

# Измельчение структуры Al – Mg – Mn сплава методом динамического канально-углового прессования

А. Н. Петрова, И. Г. Бродова, Е. В. Шорохов

---

Проведен структурный анализ и определена твердость сплава А5083 (Al – Mg – Mn) после деформации методом динамического канально-углового прессования (ДКУП) в зависимости от режимов нагружения (скорости деформации и величины накопленной деформации). В оснастке с двумя пересекающимися каналами под действием энергии пороховых газов образец разгоняется до скорости 400 м/с и деформируется в режиме, близком к простому сдвигу со скоростью деформации  $10^4 - 10^5 \text{ с}^{-1}$ . При таком методе деформации под воздействием ударных волн и сдвига, в материале формируются сложные структурные состояния. После одного цикла прессования формируется полосовая структура, после двух циклов прессования — ультрамелкокристаллическая (УМК) с границами малой и высокой разориентации. Также наблюдаются области структуры, где прошли процессы динамического возврата и динамической рекристаллизации. Средний размер кристаллитов, достигнутый после второго цикла динамического прессования, составляет 450 – 500 нм. В среднем твердость сплава повысилась на 60 %.

**Ключевые слова:** динамическая деформация, канально-угловое прессование, структура, алюминиевый сплав, твердость.

---

## Введение

В последние годы для улучшения физико-механических свойств за счет измельчения структуры металлов и сплавов активно применяют методы мегапластической деформации. В Российском федеральном ядерном центре — Всероссийском научно-исследовательском институте технической физики имени академика Е.И. Забабахина (РФЯЦ–ВНИИТФ) был предложен новый метод получения объемных ультрамелкокристаллических (УМК) и нано-структурных материалов — динамическое канально-угловое прессование (ДКУП), в котором применена одна из технологий мега-пластической деформации — равно-канальное угловое прессование (РКУП) [1]. Главной особенностью этого метода является использование при деформации материалов импульсных источников энергии — сжатых газов, продуктов детонации, продуктов горения пороха. Другое важное отличие данной технологии связано с высокой (до  $10^5 \text{ с}^{-1}$ ) скоростью деформации образцов в условиях высокого давления. В результате такого воздействия на материал происходит трансформация исходной крупнозернистой структуры в УМК

структуру. Длительность цикла нагружения — несколько сот микросекунд. К настоящему времени во ВНИИТФ уже получены опытные образцы из титана, меди, бронзы [2 – 4] и алюминиевых сплавов (АМц, В95) с УМК (размер зерна ~ 200 – 500 нм) структурой, прочностными характеристиками и твердостью материалов в 2 раза выше, чем у крупнокристаллических аналогов [5, 6].

Цель настоящих исследований — изучение закономерностей деформационного поведения и структурообразования при ДКУП в алюминиевом сплаве А5083, который является перспективным материалом для конструкций аэрокосмического комплекса, работающих в экстремальных условиях.

## Материалы и экспериментальные методики

Сплав А5083 имеет следующий химический состав, масс. %: Al — основа, Mg — 4,4, Mn — 0,6, Si — 0,11, Fe — 0,23, Cr — 0,03, Cu — 0,02, Ti — 0,06. В исходном состоянии сплав представлял собой прессованный пруток с крупнокристаллической структурой. В микроструктуре сплава присутствуют интерметаллидные фазы кристаллизационного

происхождения: равномерно распределенная в матрице фаза  $Al_6(Fe, Mn)$  и фаза  $Mg_2Si$ , которая располагается преимущественно по границам зерен.

Цилиндрические образцы диаметром 14 мм и длиной 70 мм были деформированы методом ДКУП с использованием поршневой схемы деформации. Подробно метод деформации описан в [7]. В оснастке с двумя пересекающимися каналами под действием энергии пороховых газов образец разгоняется до скорости 400 м/с и деформируется в режиме, близком к простому сдвигу со скоростью  $10^4 - 10^5 \text{ с}^{-1}$ . При статическом РКУП в оснастке с углом сопряжения каналов  $\Phi = 90^\circ$  за один цикл прессования достигается величина деформации сдвигом равная 1,16 [8]. С учётом влияния ударно-волнового нагружения, истинная деформация, реализуемая за один цикл ДКУП, повышается. При повторении циклов прессования ( $N$ ) деформация суммируется, что обеспечивает накопление больших истинных деформаций в образце без изменения его поперечного сечения. Повторный цикл прессования проводили по маршруту  $V_c$ , когда заготовка перед повторным циклом поворачивается на  $90^\circ$  против часовой стрелки. При ДКУП высокая скорость деформации и действие ударной волны вносят изменения в характер и интенсивность процесса структурообразования по сравнению с РКУП. Образец при такой высокоскоростной деформации разогревается. По оценкам разработчиков ДКУП при моделировании процесса деформации методом конечных элементов средняя температура образца технического алюминия при скорости  $V = 300 \text{ м/с}$  составляет  $120^\circ \text{C}$ . Учитывая возможный разогрев материала при ДКУП, образцы закаливали в воду сразу же после прессования. Таким образом, обеспечивали фиксацию деформированной микроструктуры сплава.

Влияние скорости деформации изучали на серии образцов после одного цикла прессования. В этом эксперименте изменяли начальную скорость движения образца в каналах  $V = 150, 300, 400 \text{ м/с}$ . Для исследования влияния накопленной деформации сравнивали структурные состояния образцов, полученных при фиксированной скорости  $V = 250 - 300 \text{ м/с}$  после одного и двух циклов прессования.

Микроструктуру сплава после деформации изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе Quanta-200, а также с помощью светового микроскопа Neophot-32. Тонкую структуру исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на электронных микроскопах Philips CM-30 и Tecnaï G<sup>2</sup>-30 при ускоряющем напряжении 300 кВ. Средний размер кристаллитов определяли по темнопольным ПЭМ

снимкам с помощью пакета программ Siams-700 и по светлопольным ПЭМ снимкам, полученным в режиме STEM на микроскопе Tecnaï G<sup>2</sup>-30.

В качестве характеристики механических свойств деформированного материала была измерена его твердость на приборе TI950 Triboindenter<sup>TM</sup> компании Hysitron Inc. На образцах в виде дисков, вырезанных в поперечном сечении, проводили квазистатическое индентирование и определение твердости по методике Оливера-Фарра [9, 10]. В данной методике используется индентор — трехгранная пирамида Берковича. Измерение твердости проводили при постоянной нагрузке 200 мН. Благодаря возможности автоматического позиционирования индентора были построены карты распределения твердости по поперечному сечению деформированных образцов. Для каждого образца было выполнено более 400 испытаний, расстояние между отпечатками индентора составляло 0,5 мм. Инструментальная ошибка измерений твердости не превышала 5 %.

### **Экспериментальные результаты и их обсуждение**

Сформировавшиеся в результате ДКУП структурные состояния в сплаве A5083 являются сложными и сочетают в себе области полосовой и УМК структуры с границами малой и высокой разориентации, области крупнокристаллической структуры с повышенной плотностью дислокаций относительно исходного состояния, области фрагментированной структуры и области, где прошли процессы динамического возврата и динамической рекристаллизации.

В образцах после одного цикла прессования структура представляет собой микро-полосы сдвига, разделенные малоугловыми границами. Внутри полосы сдвига состоят из вытянутых слабоориентированных ячеек (рис. 1а, 1б). О наличии малоугловых разориентировок свидетельствует картина микродифракции с азимутальным размытием рефлексов (рис. 1а).

Средний размер элементов субструктуры уменьшается в 8 раз по сравнению с исходным крупнокристаллическим сплавом. Однако, в структуре сплавов, продеформированных при больших скоростях, сохраняются крупные нефрагментированные субзерна размером до 1,5 мкм, в которых идёт накопление дефектов (рис. 2а).

На рис. 2б – 2г представлены гистограммы распределения кристаллитов по размеру в образцах, полученных при разных условиях ДКУП, которые иллюстрируют изменения масштаба структурных единиц при увеличении скорости деформации. Средний размер кристаллитов составил 180, 240,

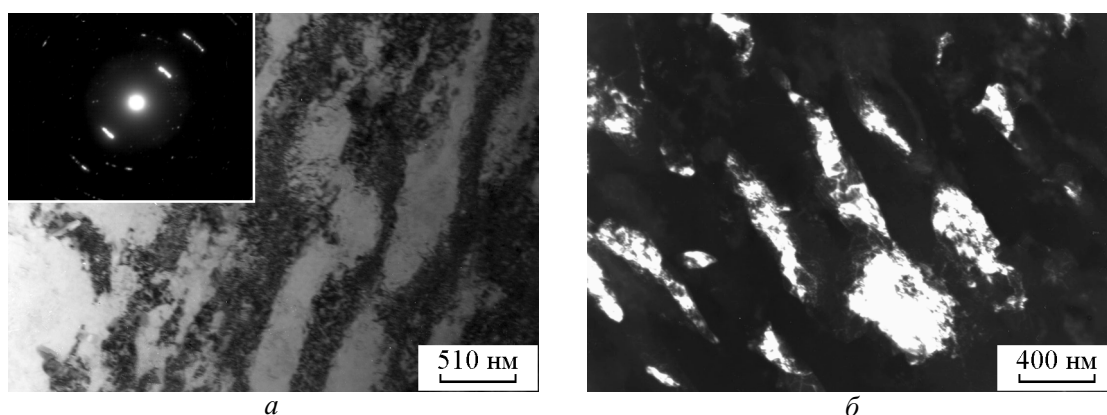


Рис. 1. ПЭМ изображение полосовой структуры образцов, деформированных в один цикл прессования: *а* – светлопольное, совместно с дифракционной картиной, *б* – темнопольное.

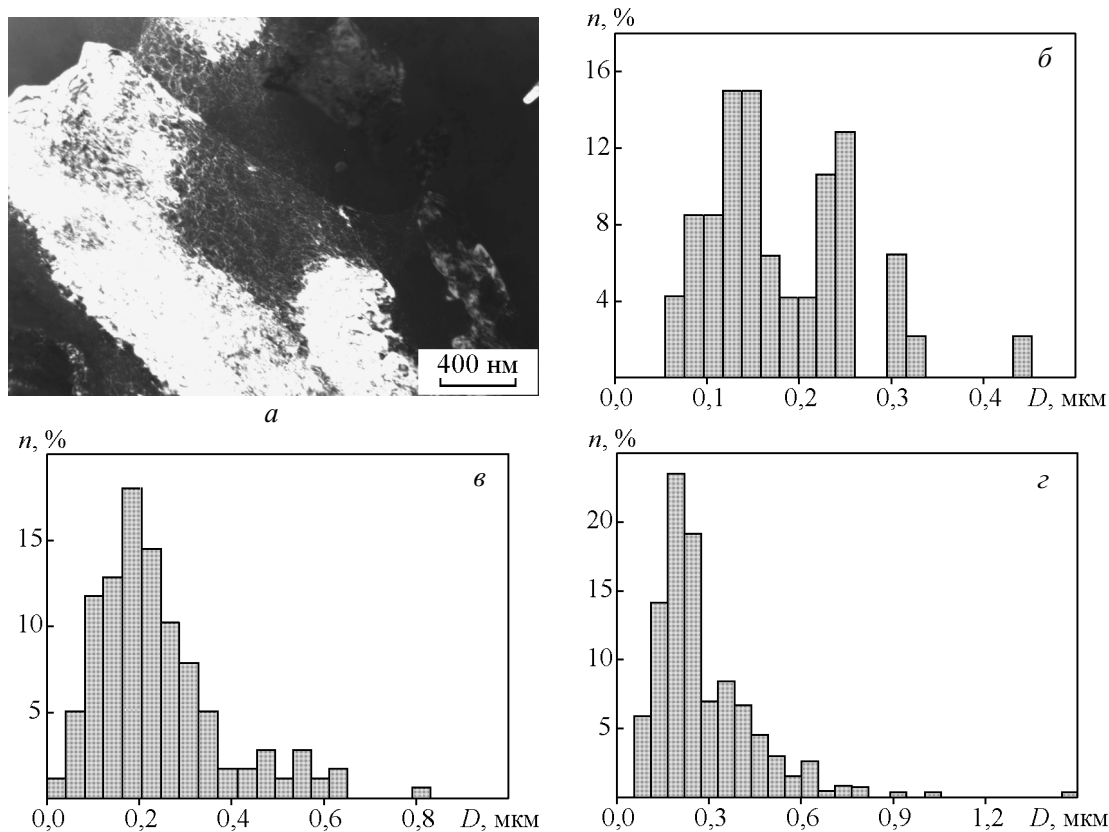


Рис. 2. *а* – ПЭМ изображение крупных кристаллитов в образце после одного цикла прессования ( $V = 400$  м/с), *б* – *г* – гистограммы распределения кристаллитов по размерам для образцов после одного цикла прессования при  $V = 150, 300, 400$  м/с, соответственно.

300 нм для  $V = 150, 300, 400$  м/с, соответственно. С ростом  $V$  появляются кристаллиты размером более 500 нм (рис. 2*в*, 2*г*), причем при 300 и 400 м/с увеличиваются как их объемная доля (с 7 до 12 %), так и максимальный размер.

В образце после двух циклов ДКУП при  $V = 250$  м/с, формируется УМК структура (рис. 3*а*).

За счет изменения направления деформирования (при использовании маршрута прессования В<sub>с</sub>), полосы сдвига пересекаются, активизируются ротационные моды деформации, увеличивается разориентация кристаллитов, и формируется зерно-субзерненная структура. Кольцевая дифракция с азимутально размытыми и точечными рефлексами

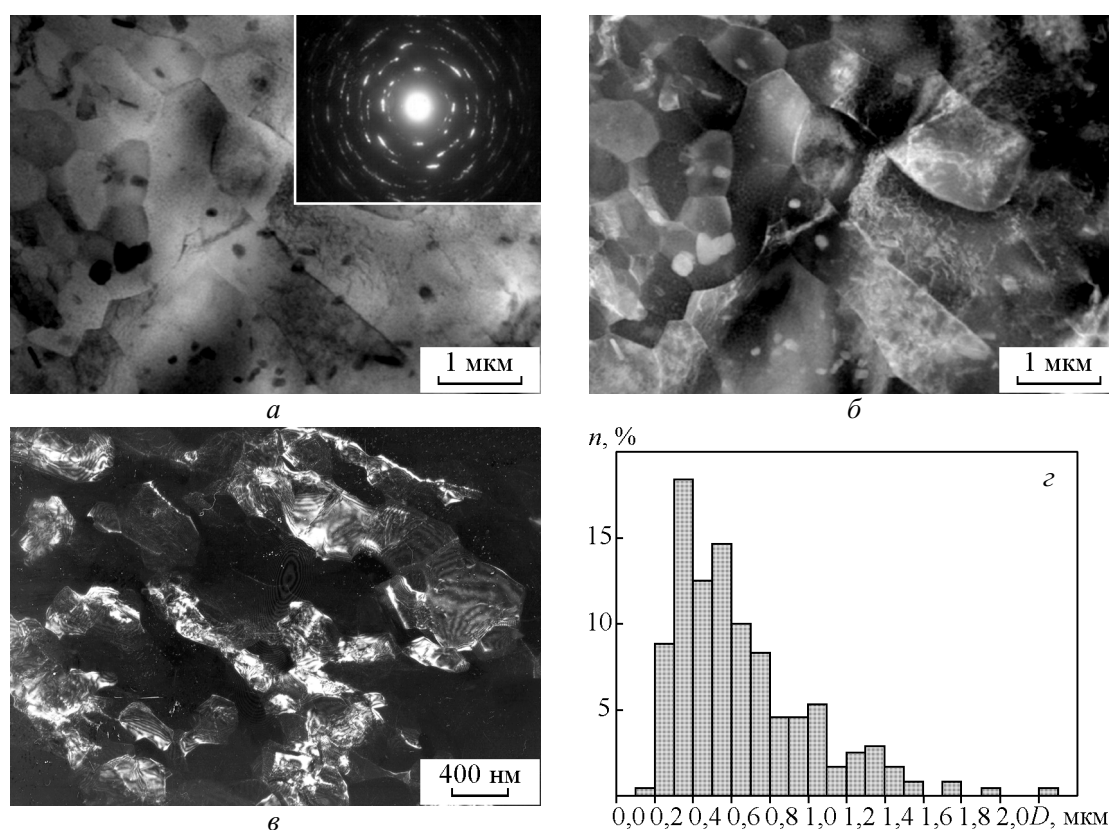


Рис. 3. Структура сплава А5083 после двукратного прессования при  $V = 250$  м/с: *a* – ПЭМ светлопольное изображение, полученное в режиме STEM, совместно с дифракционной картиной, *б* – ПЭМ темнопольное изображение, полученное в режиме STEM, *в* – ПЭМ темнопольное изображение, *г* – гистограмма распределения кристаллитов по размеру.

отражает формирование такой смешанной УМК структуры с малоугловыми и большеугловыми границами кристаллитов (рис. 3а).

О высоком уровне внутренних напряжений в таком образце также свидетельствует неравномерный контраст внутри фрагментов структуры (рис. 3в). Средний размер кристаллитов составляет 460 нм, в структуре также присутствуют крупные кристаллиты максимального размера до 2,2 мкм (рис. 3г). Их доля не превышает 10%. В таких кристаллитах наблюдаются дислокационная структура с высокой плотностью дефектов. Второй цикл прессования не приводит к увеличению внутренних напряжений, как это было показано для сплава В95 (система Al – Zn – Mg – Cu) [5], что может быть следствием частичного динамического возврата. Об этом можно судить по ПЭМ снимкам, на которых видны области с более равновесной структурой. Так, на рис. 4 представлены кристаллиты с четко разрешающимися границами, с отсутствием контуров экстинкции и внутри свободные от дислокаций. Такую структуру по морфологическим признакам можно отнести к структуре, полученной динамической рекристаллизацией.

Подобные результаты были получены на сплаве АМц (система Al – Mn), где при  $V = 300$  м/с после 4-х циклов прессования активизируются релаксационные процессы — динамический возврат и динамическая рекристаллизация [6].

Результаты измерения твёрдости сплава ( $H$ ) до и после ДКУП показали, что в образцах после одного

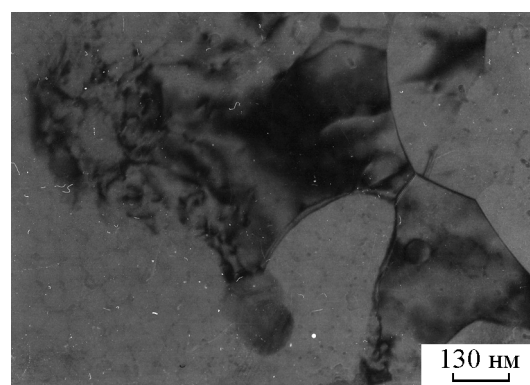


Рис. 4. ПЭМ светлопольное изображение области более равновесной структуры сплава А5083 после двукратного динамического прессования.

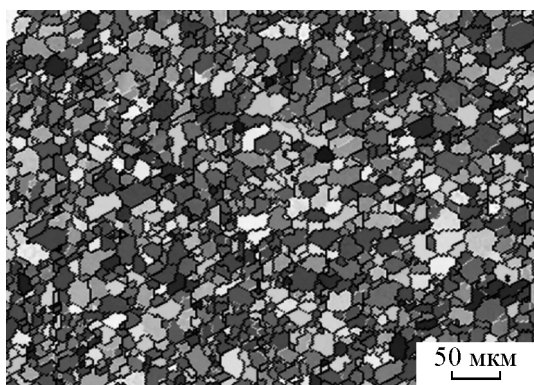


Рис. 5. Структура сплава А5083 после ДКУП  $N = 2$  и отжига при  $400\text{ °C}$  в течение 1 ч, полученное методом ДОЭ, с нанесенными границами кристаллитов.

цикла прессования с ростом скорости  $V$  твердость незначительно уменьшается от 1,90 до 1,75 ГПа. При этом существенно повышается однородность формируемой структуры. Образец, проходя через зону пересечения каналов в матрице, деформируется по всему поперечному сечению уже после одного цикла прессования и при малой скорости. Образцы, деформированные при скорости  $V = 250 - 300$  м/с в один и два цикла прессования имеют практически одинаковые значения твердости — 1,8 ГПа. Несмотря на формирование УМК структуры в процессе второго цикла, повышение твердости не происходит. Упрочнение сплава за счет изменения разориентации границ кристаллитов и увеличения доли большеугловых границ компенсируется частичным разупрочнением в процессе динамического возврата и рекристаллизации. В среднем твердость сплава повысилась на 60 %.

Известно, что УМК структура алюминиевых сплавов, полученных разными методами мегапластической деформации чувствительна к нагревам. Для исследования термической стабильности структурных состояний, сформированных при ДКУП, были проведены отжиги образца с УМК структурой после двух циклов прессования. Результаты структурного анализа методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ) показали, что при кратковременном нагреве (1 ч) до температуры  $400\text{ °C}$  структура сплава существенно изменяется (рис. 5). Средний размер зерен после такого отжига составляет 6 мкм. Большая доля зерен (57 %) имеет размер до 3,5 мкм.

## Выводы

Полученные результаты для сплава А5083 согласуются с результатами, полученными ранее на других алюминиевых промышленных сплавах АМц,

В95. Для сплава А5083 в зависимости от интенсивности деформации важную роль играют несколько процессов структурообразования — фрагментация и динамический возврат. Для формирования в сплаве А5083 зеренно-субзёрненной структуры с высокой твердостью до 1,8 ГПа и средним размером кристаллитов менее 500 нм требуется не менее двух циклов прессования при оптимальной скорости 250 – 300 м/с. Формирование ультрамелкокристаллической структуры в процессе второго цикла прессования сплава А5083 не приводит к повышению его твердости вследствие частичного разупрочнения в процессе динамического возврата и начала динамической рекристаллизации. Нагрев до  $400\text{ °C}$  приводит к деградации ультрамелкокристаллической структуры в сплаве А5083.

*Электронно-микроскопические исследования выполнены в отделе электронной микроскопии ЦКП ИФМ УрО РАН “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов”.*

*Данная работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проект 15-02-03225).*

*Исследования термической устойчивости УМК сплава выполнены в рамках программы УрО РАН “Фундаментальные проблемы физического материаловедения и электрофизики” (проект 15-17-2-9).*

## Литература

1. Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З. Способ динамической обработки материалов. Патент РФ 2283717, 2006, Бюл. № 26, с. 64.
2. Зельдович В.И., Шорохов Е.В., Добаткин С.В., Фролова Н.Ю., Хейфец А.Э., Хомская И.В., Насонов П.А., Ушаков А.А. Структура и механические свойства титана, подвергнутого высокоскоростному канално-угловому прессованию и деформации прокаткой. Физика металлов и материаловедение, 2011, т. 111, № 4, с. 439 – 447.
3. Хомская И.В., Шорохов Е.В., Зельдович В.И., Хейфец А.Э., Фролова Н.Ю., Насонов П.А., Ушаков А.А., Жгилев И.Н. Исследование структуры и механических свойств субмикроструктурной и нанокристаллической меди, полученной высокоскоростным прессованием. Физика металлов и материаловедение, 2011, т. 111, № 6, с. 639 – 650.
4. Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Хомская И.В., Хейфец А.Э., Шорохов Е.В., Насонов П.А. Структура и микротвердость хромоциркониевой бронзы, подвергнутой интенсивной пластической деформации методами интенсивной пластической деформации методами динамического канално-углового прессования и прокатки. Физика металлов и материаловедение, 2014, т. 115, № 5, с. 495 – 501.

- Бродова И.Г., Ширинкина И.Г., Петрова А.Н., Шорохов Е.В., Насонов П.А. О диспергировании структуры алюминиевого сплава В95 разными методами интенсивной пластической деформации. Перспективные материалы, 2011, Специальный выпуск № 12, с. 60 – 65.
- Петрова А.Н., Бродова И.Г., Ширинкина И.Г., Насонов П.А., Шорохов Е.В. Особенности ультрамелкозернистого и нанокристаллического состояний в сплаве АМц, полученных при интенсивных воздействиях. Письма о материалах, 2013, т. 3, № 2 (10), с. 126 – 129.
- Brodova I.G., Petrova A.N., Shirinkina I.G., Shorokhov E.V., Minaev I.V., Zhgilev I.N., Abramov A.V. Fragmentation of the structure in Al-based alloys upon high speed effect. Reviews on Advanced Materials Science, 2010, v. 25, no. 2, p. 128 – 135.
- Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000, 272 с.
- Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 1992, v. 7, no. 6, p. 1564 – 1583.
- Shalaeva E.V., Chernyshev Y.V., Smirnova E.O., Smirnov S.V. Lamellar structure and nanomechanical properties of quasicrystalline Al – Cu – Fe alloys. Physics of the Solid State, 2013, v. 55, no. 11, p. 2205 – 2214.
- Khomsкая I.V., Zeldovich V.I., Kheifets A.E., Shorokhov E.V., Frolova N.Y., Nasonov P.A., Ushakov A.A., Zhgilev I.N. Study of the structure and mechanical properties of submicrocrystalline and nanocrystalline copper produced by high-rate pressing. The Physics of Metals and Metallography, 2011, vol. 111, no. 6, pp. 612 – 622.
- Zel'dovich G.V., Frolova N.Yu., Khomsкая I.V., Kheifets A.E., Shorokhov E.V., Nasonov P.A. Structure and microhardness of chromium-zirconium bronze subjected to severe plastic deformation by dynamic channel-angular pressing and rolling. The Physics of Metals and Metallography, 2014, vol. 115, no. 5, pp. 465 – 470.
- Brodova I.G., Shirinkina I.G., Petrova A.N., Shorokhov E.V., Nasonov P.A. О диспергировании структуры алюминиевого сплава В95 разными методами интенсивной пластической деформации [About structural refinement in aluminum alloy V95 by different methods of severe plastic deformation]. *Perspektivnye materialy — Advanced materials* (in Rus), 2011, no. 12 (special issue), pp. 60 – 65.
- Petrova A.N., Brodova I.G., Shirinkina I.G., Nasonov P.A., Shorokhov E.V. Osobennosti ultramelkozernistigo I nanokristallicheskogo sostoyani v splave AMts, poluchennyh pri intensivnyh vozddeystviyah [The features of ultrafinegrained and nanocrystalline states of AMts alloy, produced under extreme effects]. *Pisma o materialah — Letters on materials*, 2013, vol. 3, no. 2 (10), pp. 126 – 129.
- Brodova I.G., Petrova A.N., Shirinkina I.G., Shorokhov E.V., Minaev I.V., Zhgilev I.N., Abramov A.V. Fragmentation of the structure in Al-based alloys upon high speed effect. Reviews on Advanced Materials Science, 2010, vol. 25, no. 2, pp. 128 – 135.
- Valiev R.Z., Alexandrov I.V. *Nanostructurnie materialy, poluchennye intensivnoy plasticheskoy deformatsiei* [Nanostructured materials produced by severe plastic deformation]. Moscow, Logos publ., 2000, 272 p.
- Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564 – 1583.
- Shalaeva E.V., Chernyshev Y.V., Smirnova E.O., Smirnov S.V. Lamellar structure and nanomechanical properties of quasicrystalline Al – Cu – Fe alloys. Physics of the Solid State, 2013, vol. 55, no. 11, pp. 2205 – 2214.

## References

- Shorokhov E.V., Zhgilev I.N., Valiev R.Z. *Sposob dinamicheskoy obrabotki materialov* [The method of dynamic deformation treatment of materials]. Patent Russian Federation 2283717, 2006, Bul. no. 26, p. 64.
- Zeldovich V.I., Frolova N.Yu., Kheifets A.E., Khomsкая I.V., Shorokhov E.V., Nasonov P.A., Ushakov A.A., Dobatkin S.V. Structure and mechanical properties of titanium subjected to high-rate channel angular pressing and deformation by rolling. The Physics of Metals and Metallography, 2011, vol. 111, no. 4, pp. 421 – 429.

*Статья поступила в редакцию 10.09.2015 г.*

*Петрова Анастасия Николаевна — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН) (620990, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18), кандидат физико-математических наук, научный сотрудник, специалист в области физики деформации, физики прочности, структурного анализа, материаловедения перспективных материалов. E-mail: petrova@imp.uran.ru.*

**Бродова Ирина Григорьевна** — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН) (620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18), доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник, специалист в области структурно-фазовых превращений. E-mail: brodova@imp.uran.ru.

**Шорохов Евгений Вениаминович** — Федеральное государственное унитарное предприятие “Российский Федеральный Ядерный Центр — Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е. И. Забабахина” (ФГУП “РФЯЦ – ВНИИТФ им. академ. Е. И. Забабахина”) (456770, г. Снежинск, Челябинская область, ул. Васильева, 13, а. я. 245), старший научный сотрудник, специалист в области физики ударных волн. E-mail: e.v.shorokhov@vniitf.ru.

---

## Structural refinement in Al – Mg – Mn alloy by the dynamic channel angular pressing method

A. N. Petrova, I. G. Brodova, E. V. Shorokhov

Here we provide structural characterization and hardness measurements results on Al – Mg – Mn A5083 alloy after deformation by dynamic channel angular pressing depending on different deformation regimes (strain rate and accumulated strain). The sample of aluminum alloy accelerates in the die with two intersecting channels up to the velocity of 400 – 500 m/s under an operation of the energy of powder gases. The sample deforms in simple shear regime with the strain rate of  $10^4$  –  $10^5$  s<sup>-1</sup>. This method combines shock wave loading and shear deformation. Such complex impact results in different structural states combine band structure and ultrafinegrained structure areas with low and high-angle grain boundaries, as well as coarsegrained structure areas with increased dislocation density, and dynamic recovered structures and structures of dynamic recrystallization. The average crystallites size achieved is 450 – 500 nm. The hardness increased up to 60 % compared with as produced rod.

**Key words:** dynamic deformation, channel angular pressing, structural characterization, aluminum alloy, hardness.

---

**Petrova Anastasiia** — M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (620990, Yekaterinburg, Russia, S. Kovalevskaya Str. 18), PhD, researcher, specialist in the field of physics of deformation, physics of strength, structural analysis, advanced materials. E-mail: petrovanastya@yahoo.com, petrova@imp.uran.ru.

**Brodova Irina** — M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (620990, Yekaterinburg, Russia, S. Kovalevskaya Str. 18), PhD, professor, chief researcher, specialist in a field of phase and structural transformations. E-mail: brodova@imp.uran.ru.

**Shorokhov Evgenii** — Zababakhin All-Russian Scientific Research Institute of Technical Physics (456770, Chelyabinsk region, Sneginsk, 13 Vasilieva Str.) senior researcher, specialist in a field of physics of shock waves. E-mail: e.v.shorokhov@vniitf.ru.