:** большие пластические деформации, кручение под высоким давлением, алюминиевые сплавы, эвтектика, микроструктура, механические свойства

**DOI:** 10.31857/S0015323023600314, **EDN:** WVMRHO

#### ВВЕДЕНИЕ

Эффективным способом повышения прочностных свойств алюминия и его сплавов является использование методов больших пластических деформаций (кручение под высоким давлением, равноканальное угловое прессование, аккумуляруемая прокатка, ротационная ковка и др.) [1–9]. Однако у такого способа упрочнения есть недостаток – наблюдаемое во многих случаях, наряду с многократным повышением прочности, снижение пластичности материала. Так, в работе [10] деформация методом кручения под высоким давлением обработанного на твердый раствор сплава Al–Cu–Mg привела к 2-кратному повышению прочности, однако образцы при растяжении разрушались в упругой области.

Хорошо известно, что оптимизацией режимов деформационно-термической обработки часто можно улучшить пластичность алюминиевого сплава при сохранении высокой прочности [1].

В последнее время появилось значительное количество исследований алюминиевых сплавов, легированных кальцием [11, 12]. Эти сплавы высокотехнологичны при литье и деформационной обработке, имеют пониженную плотность и вы-

сокую коррозионную стойкость, средние и высокие прочностные свойства. Как правило, структура этих сплавов включает алюминиевый твердый раствор (Al) и большую долю эвтектики [(Al) + Al<sub>4</sub>Ca] и/или набор более сложных многокомпонентных высокодисперсных эвтектик. Такие сплавы можно назвать “естественные композиты”. Кроме того, имеется возможность упрочнять алюминиевый твердый раствор (Al) традиционными элементами (Zn, Mg, Cu), поскольку кальций практически нерастворим в алюминии. Ранее было установлено, что цинк и медь растворяются не только в (Al), но и в эвтектической фазе Al<sub>4</sub>Ca, образуя соединения (Al,Zn)<sub>4</sub>Ca и (Al,Cu)<sub>4</sub>Ca. Система Al–Ca–Cu изучалась авторами работы [13]. Представляет интерес исследовать возможность улучшить комплекс механических свойств сплавов этой системы методами больших пластических деформаций, поскольку закалка и старение не дают максимального эффекта из-за перераспределения меди между (Al) и фазой Al<sub>4</sub>Ca.

В данной работе метод кручения под высоким давлением с последующим отжигом применен для улучшения баланса прочности и пластичности сплава Al–6% Ca–8% Cu.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследования взят экспериментальный алюминиевый сплав Al–6% Ca–8% Cu (мас. %) в исходно литом состоянии.

Деформацию методом кручения под высоким давлением (КВД) осуществляли на установке типа наковальни Бриджмена со стесненной геометрией штампов на образцах диаметрами 9 и 20 мм и исходной толщиной 0.7 и 1.4 мм соответственно, при комнатной температуре и давлении  $P = 6$  ГПа. Для образцов диаметром 9 мм число оборотов составило  $N = 1; 5$  и  $10$ , а для образцов диаметром 20 мм –  $N = 1; 3$  и  $5$ .

Электронно-микроскопические исследования проводили на тонких фольгах с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (JEOL) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Фольги готовили, утоняя КВД-диски диаметром 20 мм до толщины  $\sim 100$  мкм механическим шлифованием. Далее из утоненного диска с использованием лазерного излучения вырезали пробы диаметром 3 мм и окончательно утоняли их с помощью струйной электрополировки в электролите состава: азотная кислота + метанол. Химический анализ частиц и твердого раствора (Al) проводили с помощью микрорентгеноспектрального анализа (МРСА). Размер структурных элементов (кристаллиты, частицы) измеряли по светлопольным изображениям в программе ImageExpert (не менее 100 измерений для образца каждого состояния). Дополнительно структуру изучали методом сканирующей электронной микроскопии на приборе TESCAN VEGA Compact.

Микротвердость по Виккерсу сплава в литом состоянии и после КВД измеряли с помощью микротвердомера Micromet 5101 при нагрузке 50 г. Для литого образца делали 9 отпечатков индентором случайным образом. Микротвердость образцов после КВД измеряли на двух взаимноперпендикулярных диаметрах нижней полированной поверхности; шаг измерения составил 0.5 и 1 мм для образцов диаметром 9 и 20 мм, соответственно (по три измерения на точку).

Для изучения термической стабильности упрочненного состояния образцы диаметром 20 мм после КВД нагревали в электропечи в интервале температур от 100 до 400°C (с шагом в 50°C и выдержкой 1 ч), охлаждали и измеряли микротвердость в трех зонах образца: на периферии, на середине радиуса и в центре (по 6 измерений на точку).

Для испытаний на растяжение использовали плоские миниатюрные образцы общей длиной 12 мм и длиной рабочей части 5 мм, вырезанные из сплава до и после КВД, причем в последнем случае рабочая часть разрывного образца соответствовала середине радиуса КВД-диска диаметром 20 мм. Испытания проводили с помощью маши-

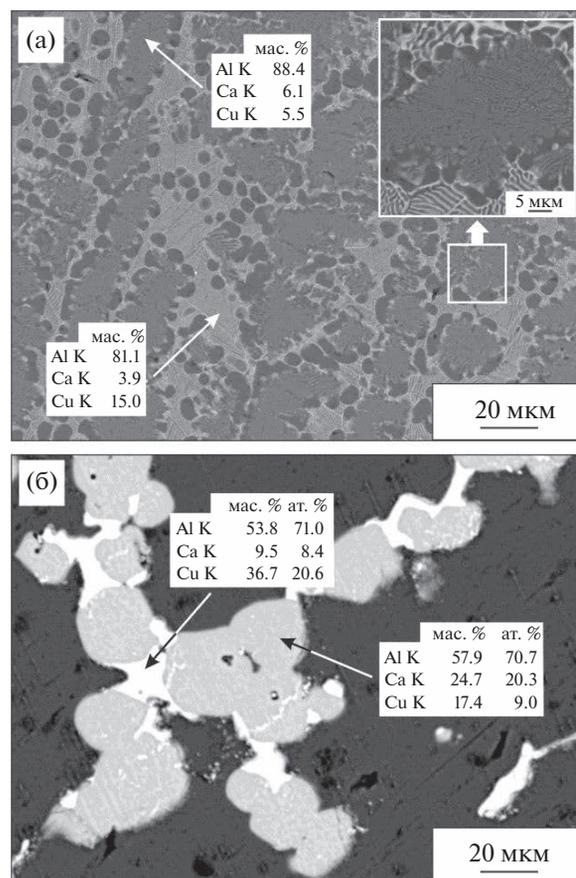


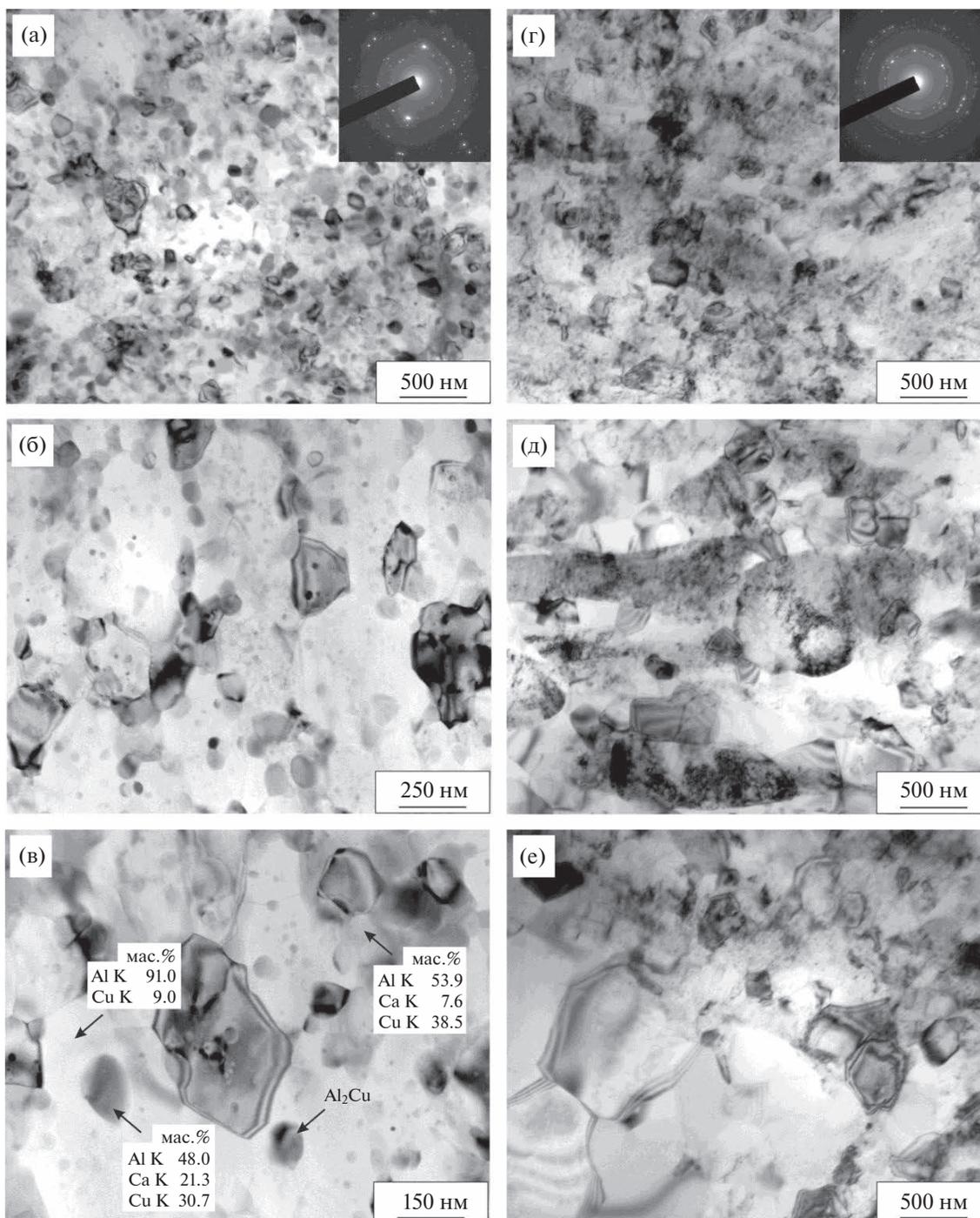
Рис. 1. Микроструктура сплава Al–6% Ca–8% Cu (а) в литом состоянии и (б) после отжига при 580°C, 3 ч (СЭМ).

ны INSTRON 5966 со скоростью растяжения  $0.002 \text{ с}^{-1}$ . Испытывали по 3 образца на каждое состояние сплава.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура сплава в литом состоянии показана на рис. 1а. Согласно данным МРСА, она содержит две эвтектики, расположенные в виде чередующихся полос шириной 10–20 мкм: в состав светлой, менее дисперсной эвтектики входит около 4 мас. % Ca и около 15 мас. % Cu, а более тонкая серая эвтектика содержит около 6 мас. % Ca и 5.5 мас. % Cu. Из ранее проведенных работ известно, что медь в Al–Ca сплавах растворяется в соединении  $\text{Al}_4\text{Ca}$ , замещая атомы алюминия. При этом образуется фаза  $(\text{Al,Cu})_4\text{Ca}$  [13].

Небольшое (около 2 мас. %) количество меди находится в твердом растворе. Учитывая высокое содержание меди в светлой эвтектике можно предположить, что в ней присутствует уже тройное соединение  $\text{AlCaCu}$ . Серая эвтектика имеет более тонкое строение, поэтому можно предположить,



**Рис. 2.** Микроструктура образца сплава Al–6% Ca–8% Cu диаметром 20 мм после КВД с числом оборотов  $N = 3$  (ПЭМ): (а–в) вблизи середины радиуса; (г–е) между серединой радиуса и центром (а–в) при разном увеличении, (г–е) разные участки структуры.

что это тройная эвтектика  $[(Al) + (Al,Cu)_4Ca + AlCaCu]$ . Кроме этого в структуре сплава присутствовало малое количество фазы  $Al_2Cu$ .

Для уточнения состава эвтектики сплав подвергли отжигу при  $580^\circ C$ , 3 ч с целью укрупнения частиц и получения более равновесного состояния (рис. 1б). Данные МРСА подтвердили наличие фа-

зы  $(Al,Cu)_4Ca$ , содержащей 24.7 мас. % Ca и 17.4 мас. % Cu и тройного соединения  $AlCaCu$ , содержащего 9.5 мас. % Ca и 36.7 мас. % Cu.

Микроструктура сплава, полученная в образце диаметром 20 мм после трех оборотов КВД, показана на рис. 2. КВД привело к формированию преимущественно субмикроструктурной структуры

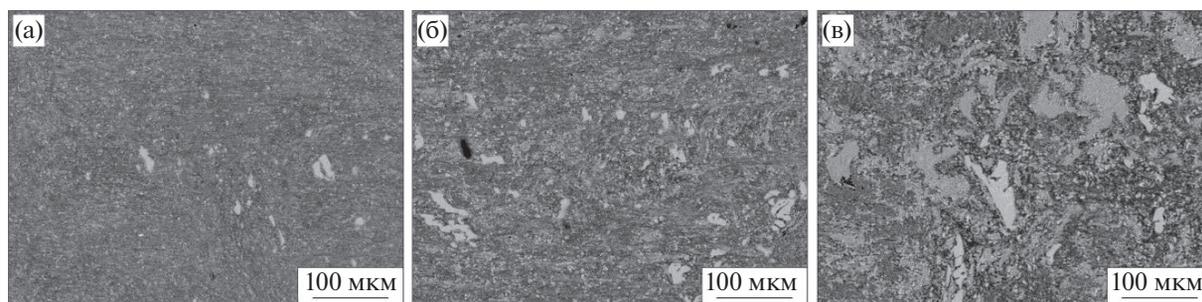


Рис. 3. Микроструктура образца сплава Al–6% Ca–8% Cu диаметром 20 мм после КВД с числом оборотов  $N = 3$  (СЭМ): а – периферия; б – середина радиуса; в – центр.

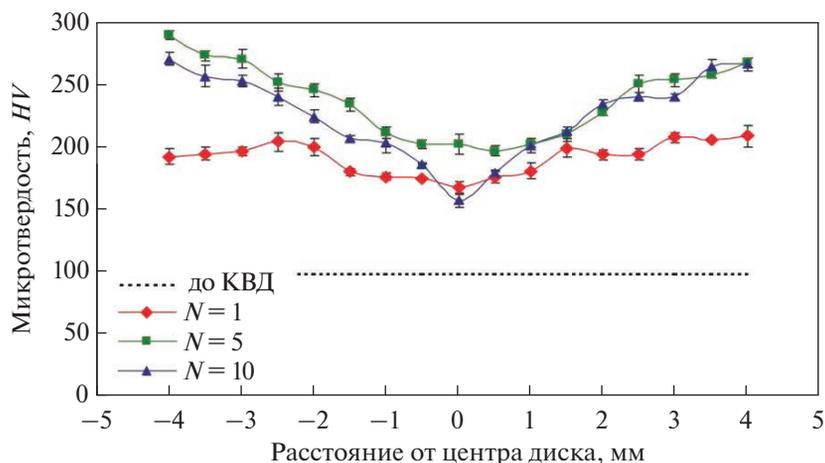


Рис. 4. Распределение значений микротвердости по поверхности образцов сплава Al–6% Ca–8% Cu диаметром 9 мм после КВД.

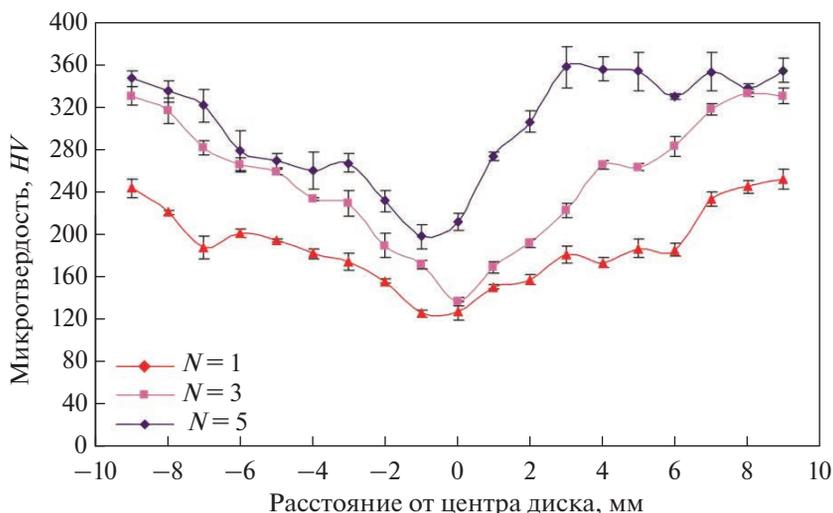
ры с повышенной плотностью дислокаций. Преобладающий размер кристаллитов составил 100–200 нм, однако встречаются кристаллиты размером до 600–700 нм (рис. 2а–2в). Кроме этого, в результате КВД эвтектические частицы измельчаются и более равномерно распределяются в объеме образца. Размер частиц после КВД лежит в диапазоне от 100 до 10 нм. По данным МРСА присутствуют частицы нескольких типов – частицы тройного соединения AlCuCa с различным соотношением кальция и меди и частицы  $Al_2Cu$ . Также наблюдаются полупрозрачные области структуры, которые обогащены кальцием и могут являться местами его сегрегаций. Концентрация меди в твердом растворе (Al) достигает 6–10 мас. %. Таким образом, в процессе КВД происходит перераспределение Cu между твердым раствором (Al) и частицами  $(Al, Cu)_4Ca$  и AlCaCu, а также обеднение этих частиц кальцием.

С удалением от периферии диска к его центру структура становится более неоднородной (рис. 2г–2е). Уменьшение дисперсности структуры в направлении от периферии диска к его цен-

тру хорошо видно на СЭМ-изображениях; в центре образца сохраняются большие области неизмельченной эвтектики (рис. 3).

Микротвердость литого сплава составила  $98 \pm 2 HV$ . Характер изменения микротвердости с увеличением числа оборотов КВД различен для образцов диаметром 9 и 20 мм. Так, в образцах диаметром 9 мм после КВД с 1-м оборотом значения микротвердости равномерно повышаются до  $190 \pm 2 HV$ , т.е. в 2 раза (рис. 4). Увеличение числа оборотов до  $N = 5$  приводит к появлению градиента микротвердости на поверхности образца: значения микротвердости монотонно увеличиваются от центра к периферии диска. Максимальные значения на периферии достигают  $270 \pm 12 HV$ , что в 2.7 раз выше микротвердости литого сплава. Увеличение числа оборотов до  $N = 10$ , напротив, вызывает небольшое снижение микротвердости, что ранее наблюдалось и на других сплавах [14].

В образцах диаметром 20 мм после КВД уже с 1-м оборотом образуется градиент микротвердости: значения микротвердости на краях диска повышаются до  $240 \pm 12 HV$ , т.е. в 2.5 раза, в то время



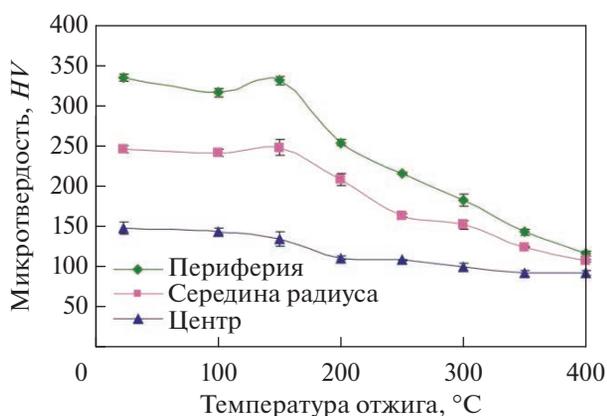
**Рис. 5.** Распределение значений микротвердости по поверхности образцов сплава Al–6% Ca–8% Cu диаметром 20 мм после КВД.

как в центре составляют  $130 \pm 12$  HV (рис. 5). С увеличением числа оборотов до  $N = 3$  градиент микротвердости усиливается за счет увеличения микротвердости на периферии – до  $327 \pm 10$  HV. Увеличение числа оборотов до  $N = 5$  вызывает повышение микротвердости в центре диска до  $211 \pm 8$  HV, в то время как микротвердость на периферии увеличивается слабо – до  $341 \pm 12$  HV. При этом усиливается неоднородность распределения микротвердости по поверхности диска, что может быть связано с образованием длинных (до 5 мм) трещин в процессе КВД и вызванным этим неоднородным пластическим течением образца. Из-за появления трещин число оборотов для образцов диаметром 20 мм ограничивали  $N = 5$ . Таким образом, при одинаковом числе оборотов на пе-

риферии образцов диаметром 20 мм микротвердость более высокая по сравнению с образцами диаметром 9 мм.

Упрочненное состояние сплава, достигнутое за счет КВД, сохраняется после отжига при температуре около  $150^\circ\text{C}$  (рис. 6). Повышение температуры отжига до  $200^\circ\text{C}$  (выдержка 1 ч) вызывает снижение микротвердости на 15–25%. Дальнейшее повышение температуры отжига до  $250$ – $400^\circ\text{C}$  приводит к монотонному снижению микротвердости.

При этом наименьший темп снижения микротвердости наблюдается в центре диска – в среднем на 4% на каждые  $50^\circ\text{C}$ . Темп снижения микротвердости на середине радиуса диска и на его периферии сопоставим – в среднем на 15 и 18% на каждые  $50^\circ\text{C}$  соответственно. При всех температурах отжига наибольшая микротвердость сохраняется на периферии диска, наименьшая – в его центре, однако с повышением температуры отжига разница в значениях микротвердости между периферией и центром диска уменьшается. После отжига при  $400^\circ\text{C}$  микротвердость в центре диска соответствует микротвердости сплава в литом состоянии, а на периферии – выше на 20%.



**Рис. 6.** Изменение микротвердости при нагреве с изохронными выдержками образца сплава Al–6% Ca–8% Cu диаметром 20 мм после КВД с числом оборотов  $N = 3$ .

Микроструктура образца диаметром 20 мм после КВД с числом оборотов  $N = 3$  и последующего отжига при  $400^\circ\text{C}$  показана на рис. 7. Отжиг приводит к росту кристаллитов в  $\sim 2.5$  раза и уменьшению плотности дислокаций в теле кристаллитов (рис. 7а, 7б). В структуре преобладают большеугловыми границами, размером 350–500 нм, но встречаются и кристаллиты размером до 1 мкм. Кроме этого наблюдается существенное уменьшение количества частиц вторых фаз в структуре за счет их укрупнения и

коалесценции. При этом концентрация меди в твердом растворе (Al) уменьшается до 1–3 мас. %. Преобладающий размер частиц составил 300–500 нм (рис. 7а), но сохраняются и наноразмерные частицы 10–20 нм (рис. 7в).

Механические свойства, полученные при растяжении образцов сплава до и после КВД, приведены в табл. 1.

В исходном литом состоянии пределы текучести и прочности сплава составили 173 и 186 МПа, соответственно, при практически нулевом относительном удлинении.

Разрушение при растяжении образцов после 3-х оборотов КВД происходит еще в упругой области при напряжении около 150 МПа из-за сильного охрупчивания сплава в процессе КВД и образования трещин. Это связано с сильным упрочнением твердого раствора (Al) из-за его пересыщения медью, а также с большой плотностью дисперсных частиц в структуре, которые, с одной стороны, обеспечивают упрочнение сплава по механизму Орована, с другой – сильно уменьшают величину пробега дислокаций, что и приводит к потере пластичности.

Отжиг сплава после КВД с числом оборотов  $N = 3$  при температуре 250 и 350°C в течение 1 ч вызывает резкое увеличение прочности сплава – до 490 и 337 МПа соответственно, однако пластичность остается нулевой, и разрушение образцов также происходит в упругой области.

С повышением температуры отжига до 400°C на кривой растяжения появляется область локализованной деформации, относительное удлинение сплава увеличивается в среднем до 4%, при этом пределы текучести и прочности составляют 334 и 345 МПа соответственно, что в 2 раза выше по сравнению с характеристиками сплава в литом состоянии. Это связано с изменением микроструктуры сплава при отжиге. Рост зерна, уменьшение плотности дислокаций и обеднение твердого раствора (Al) медью приводят к снижению прочности. Рост и коалесценция мелких частиц приводит к увеличению расстояния между смежными частицами, что также снижает эффективность упрочнения по механизму Орована, но при этом увеличивает длину пробега дислокаций, что способствует увеличению пластичности.

Несколько больший уровень прочности достигается на сплаве после КВД с числом оборотов  $N = 5$  и отжига при 400°C, однако относительное удлинение не превышает 1.5%.

Наибольшая прочность (в 2.5 раза выше по сравнению с прочностью литого сплава) при относительном удлинении около 1% достигается на сплаве после КВД с числом оборотов  $N = 1$  и отжига при 250°C.

Таким образом, только сочетание деформации КВД на 3-и оборота с отжигом при 400°C обеспе-

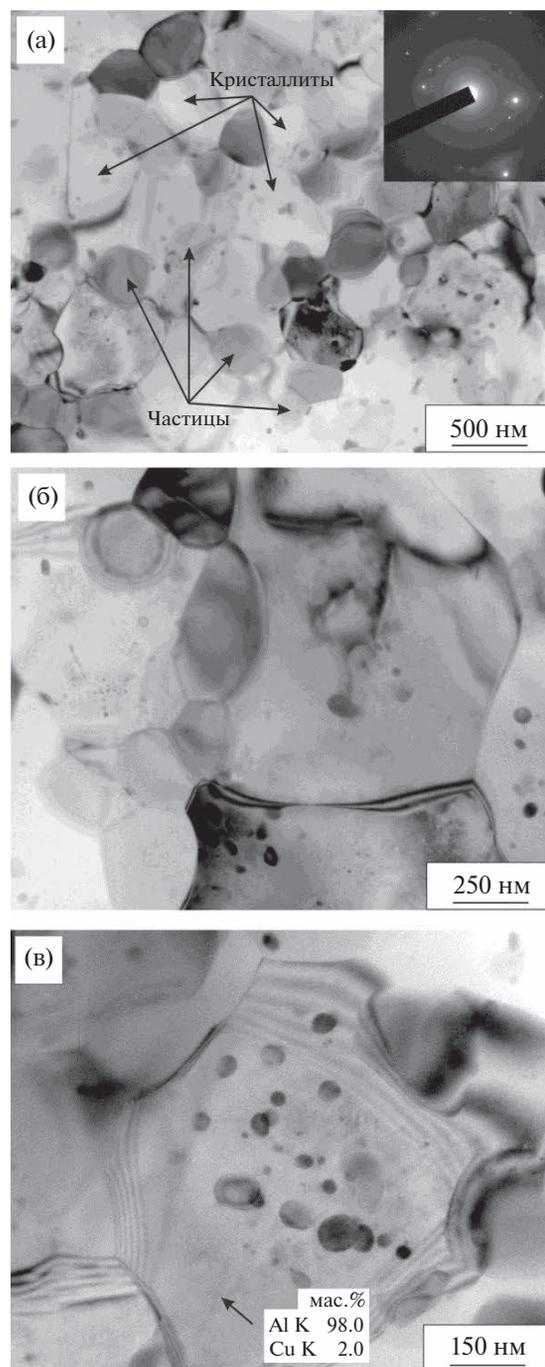


Рис. 7. Микроструктура сплава Al–6% Ca–8% Cu после КВД (середина радиуса образца диаметром 20 мм) с числом оборотов  $N = 3$  и последующего отжига при 400°C (ПЭМ) (а–в) при разном увеличении.

чивает сочетание высокой прочности и удовлетворительной пластичности сплава. Можно предположить, что низкая пластичность образца после одного оборота связана с сохранением сильно неоднородной структуры в сплаве, а после 5-ти оборотов – с образованием трещин в образце еще в процессе КВД.

**Таблица 1.** Механические свойства сплава Al–6% Ca–8% Cu до и после КВД и отжига

Сплав, обработка	Режим отжига	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
Литой	Без отжига	173 ± 6	186 ± 5	0
КВД, N = 1	250°C, 1 ч	430 ± 6	484 ± 7	1.0 ± 0.5
КВД, N = 3	Без отжига	–	150 ± 18	0
КВД, N = 3	250°C, 1 ч	–	490 ± 12	0
КВД, N = 3	350°C, 1 ч	–	337 ± 28	0
КВД, N = 3	400°C, 1 ч	334 ± 11	345 ± 14	4 ± 1
КВД, N = 5	400°C, 1 ч	346 ± 9	375 ± 9	1.0 ± 0.5

### ВЫВОДЫ

1. В сплаве Al–6% Ca–8% Cu (мас. %) деформация КВД с тремя оборотами приводит к формированию преимущественно субмикроструктурной структуры, измельчению эвтектических частиц и их более равномерному распределению в объеме образца, сегрегированию кальция из частиц AlCuCa и (Al, Cu)<sub>4</sub>Ca и пересыщению твердого раствора (Al) медью до 6–10 мас. %.

2. Отжиг после КВД при температуре 400°C (выдержка 1 час) приводит к росту кристаллитов в ~2.5 раза, росту и коалесценции частиц, уменьшению плотности дислокаций в теле кристаллитов и уменьшению концентрации меди в твердом растворе (Al) до 1–3 мас. %.

3. Деформация КВД и отжиг при температуре 400°C позволяет достичь хорошего баланса прочности и пластичности сплава: пределы текучести и прочности сплава составляют 334 и 345 МПа соответственно, что в 2 раза выше по сравнению с характеристиками литого сплава, при относительном удлинении 3–5%.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: grain refinement, thermal stability and tensile properties // *Metal. Mater. Trans. A*. 2000. V. 31. P. 691–701.
- Бродова И.Г., Ширинкина И.Г., Петрова А.Н., Пилюгин В.П., Толмачев Т.П. Структура алюминиевого сплава АМЦ после кручения под высоким давлением в жидком азоте // *ФММ*. 2013. Т. 114. № 8. С. 725–730.
- Lanjewar H., Kestens L.A.I., Verleysen P. Damage and strengthening mechanisms in severely deformed commercially pure aluminum: Experiments and modeling // *Mater. Sci. Eng. A*. 2021. V. 800. P. 140224.
- Исламгалиев Р.К., Нестеров К.М., Хафизова Э.Д., Ганеев А.В., Голубовский Е.Р., Волков М.Е. Прочность и усталость ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 // *Вестник УГАТУ*. 2012. Т. 16. № 8(53). С. 104–109.
- Leo P., Cerri E., De Marco P.P., Roven H.J. Properties and deformation behaviour of severe plastic deformed aluminium alloys // *J. Mater. Proces. Techn.* 2007. V. 182. P. 207–214.
- Мавлютов А.М., Касаткин И.А., Мурашкин М.Ю., Валцев Р.З., Орлова Т.С. Влияние микроструктуры на физико-механические свойства алюминиевого сплава системы Al–Mg–Si, наноструктурированного интенсивной пластической деформацией // *ФТТ*. 2015. Т. 57. № 10. С. 1998–2004.
- Rogachev S.O., Naumova E.A., Vasileva E.S., Magurina M.Yu., Sundeev R.V., Veligzhanin A.A. Structure and mechanical properties of Al–Ca-alloys processed by severe plastic deformation // *Mater. Sci. Eng. A*. 2019. V. 767. P. 138410.
- Кикин П.Ю., Мишакин В.В., Перевезенцев В.Н., Землякова Н.В., Кассина Н.В. Исследование корреляции структурных параметров и механических свойств с акустическими характеристиками ультрамелкозернистого алюминиевого сплава 1421 // *Вопр. материаловедения*. 2008. № 3(55). С. 19–24.
- Yang Y., Nie J., Mao Q., Zhao Y. Improving the combination of electrical conductivity and tensile strength of Al 1070 by rotary swaging deformation // *Results in Physics*. 2019. V. 13. P. 102236.
- Khafizova E., Islamgaliev R. Effect of severe plastic deformation on the structure and mechanical properties of Al–Cu–Mg alloy // *IOP Conference Series: Mater. Sci. Eng.* 2014. V. 63. P. 012081.
- Belov N.A., Naumova E.A., Bazlova T.A., Alekseeva E.V. Structure, phase composition, and strengthening of cast Al–Ca–Mg–Sc alloys // *Phys. Metal. Metal.* 2016. V. 117. № 2. P. 188–194.
- Shurkin P.K., Letyagin N.V., Yakushkova A.I., Samoshina M.E., Ozherelkov D.Y., Akopyan T.K. Remarkable thermal stability of the Al–Ca–Ni–Mn alloy manufactured by laser-powder bed fusion // *Mater. Letters*. 2021. V. 285. P. 129074.
- Летягин Н.В., Шуркин П.К., Нгуен З., Кошмин А.Н. Влияние термомодеформационной обработки на структуру и механические свойства сплава Al<sub>3</sub>Ca<sub>1</sub>Cu<sub>1.5</sub>Mn // *ФММ*. 2021. Т. 122. № 8. С. 873–879.
- Sauvage X., Cuvilly F., Russell A., Edalati K. Understanding the role of Ca segregation on thermal stability, electrical resistivity and mechanical strength of nanostructured aluminum // *Mater. Sci. Eng. A*. 2020. V. 798. P. 140108.