

Structure and mechanical properties of the Al-Cu-Mg alloy after severe plastic deformation

E.D. Khafizova^{1,†}, I.P. Iskandarova¹, P. K. Islamgaliev¹, D.L. Pankratov²

[†]ela.90@mail.ru

¹Ufa State Aviation Technical University, Karl Marks St 12, 450000 Ufa, Russia

²Kazan Federal University, Kremlin St 18, 420008 Kazan, Russia

At the present time, ultrafine-grained (UFG) metallic materials produced by severe plastic deformation (SPD) generate great interest. In our work we studied the structural features of ultrafine-grained samples of an Al-Cu-Mg alloy after multiple semi-closed forging (MSF) and equal-channel angular pressing (ECAP) at various temperatures. The mean grain size, as well as the shape and sizes of dispersed precipitates were determined by transmission electron microscopy (TEM). The ultimate tensile strength and elongation to failure of the UFG samples were evaluated by tensile testing. A scanning electron microscopy (SEM) was used to study the fracture surface of the samples after tensile tests. In the ECAP-processed samples, the deformation temperature was lower or equal to the temperature of aging, which resulted in a small grain size of the dispersed particles (30–70 nm) that contributed to the accumulation of a higher dislocation density and, grain refinement down to 200–830 nm. In the case of MSF processing, the temperature and time of deformation were significantly higher, which led to coarsening of particles (up to 150 nm and larger) and a larger grain size (630–980 nm). The role of a grain size and a size of dispersed particles in attaining higher strength in the ECAP-processed samples as compared with the MSF-processed samples is discussed.

Keywords: severe plastic deformation, strength, aluminum alloys, ultrafine-grained structure.

Структура и механические свойства алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg после интенсивной пластической деформации

Хафизова Э.Д.^{1,†}, Искандарова И.Р.¹, Исламгалиев Р.К.¹, Панкратов Д.Л.²

[†]ela.90@mail.ru

¹Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. Карла Маркса, 12, 450000 Уфа, Россия

²Казанский федеральный университет, ул. Кремлевская, 18, 420008 Казань, Россия

В настоящее время повышенный интерес вызывают ультрамелкозернистые (УМЗ) металлические материалы, полученные методом интенсивной пластической деформации (ИПД). В настоящей работе изучены структурные особенности ультрамелкозернистых образцов алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg после всесторонней полузакрытой ковки (ВПК) и равноканального углового прессования (РКУП) при различных температурах. С использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) определены средний размер зерна, а также форма и размеры дисперсных частиц выделений. Методом механических испытаний на растяжение определены предел прочности (временное сопротивление разрушению) и относительное удлинение до разрушения УМЗ образцов. Для изучения поверхности разрушения образцов после испытаний на растяжение был использован растровый электронный микроскоп (РЭМ). В РКУП образцах температура деформации была меньше или равна температуре старения, что привело к малому размеру дисперсных частиц (30–70 нм), которые способствовали накоплению большей плотности дислокаций и, соответственно, сильному измельчению зеренной структуры до 200–830 нм. В случае ВПК образцов температура и время деформации были существенно выше, что привело к укрупнению частиц (до 150 нм и более) и, соответственно, к большему размеру зерна (630–980 нм). Обсуждается роль размера зерен и размера дисперсных частиц в достижении более высоких прочностных свойств в РКУП образцах по сравнению с ВПК образцами.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, алюминиевые сплавы, ультрамелкозернистая структура, прочность.

1. Введение

В последние годы интенсивно развиваются методы получения ультрамелкозернистых (УМЗ) структур в различных металлах и сплавах. Установлено, что при достижении определенных степеней деформации сдвигом происходит сильное измельчение зеренной структуры в исходном крупнозернистом (КЗ) материале до среднего размера зерен 1 мкм и менее, что ведет к значительному повышению механических свойств [1-3].

Для измельчения зеренной структуры используют различные методы интенсивной пластической деформации (ИПД), в результате которой происходит многократная деформация сдвигом обрабатываемых материалов. Эти методы применяют для получения УМЗ структуры, как в чистых металлах, так и в различных сплавах на основе алюминия, магния, титана и других металлов [4,5].

Большой интерес к УМЗ структурам в алюминиевых сплавах во многом обусловлен ожиданием в них повышенных значений прочности, в соответствии с хорошо известным соотношением Холла-Петча, который описывает зависимость предела текучести от среднего размера зерна [6]. Так же в УМЗ алюминиевых сплавах возможно дополнительное повышение прочности за счет твердо-растворного и дисперсионного упрочнения.

Анализ литературных данных показывает, что алюминиевые сплавы системы Al-Cu-Mg являются перспективными для применения в качестве термически стабильных конструкционных материалов. При этом, прочностные свойства алюминиевого сплава могут быть существенно повышены путем измельчения зеренной структуры методами ИПД [4,5,7-9].

В связи с этим целью настоящей работы является установление связи между структурными особенностями и механическими свойствами УМЗ алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg подвергнутого двум различным методам ИПД, а именно, РКУП и ВПК.

2. Материал и методика исследования

Материалом для исследования был выбран алюминиевый сплав системы Al-Cu-Mg, химический состав которого, определенный оптико-эмиссионным методом приведен в таблице 1.

Перед проведением ИПД все заготовки алюминиевого сплава были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 530°C в течении 5 часов с последующей закалкой в воду для образования пересыщенного твердого раствора.

Для РКУП из исходного материала вырезали заготовки диаметром 20 мм и длиной 150 мм. Далее эти за-

Таблица 1. Химический состав алюминиевого сплава Al-Cu-Mg, вес. %

Fe	Si	Mn	Ti	Al	Cu	Mg	Zn
0,17	0,05	0,33	0,02	92,8	5,69	0,69	0,13

готовки неоднократно продавливали в специальной оснастке через два канала с одинаковыми поперечными сечениями, пересекающимися под углом 90°. РКУП проводили по маршруту Вс (после каждого прохода заготовку поворачивали вокруг своей продольной оси на угол 90° только по часовой стрелке) при температурах 125, 150, 175 и 200°C. Количество проходов выбирали исходя из критерия сохранения целостности заготовок. Режимы представлены в таблице 2, где также рассчитана степень эквивалентной деформации [1,10].

В методе ВПК на каждом этапе ковки меняли направление деформирования последовательно по трем осям координат. Ковку образцов, размеры которых составляли 45×45×65, осуществляли в полости штампа по схеме плоскодеформированного состояния [11]. ВПК проводили с понижением температуры по режимам: 203-190°C, 6 переходов; 220-190°C, 15 переходов; 350-270°C, 27 переходов. Степени эквивалентной деформации приведены в таблице 2 [6].

Структурные исследования выполнены на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Микроскоп оснащен приставкой INCAx-sight, позволяющей проводить элементный энерго-дисперсионный анализ частиц. Объекты исследований для ПЭМ готовили двухсторонней струйной электрополировкой на приборе Типрол-5 в электролите следующего состава: 400 мл уксусная кислота, 300 мл ортофосфорная кислота, 200 мл азотная кислота, 100 мл воды. Средний размер зерен, а также частиц оценивали методом случайных секущих по темнопольным и светлопольным изображениям микроструктуры.

Микротвердость определяли по методу Виккерса на приборе Buehler «Micromet 5101» с пирамидальным алмазным индентором при нагрузке 0,1 кг и длительности выдержки под нагрузкой 10 секунд.

Таблица 2. Режимы обработки сплава

Table 2. Processing regimes

Обработка	Число проходов РКУП / число переходов ВПК	Суммарная истинная степень деформации, ε_{Σ}
Treatment	Number of ECAP passes / number of MSF transition	Total true degree of strain, ε_{Σ}
РКУП 125°C	4	4,6
ECAP 125°C		
РКУП 150°C	6	6,9
ECAP 150°C		
РКУП 175°C	10	11,5
ECAP 175°C		
РКУП 200°C	10	11,5
ECAP 200°C		
ВПК 203-190°C	6	2,4
MSF 203-190°C		
ВПК 220-190°C	15	6,1
MSF 220-190°C		
ВПК 350-270°C	27	11
MSF 350-270°C		

Испытания на статическое растяжение проводили на машине для испытаний малых образцов с размерами базы $0,65 \times 0,72 \times 4$ мм [12]. Для изучения поверхности рельефа разрушенных образцов применяли растровый электронный микроскоп JSM-6390 с ускоряющим напряжением 30 кВ.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Структурные исследования

Структура после стандартной термообработки, включающей нагрев при температуре 530°C в течении 1 часа, последующую закалку в воду и старение при температуре 180°C в течении 14 часов, характеризовалась равноосными зернами с размером 72 мкм. В структуре сплава присутствовали выделения, расположенные по границам зерен и внутри зерен.

Всесторонняя ковка во всех трех состояниях привела к сильному измельчению зеренной структуры и дополнительному выделению дисперсных частиц. В частности, после ВПК при температуре $203\text{-}190^{\circ}\text{C}$ была выявлена субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций внутри зерен, со средним размером субзерен 630 нм. Наблюдались частицы трех разных типов: глобулярной формы со средним размером примерно 70 и 15 нм, а также вытянутой формы длиной примерно 70 нм. По данным энерго-дисперсионного анализа глобулярные частицы были идентифицированы как выделения фазы CuAl_2 , а удлиненные частицы как выделения фазы Al_2CuMg .

После ВПК при $220\text{-}190^{\circ}\text{C}$ также наблюдалась субзеренная структура, но при этом средний размер субзерен был немного выше и составил 750 нм. На снимках отчетливо видно скопление дислокаций около дисперсных частиц, которые являются препятствием для движения дислокаций (рис.1a). Обнаружено несколько типов частиц: глобулярной формы со средним размером примерно 30 и 80 нм, большие частицы со средним размером 150 нм, а также частицы вытянутой формы шириной примерно 70 нм и длиной 600 нм (рис.16).

После ВПК при $350\text{-}270^{\circ}\text{C}$, 27 переходов сформировалась равноосная зеренная структура со средним размером зерна 980 нм (рис. 2a,б). Обнаружены частицы также трех типов, но размеры их существенно увеличи-

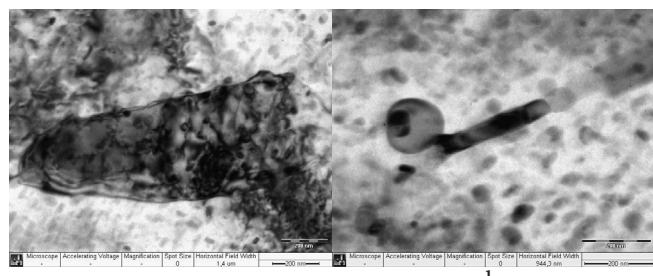


Рис. 1. Микроструктура после ВПК при $220\text{-}190^{\circ}\text{C}$: (а) субзерно; (б) дисперсные частицы.

Fig. 1. Microstructure after MSF at $220\text{-}190^{\circ}\text{C}$: (a) subgrain; (b) dispersed particles.

лись: глобулярной формы со средним размером примерно 200 и 50 нм, а также частицы вытянутой формы длиной примерно 100 нм.

Применение РКУП привело к более сильному измельчению зеренной структуры, по сравнению с образцами, подвергнутыми РКУП. В частности, в образцах, подвергнутых РКУП при 125°C , 4 прохода наблюдали полосовую субзеренную структуру со средней шириной полос 250 нм (рис.3а), а так же отдельные участки, на которых была сформирована УМЗ структура со средним размером зерен 200 нм (рис.3б).

После РКУП при 150°C , 175°C и 200°C средний размер субзерен/зерен составил 400, 500 и 830 нм, соответственно. Так же были обнаружены частицы выделений глобулярной формы средний размер которых был равен 30, 50, 60 и 70 нм после РКУП при 125°C , 150°C , 175°C и 200°C , соответственно [12].

3.2. Механические свойства

Формирование УМЗ структуры в сплаве системы Al-Cu-Mg методом ВПК привело к существенному снижению микротвердости и предела прочности, по сравнению с образцом подвергнутом стандартной обработке (таблица 3). При этом ВПК образцы проявили также невысокую пластичность. Разупрочнение в ВПК образцах можно объяснить, очевидно, снижением роли дисперсионного упрочнения вследствие укрупнения частиц выделений в результате деформационной обработки при температурах выше температуры старения в исследуемом сплаве.

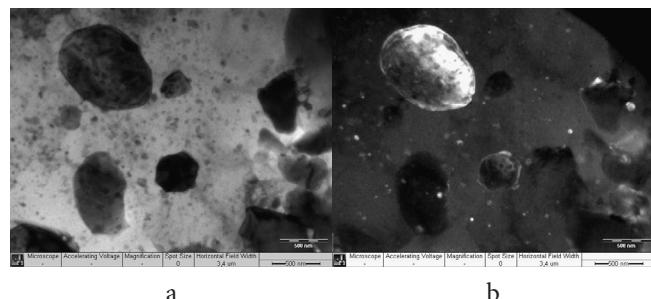


Рис. 2. Микроструктура сплава системы после ВПК при $350\text{-}270^{\circ}\text{C}$, 27 переходов: (а) светлопольное изображение; (б) темнопольное изображение.

Fig. 2. Microstructure after MSF at $350\text{-}270^{\circ}\text{C}$: (a) bright-field image; (b) dark -field image.

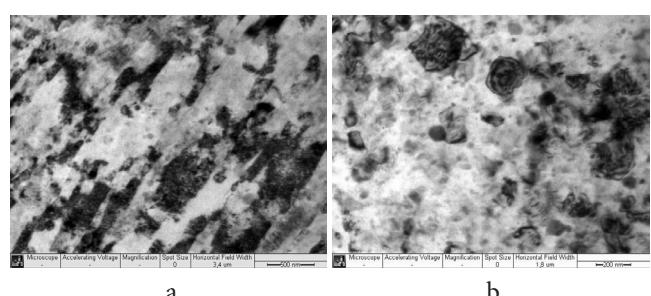


Рис. 3. Микроструктура после РКУП при 125°C : (а) полосовая структура; (б) ультрамелкозернистая структура.

Fig. 3. Microstructure after ECAP at 125°C : (a) band structure, (b) ultrafine-grained structure.

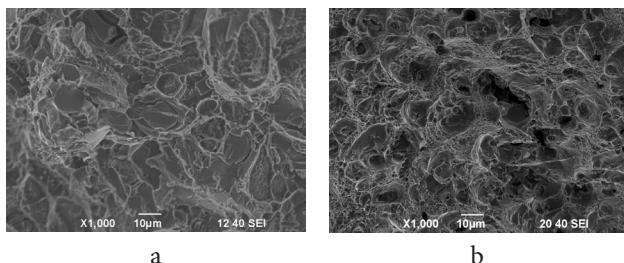


Рис. 4. Поверхность разрушения УМЗ образцов после механических испытаний на растяжение: (а) ВПК 203-190°C; (б) РКУП 125°C.

Fig. 4. Fracture surface of UFG samples after tensile tests: (a) MSF 203-190°C, (b) ECAP 125°C.

Все РКУП образцы показали более высокие значения микротвердости и предела прочности по сравнению с образцами, подвергнутыми стандартной обработке. В частности, наиболее высокие значения микротвердости (1912 МПа) и предела прочности (635 МПа) продемонстрировали образцы, подвергнутые РКУП при температуре 125°C. При этом они сохранили достаточно хорошую пластичность (относительное удлинение до разрушения), примерно 11 % (таблица 3).

Повышенная прочность РКУП образцов при комнатной температуре является, очевидно, результатом сильного измельчения зернистой структуры и дисперсионного упрочнения. Вместе с тем сохранение пластичности можно объяснить, тем что размер зерен в РКУП образцах остался выше 400 нм, то есть значительно выше тех размеров, с которых начинается ограничение процессов зарождения и движения дислокаций.

На поверхности разрушения всех образцов, подвергнутых ВПК, наблюдали фасетки скола, которые свидетельствовали о хрупком характере разрушения (рис.4а). Тогда как в РКУП образцах часто встречался ямочный рельеф (рис. 4б), который, как известно, является признаком вязкого разрушения, при котором образование ямок происходит в результате зарождения, роста и слияния микропор.

4. Заключение

Формирование УМЗ структуры в исследуемом сплаве происходило в результате наложения больших степеней деформации сдвигом и повышенной температуры деформационной обработки. В этих условиях измельчение зернистой структуры сопровождалось процессом распада твердого раствора в результате динамического старения.

В РКУП образцах температура деформации была меньше или равна температуре старения, что привело к малому размеру дисперсных частиц (30-70 нм), которые способствовали накоплению большей плотности дислокаций и, соответственно, сильному измельчению зернистой структуры до 200-830 нм. В случае ВПК образцов температура и время деформации были существенно выше, что привело к укрупнению частиц (до 150 нм и более) и, соответственно, к большему размеру зерна (630-980 нм).

Таблица 3. Механические свойства алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg при комнатной температуре

Table 3. Mechanical properties of the Al-Cu-Mg alloy at room temperature

Обработка	Микротвердость, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Treatment	Microhardness, MPa			
ВПК 203-190°C	1170 ± 52	270	340	2,5
MSF 203-190°C				
ВПК 220-190°C	1180 ± 50	200	210	4,9
MSF 220-190°C				
ВПК 350-270°C	1230 ± 60	240	270	8,5
MSF 350-270°C				
РКУП 125°C	1912 ± 62	610	635	11
ECAP 125°C				
РКУП 150°C	1802 ± 50	588	624	9
ECAP 150°C				
РКУП 175°C	1488 ± 41	436	460	14
ECAP 175°C				
РКУП 200°C	1429 ± 58	352	420	13,5
ECAP 200°C				
Стандартная обработка	1420± 43	300	400	6
Standard treatment				

Сочетание меньшего размера зерна и дисперсных частиц выделений способствовало значительному повышению прочностных свойств РКУП образцов (до 635 МПа), тогда как укрупнение частиц выделений в ВПК образцах привело к их разупрочнению (до 340 МПа) по сравнению с образцами, подвергнутыми стандартной обработке (400 МПа).

Благодарность. Исламгалиев Р.К., Хафизова Э.Д. выражают благодарность финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках базовой части государственного задания образовательным организациям. Панкратов Л.Д. выражает благодарность за средства, выделенные в рамках государственной поддержки Казанского (Приволжского) федерального университета.

Acknowledgements. R. Islamgaliev and E.Khafizova would like to acknowledge the support from the Russian Ministry of Education and Science within the basic part of the program for universities. L. Pankratov would like to acknowledge the support from the to the Russian Goverment Program of Competitive Growth of Kazan Federal University.

Литература / References

1. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Progress in Materials Science. 45, 103-189 (2000).

2. Valiev R. Z., Langdon T. G. Progress in Materials Science. 51, 881-981 (2006). Doi:10.1016/j.pmatsci.2006.02.003
3. Zhilyaev A. P., Langdon T. G. Progress in Materials Science 53, 893–979 (2008).
4. Nanomaterials by severe plastic deformation. Proceedings of international conference NanoSPD5. Edited by J.T. Wang, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon. Materials Science Forum. 667-669 (2011) 1-1224.
5. Nanomaterials by severe plastic deformation. Proceedings of international conference NanoSPD6.IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 63 (2014) 012001-012173.
6. Zolotorevskii V.S. Mechanical properties of metals. - M.: Metallurgy, 1983. – p.352 (in Russian) [Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.]
7. Nurislamova G., Sauvage X., Murashkin M., Islamgaliev R., Valiev R. Phil. Mag. Lett. 88, 6 ,459-466 (2008).
8. Sabirov I.N, Yunusov N.F, Islamgaliev R.K, Valiev R.Z. The Physics of Metals and Metallography. 93(1) p 94-99 (2002) (in Russian) [Сабиров И.Н., Юнусова Н.Ф., Исламгалиев Р.К., Валиев Р.З.. Физика металлов и металловедение. 93, 1 с 94-99 (2002)].
9. Kim W.J., Chung C.S., Ma, S.I.Hong D.S., Kim H.K... Scripta mater. 49 (2003) 333-338.
10. Segal V.M, Reznikov, V.I, Kopylov V.I. Processes of structure metal plastic. Minsk: Science and Technology, 1994. –p.232 (in Russian) [Сегал В.М., Резников В.И., Копылев В.И. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск: Наука и техника, 1994. -232 с.]
11. Patent RF № 2393936. 10.07.2010 (in Russian) [Патент РФ № 2393936. 10.07.2010].
12. Kulyasova O.B, Islamgaliev R.K, Valiev R.Z, FMM T100 №3. Р 83-90 (2005) (in Russian) [Кулясова О.Б., Исламгалиев Р.К., Валиев Р.З. ФММ Т100 №3. С 83-90 (2005)].
13. Khafizova E., Islamgaliev R. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 63 (2014) 012081. Doi:10.1088/1757-899X/63/1/012081.