

## ЭФФЕКТ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО И ПОВТОРНОГО СТАРЕНИЯ НА НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ И УПРОЧНЕНИЕ ИНТЕНСИВНО ДЕФОРМИРОВАННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16

М.В. Маркушев\*, Е.В. Автократова, Р.Р. Ильясов, С.В. Крымский, О.Ш. Ситдилов

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, г. Уфа, 450001, Россия

\*e-mail: mvmark@imsp.ru

**Аннотация.** Исследовали влияние предварительной и последующей термообработки на структуру и твердость интенсивно деформированного сплава Д16. Закаленный и состаренный при 190°C от 1 до 10 часов сплав подвергли кручению под высоким давлением (КВД) ( $N=10$  об.,  $T_{\text{ком}}$ ), а затем повторному старению при 100°C до 100 часов. Несмотря на повышение твердости сплава на ~40 HV при старении перед КВД и формирование в состаренном сплаве менее развитой наноструктуры при КВД, чем в предзакаленном, твердость всех состояний после КВД была близка и составила  $260 \pm 10$  HV. Повторное старение оказалось эффективным для всех состояний сплава, кроме состаренного на максимальную твердость, и повысило их твердость на 20-50 HV.

**Ключевые слова:** алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, наноструктура, старение.

### 1. Введение

Исследования последних десятилетий показали наличие значительного потенциала улучшения служебных свойств традиционных конструкционных металлических материалов за счет разработки и использования новых методов управления их структурно-фазового состояния без изменений химического состава. К наиболее эффективным относят получение наноструктур с размером как минимум одной из основных структурных составляющих или фазовых компонент менее 100 нм [1-3]. Из-за сравнительной простоты и применимости ко всем классам кристаллических материалов, особый интерес вызывает «деформационное» наноструктурирование (НС), основанное на так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД).

В настоящее время разработан ряд методов ИПД, получен и изучен широкий спектр НС металлических материалов, проводятся работы по внедрению их в промышленность [1-9]. Однако, несмотря на огромный объем исследований, до сих пор еще во многом не ясны механизмы и факторы, отвечающие за эффективность формирования новых наноразмерных фаз (зерен). К малоизученным вопросам относится также влияние исходного структурно-фазового состояния на структуру и свойства материалов после обработки с ИПД. Применительно к деформируемым алюминиевым сплавам, эти вопросы практически сводятся к выявлению роли вторых фаз. При этом в литературе нет однозначного мнения об их роли. Так, например, в [10,11] утверждается, что введение дисперсных частиц и/или увеличение их объемной доли приводит к получению ИПД структур с меньшим размером и большей долей новых зерен. А в работах [12-14] было показано, что предварительное искусственное старение высокопрочных сплавов с формированием высокой плотности наноразмерных

выделений упрочняющих фаз, напротив, может полностью подавить развитие динамических рекристаллизационных процессов и, соответственно, наноструктурирование их матрицы, что может оказывать существенное влияние на механические свойства.

Для дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов актуальным вопросом также является эффективность использования в обработке с ИПД повторного старения [15]. Помимо формирования новых границ раздела и изменения плотности дислокаций, вызывающих изменение прочности сплавов в соответствии с соотношениями Холла-Петча [16,17] и Бейли-Хирша [18], их механические свойства после повторного старения могут заметно меняться в результате изменений вкладов твердорастворного упрочнения и дисперсионного твердения по механизмам Лабуша и Флейшера [19,20], а также Мота и Орована [21], соответственно. Хотя сам по себе вклад твердорастворного упрочнения в прочность ИПД наноструктурных материалов обычно небольшой, и по некоторым оценкам не превышает 10-15% [22,23], атомы растворенных легирующих элементов в пересыщенном алюминиевом твердом растворе могут обеспечить заметное последеформационное упрочнение путем образования новых выделений упрочняющих фаз [24-26]. При этом их формирование во время старения после ИПД будет проходить иначе, чем в недеформированной матрице: более гетерогенно, с большей интенсивностью и с измененной стадийностью распада твердого раствора [27-30], обусловленных большой протяженностью новых границ кристаллитов и дефектностью строения их тела и границ, а также одновременным активным прохождением процессов возврата и рекристаллизации [29-35]. Поэтому определение оптимальных режимов повторного старения является комплексной задачей, требующей четкого физического понимания природы процессов преобразования ИПД структуры и их температурно-временных параметров, обеспечивающих упрочнение либо разупрочнение материалов.

Цель работы – исследовать феноменологию и природу влияния предварительного и повторного старения на наноструктурирование и твердость среднепрочного алюминиевого сплава Д16, подвергнутого ИПД.

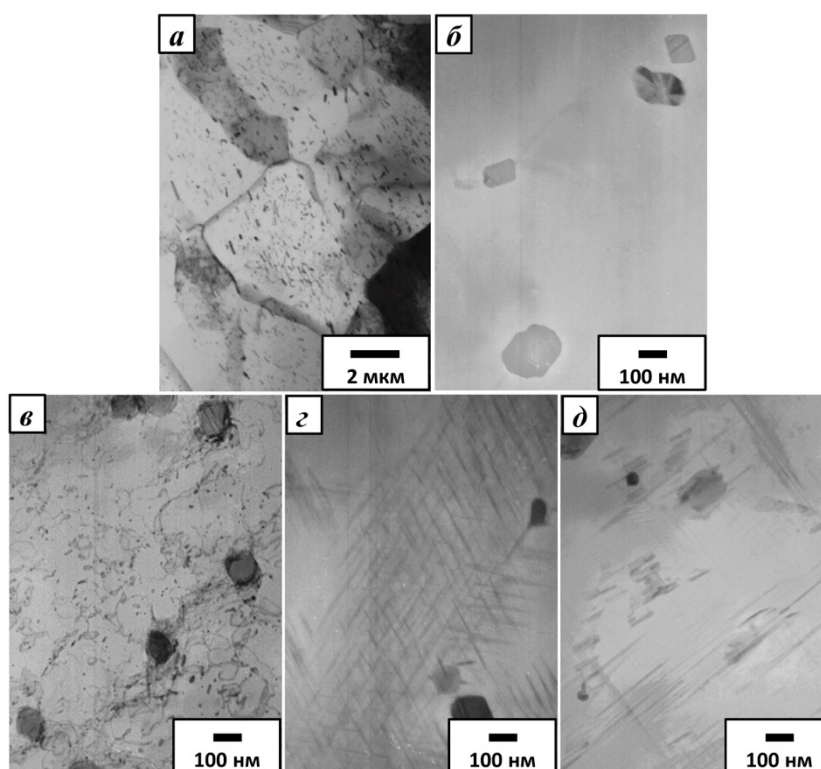
## 2. Материал и методы эксперимента

Материалом исследования служил промышленный горячепрессованный прутки сплава Д16 стандартного химического состава (Al-4.4Cu-1.4Mg-0.7Mn, вес.%). Образцы для исследований в форме диска диаметром 20 и толщиной 2 мм, вырезанные из прутка поперек его оси, сначала закачивали в воду с температуры 505°C, затем часть из них искусственно старили от 1 до 10 часов при 190°C. ИПД реализовали кручением под высоким давлением (КВД) на наковальне Бриджмена (10 оборотов под давлением 6 ГПа) при комнатной температуре. Образцы сплава деформировали в закаленном, недостаренном (после 1, 2 и 5 часов старения) и состаренном на максимальную твердость (после 10 часовой выдержки) состояниях. Повторное старение ИПД сплава проводили при температуре 100 °C и выдержке до 100 часов.

Структуру сплава анализировали на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL 2000EX. Объекты для ПЭМ исследований получали электролитической полировкой на приборе TenuPol-5 при -28°C в 20% растворе HNO<sub>3</sub> в CH<sub>3</sub>OH. Микротвердость определяли на приборе ИТВ-1-М при нагрузке 1 Н. Твердость и структуру сплава исследовали на середине радиуса диска. Погрешность измерения всех параметров структуры и твердости не превышала 5% при доверительной вероятности 0.9.

### 3. Результаты и обсуждение

Исходный горячепрессованный пруткок сплава Д16 после закалки имел преимущественно грубоволокнистую, частично рекристаллизованную структуру (толщина волокон  $\sim 100$ - $200$  мкм, размер зерна  $\sim 5$  мкм, субзерна  $\sim 2$  мкм) (см. более подробно в [29,30]). По границам волокон и зерен располагались грубые частицы избыточных и примесных фаз, а в их теле – вытянутые вдоль направления прессования выделения Т-фазы ( $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ ) (Рис. 1а и б). По данным ПЭМ средняя длина и толщина таких частиц была  $330$  и  $70$  нм, соответственно, а плотность доходила до  $4 \times 10^2$  мкм $^{-3}$ . При последующем старении, вследствие распада предварительно пересыщенного Cu и Mg алюминиевого твердого раствора, в дополнение к этим фазам сначала выделялись зоны Гинье-Престона-Багаряцкого, которые с увеличением длительности старения трансформировались в метастабильные пластинчатые выделения S'-фазы ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). При этом длина выделений увеличивалась интенсивнее, чем их толщина, и после 10-ти часовой выдержки средние размеры достигали  $205 \times 8$  нм при плотности  $3\text{-}4 \times 10^3$  мкм $^{-3}$  (Рис. 1г и д).

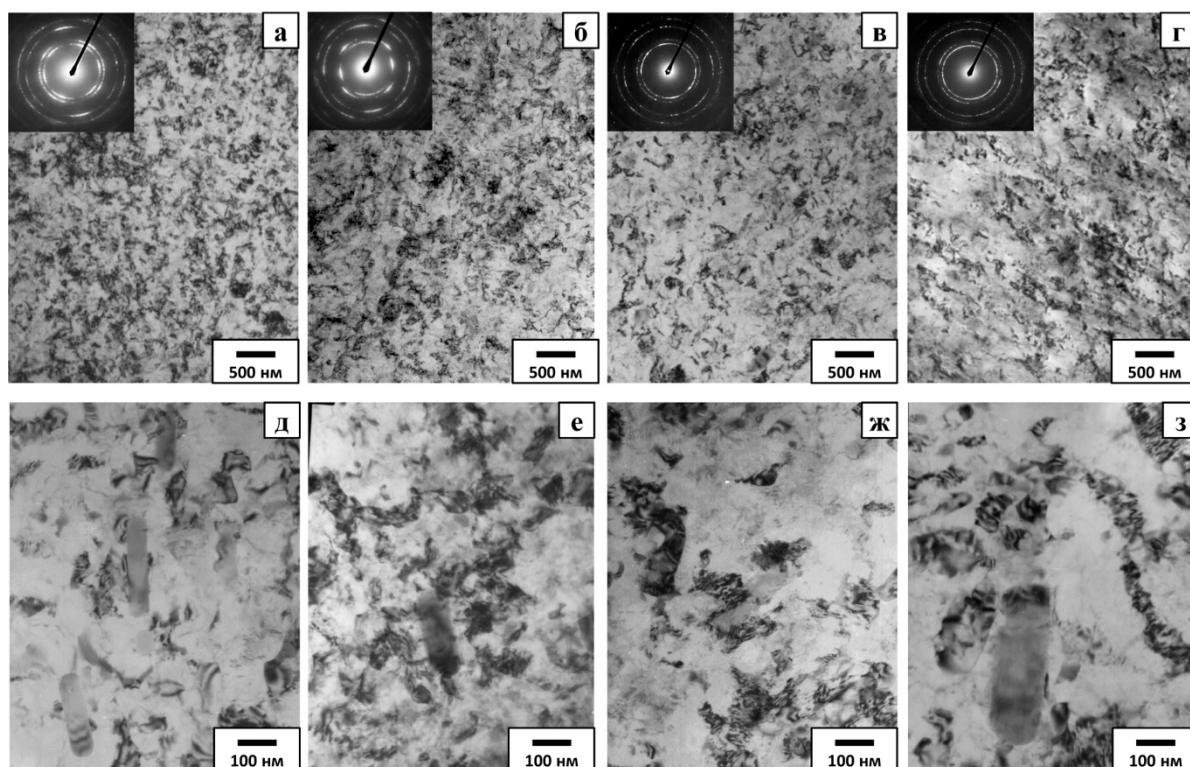


**Рис. 1.** ПЭМ структура закаленного (а и б) и состаренного при  $190^\circ\text{C}$  в течение 1 (в), 5 (г) и 10 (д) часов прутка сплава; а – продольное сечение, б-г - поперечное сечение.

Грубые частицы – выделения Т-фазы, тонкие пластинчатые частицы – S-фазы.

Из вида дифрактограмм и светлопольных ПЭМ изображений следует (рис. 2), что в процессе КВД все исходные состояния сплава приобретали однотипную фрагментированную наноструктуру (под фрагментами понимали области кристалла, отделенные от соседних как малоугловыми, так и большеугловыми границами). При этом, судя по однородности и равномерности ПЭМ контраста, полученного, в том числе и от границ фрагментов, наноструктура была наиболее дисперсная (развитая) в предзакаленном сплаве, в матрице которого присутствовали лишь неперерезаемые дислокациями выделения Т-фазы (Рис. 2а) (размер фрагментов составил  $\sim 75$  нм). Обращает на себя внимание также и то, что вблизи этих фаз наблюдались наноразмерные

фрагменты со специфическим контрастом, часто аттестуемые как, например в [7,9], сильнодеформированные нанозерна с неравновесными большеугловыми границами (БУГ) (Рис. 2д-з). Причем такие кристаллиты не были единичны и формировали области (колонии) в «окружении» частиц Т-фазы. Этот факт свидетельствует о том, что данные частицы активно участвовали в наноструктурировании матрицы при ИПД, как минимум образовывали вблизи них дислокационные скопления и активизировали локальные развороты решетки с последующей трансформацией в новые зерна по механизму прерывистой динамической рекристаллизации. Кроме того, формирование новых зерен, видимо, осуществлялось и по механизму непрерывной рекристаллизации, связанной с образованием разориентированных областей (фрагментов) и трансформацией их границ в БУГ.



**Рис. 2.** ПЭМ структура предварительно закаленного (а, д) и состаренного при 190°C в течение 1 (б, е), 5 (в, ж) и 10 (г, з) часов КВД сплава. (плоскость кручения).

С формированием и ростом выделений S-фазы в исходных состаренных заготовках равномерность ПЭМ контраста и дисперсность наноструктуры уменьшались. Это выражалось, прежде всего, в увеличении размеров и доли разориентированных областей с увеличением длительности предварительного старения (Рис. 2 б-г). При этом, вблизи частиц Т-фазы размеры этих областей и составляющих их наноразмерных зерен и субзерен становились меньше, вплоть до формирования лишь отдельных кристаллитов в объеме состаренного в течение 10 часов сплава (Рис. 2г). Таким образом, с увеличением длительности старения доля наноструктуры уменьшалась и вместо фрагментов в развивающейся структуре все больше фиксировались скопления дислокаций высокой плотности. В результате, в состаренных состояниях формировалась менее разориентированная, но более однородная деформационная структура, отличающаяся более равномерным распределением дислокаций, ячеек и дислокационных границ (Рис. 2г). Природа такого поведения сплава также обусловлена взаимодействием решеточных дислокаций с частицами. Только в случае состаренных состояний -

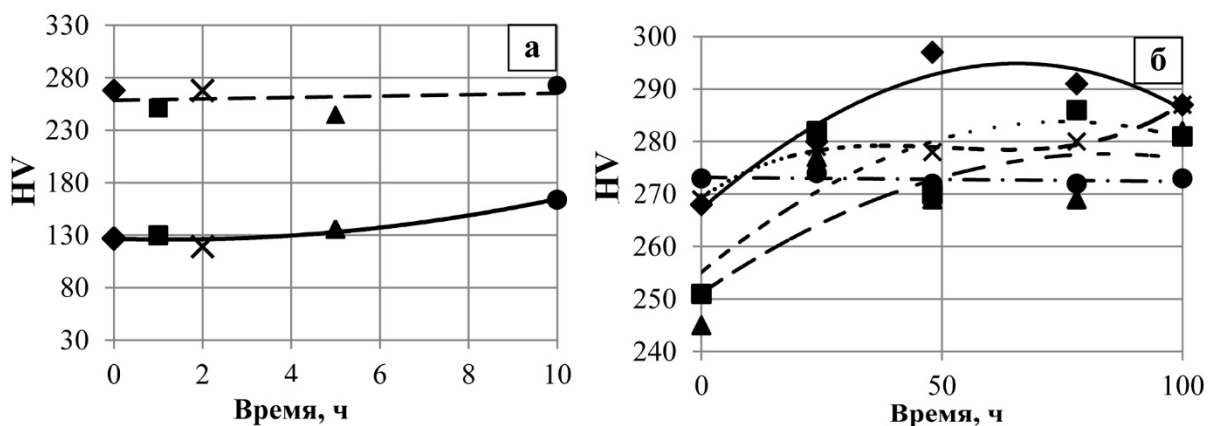
преимущественно с выделениями основной упрочняющей фазы, имеющими характерную пластинчатую форму, наноразмеры, специфическое строение межфазной границы и на порядок большую плотность. Принято считать, что основная роль таких частиц - выступать в качестве стопоров движения дислокаций и способствовать упрочнению сплава [1-4]. В данном же случае, они выполняли еще одну важную роль – гомогенизировали макро- и микропластическую деформацию и, соответственно, способствовали уменьшению локальных концентраций дефектов/напряжений и сохранению сплошности заготовки. Однако повышение плотности выделений при старении и связанное с этим затруднение перераспределения дефектов при ИПД отрицательно сказались на процессах как прерывистой, так и непрерывной динамической рекристаллизации. Прежде всего, был затруднен динамический возврат, контролирующий интенсивность преобразования дислокационной структуры в зеренную. С повышением длительности старения, перестройка дислокационных структур при КВД усложнялась, в том числе и вследствие увеличения количества неперерезаемых частиц за счет роста выделений S-фазы. При этом из-за малых межчастичных расстояний, такие выделения не могли играть роль мест «стимулированного» (гетерогенного) зарождения новых зерен.

Оценка микротвердости показала, что в исходно закаленном состоянии сплав имел твердость около 125 HV, которая в процессе старения возрастала и после 10 часов достигала 165-170 HV (Рис. 3а). Такое поведение обеспечивали два основных процесса. Прежде всего, закалка, приводившая к твердорастворному упрочнению за счет фиксации пересыщенного Mg и Cu алюминиевого твердого раствора. Затем старение, при котором, с одной стороны, сплав разупрочнялся из-за уменьшения легированности матрицы вследствие распада алюминиевого твердого раствора, но с другой, одновременно и упрочнялся за счет дисперсионного твердения, обусловленного образованием и ростом зон и выделений S'-фазы. При выдержках до 5 часов эффект дисперсионного твердения был незначительным и лишь компенсировал потери твердорастворного упрочнения. При старении же на максимальную прочность вклад дисперсионного твердения был заметно больше, что выразилось в приросте твердости сплава на 40-50 единиц.

Судя по данным на рис. 3а, упрочнение сплава при ИПД было неодинаковым по величине и определялось степенью гетерогенности его исходной структуры. В соответствии с данными структурных исследований, наибольшее упрочнение было связано с формированием наиболее дисперсной наноструктуры, что продемонстрировал предзакаленный сплав. С увеличением же длительности старения, прирост твердости при ИПД уменьшался. Вместе с тем, обращает на себя внимание то, что независимо от исходной твердости и разницы в формирующейся структуре, абсолютный уровень твердости всех состояний после ИПД был близок. Природа такого поведения не может быть объяснена особенностями наноструктурного строения матрицы, описанными выше, как и эффектом наноразмерных выделений вторых фаз. Вероятно, его причины объясняются процессами, протекающими на более тонком уровне – на уровне взаимодействия дислокаций с кластерами, содержащими атомы Cu и Mg – фрагментами зон и метастабильных фаз, формирующимися при ИПД. Такая точка зрения была высказана и обоснована в работе [37], а представленные в настоящем исследовании результаты сопоставительного анализа структуры и механических свойств выступают в ее поддержку.

При повторном старении сплав практически во всех ИПД состояниях дополнительно упрочнялся, за исключением состаренного на максимальную твердость, изменение твердости которого находилось в пределах ошибки измерений (рис. 3б). Предзакаленный и недостаренный сплав демонстрировал упрочнение 15-35 HV, которое преимущественно реализовывалось в интервале выдержек до 50 часов. Наибольшая

твердость наблюдалась в исходно закаленном состоянии после 50-ти часового повторного старения и была зафиксирована на уровне чуть меньше  $\sim 300$  HV, являясь рекордной для ИПД обработанных дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов промышленных композиций.



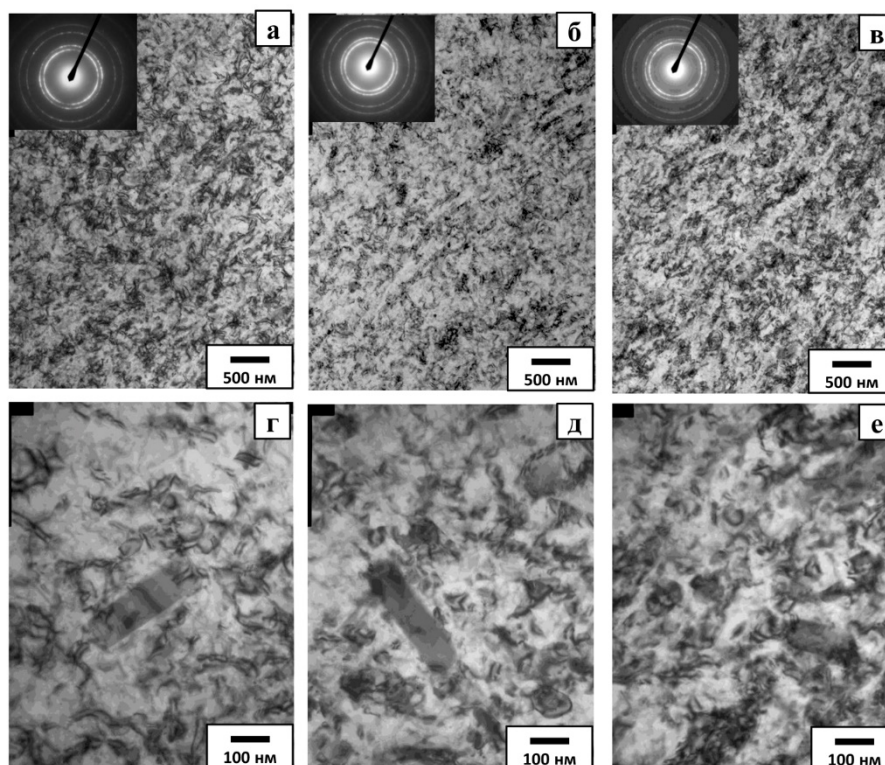
**Рис. 3.** Зависимости твердости сплава от времени предварительного при  $190^{\circ}\text{C}$  (а) и повторного при  $100^{\circ}\text{C}$  старения (б).

На (а) одинаковыми символами обозначена твердость сплава после закалки (◆) и старения (■, x, ▲ и ●) с соответствующей выдержкой (—), и последующего КВД (---); на (б) символы и твердость при нулевой выдержке соответствуют режимам предварительной термообработки и твердости состояний сплава после КВД на рис. а

Природу упрочнения при старении сплава Д16, подвергнутого ИПД, авторы изучали в предыдущих работах [29,30] после обработки, включавшей предварительную закалку и криогенную прокатку. Было показано, что в сильно деформированном сплаве, даже без формирования нанокристаллической структуры, изменяется стадийность и кинетика распада алюминиевого твердого раствора, а также природа и морфология его продуктов. При этом новые межкристаллитные границы, формирующиеся при прокатке, являлись местами преимущественного зарождения выделений, а увеличение скорости диффузии вдоль границ фрагментов и дислокационных трубок обеспечивало большую скорость коагуляции частиц, приводившей к более крупным и компактным выделениям вторичных упрочняющих фаз. С другой стороны, более быстрое обеднение твердого раствора и укрупнение продуктов распада способствовало ускорению процессов возврата и более быстрому формированию равновесной (суб)зеренной структуры при последеформационном отжиге в результате развития процессов полигонизации и статической рекристаллизации. Последние, в свою очередь, оказывали влияние на размеры, форму и природу продуктов распада. В частности, в областях, где проходила рекристаллизация, вместо ожидаемых пластинчатых выделений S-фазы наблюдали крупные компактные выделения  $\theta$ -фазы.

Все вышесказанное может быть отнесено и к наблюдаемому в настоящей работе поведению сплава при использовании метода КВД для его наноструктурирования. Так из данных на рис. 2 и 3 следует, что дислокационная структура, формирующаяся в недостаренных состояниях, обеспечивает несколько меньшую скорость упрочнения при повторном старении, чем наноструктура, формирующаяся в предварительно закаленном сплаве.





**Рис. 4.** ПЭМ структура сплава после КВД и повторного старения при 100°C длительностью 100 часов: предварительно закаленный (а,г), состаренный при температуре 190°C в течении 1 часа (б,д) и 10 часов (в,е) (плоскость кручения).

Одна из причин, видимо, заключается в том, что более разориентированная и равновесная ИПД структура обеспечивала более быстрый и однородный распад твердого раствора и более интенсивное формирование выделений упрочняющих фаз. Хотя при этом, основным фактором все же следует считать различную пересыщенность алюминия легирующими элементами к моменту завершения КВД. Судя по полученным данным, эта пересыщенность соответствовала достигнутой на стадии предварительной термообработки и при КВД не претерпевала значительных изменений. Из этого следует вывод о том, что при КВД не имели место значимые процессы динамического старения или растворения выделений упрочняющих фаз.

Последующее разупрочнение сплава при повторном старении более 50 часов было вызвано развитием процессов возврата и рекристаллизации. Об этом же свидетельствовал ПЭМ анализ структуры исходно закаленного и состаренного 1 и 10 часов сплава после КВД и 100 часового отжига при 100°C (Рис. 4). Во всех указанных состояниях при повторном старении деформационная структура трансформировалась в более однородную и равновесную наноструктуру с формированием по всему объему новых равноосных нанокристаллитов с более четким экстинционным ПЭМ контрастом. Наиболее активно данный процесс протекал в состаренном на максимальную твердость сплаве с наиболее крупными выделениями перед КВД (рис. 4е). Одновременно качественно изменялись и дифрактограммы: азимутальное размытие рефлексов, характерное для ИПД состояний (рис. 2 а-г), заменялось кольцевым (рис. 4 а-в), также свидетельствуя об активном развитии при повторном старении статического возврата и рекристаллизации.

## 5. Выводы

1. Установлено, что при КВД предварительно закаленного сплава Д16 формировалась сравнительно однородная нанокристаллическая структура матрицы со средним размером кристаллитов (зерен и фрагментов) ~75 нм и высокой плотностью решеточных дислокаций. Предварительная упрочняющая термообработка (закалка и старение при 190°C) сплава приводила к формированию менее дисперсной и однородной наноструктуры, в которой с увеличением длительности старения до 10 часов увеличивалась доля нерекристаллизованных областей, состоящих из сильно наклепанных фрагментов исходных зерен (волокон).

2. Выделение в процессе предварительного старения метастабильной S'-фазы в исходной структуре сплава Д16 затрудняет протекание динамической рекристаллизации и формирование нанокристаллической структуры матрицы даже при больших степенях ИПД. Причина - увеличение плотности пространственного распределения частиц и соответствующее уменьшение межчастичного расстояния, ведущего к повышению однородности дислокационного скольжения и подавлению динамического возврата.

3. Несмотря на более высокую твердость сплава в предварительно состаренных состояниях, наибольшую твердость – около 270 HV демонстрировал предварительно закаленный КВД сплав вследствие формирования в нем наиболее однородной и дисперсной наноструктуры матрицы. При этом твердость всех состаренных состояний после КВД была меньше, достигая минимума около 240 HV после 5-ти часового старения.

4. Повторное старение при 100°C приводило к дополнительному (до 50 HV) упрочнению всех ИПД состояний сплава, за исключением предварительно состаренного на максимальную твердость. Наибольший прирост и абсолютные значения твердости (чуть меньше 300 HV) были зафиксированы в исходно закаленном сплаве после ИПД и 50-ти часового старения. При более длительных выдержках (до 100 часов) во всех исследованных состояниях фиксировался приблизительно одинаковый уровень твердости – около 275±10 HV.

5. Развитие процессов статического возврата и рекристаллизации при повторном старении приводило к формированию новых наноразмерных кристаллитов во всех структурных состояниях сплава. При этом наиболее активно эти процессы протекали в состоянии, предварительно состаренном на максимальную твердость, что и явилось одной из причин его незначительного разупрочнения при длительном старении.

6. Большая пересыщенность твердого раствора и однородность деформационной наноструктуры в предварительно закаленном сплаве обеспечивают в совокупности большую скорость его упрочнения при повторном старении, чем недостаренных состояний сплава. Одна из причин заключается в том, что такая матрица обеспечивает более быстрый и однородный распад твердого раствора и более интенсивное формирование выделений упрочняющих фаз.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №16-19-10152). Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».*

## Литература

- [1] Н.П. Лякишев // *Технология легких сплавов* **3** (2006) 40.
- [2] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер // *Успехи физических наук* **179** (2009) 337.
- [3] В.И. Елагин // *Технология легких сплавов* **2** (2008) 6.
- [4] В.В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение материалов* (Металлургия, М., 1986).



- [5] В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др., *Процессы пластического структурообразования металлов* (Наука и техника, Минск, 1994).
- [6] T. Lowe, Y.T. Zhu // *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 373.
- [7] Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства* (Академкнига, М., 2007).
- [8] Р.Р. Мулюков, Р.М. Имаев, А.А. Назаров и др., *Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технологии* (Наука, М., 2014).
- [9] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)* **68** (2016) 1216.
- [10] M.Kh. Rabinovich, M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin // *Materials Science Forum* **243** (1997) 591.
- [11] C.Y. Barlow, N. Hansen, Y.L. Liu // *Acta Materialia* **50** (2002) 171.
- [12] М.В. Маркушев, С.В. Крымский, М.Ю. Мурашкин // *Вестник Тамбовского Университета. Серия: Естественные Технические Науки* **18** (2013) 1974.
- [13] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *AIP Conference Proceedings* **1785** (2016) 040030.
- [14] M.V. Markushev, Yu.L. Burdastykh, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov // *Letters on Materials* **7** (2017) 101.
- [15] I.F. Mohamed, Y. Yonenaga, S. Lee, K. Edalati, Z. Horita // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 111.
- [16] E.O. Hall // *Proceedings of the Physical Society B* **64** (1951) 747.
- [17] N.J. Petch // *Journal of the Iron and Steel Institute* **174** (1953) 25.
- [18] J.E. Bailey, P.B. Hirsch // *Philosophical Magazine* **5** (1960) 485.
- [19] R.L. Fleischer // *Acta Metallurgica* **11** (1963) 203.
- [20] R. Labusch // *Physica Status Solidi* **41** (1970) 659.
- [21] М. И. Гольдштейн, В. С. Литвинов, Б. М. Бронфин, *Металлофизика высокопрочных сплавов* (Металлургия, М., 1986).
- [22] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [23] A. Deschamps, F. De Geuser, Z. Horita, S. Lee, G. Renou // *Acta Materialia* **66** (2014) 105.
- [24] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu // *Acta Materialia* **52** (2004) 4589.
- [25] K. Ohashi, T. Fujita, K. Kaneko, Z. Horita, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: A* **437** (2006) 240.
- [26] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung // *Acta Materialia* **62** (2014) 141.
- [27] J. Kaneko // *Journal of Japan Institute of Light Metals* **27** (1977) 384.
- [28] A. Cerri, P. Leo // *Materials Science and Engineering: A* **226** (2005) 410.
- [29] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, M.Yu. Murashkin, M.V. Markushev // *Reviews on Advanced Materials Science* **31** (2012) 145.
- [30] S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *Letters on Materials* **1** (2012) 45.
- [31] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena* (Elsevier, Oxford, 2004).
- [32] G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **57** (2009) 3123.
- [33] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 43.
- [34] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 161.
- [35] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.

- [36] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier // *Annual Review of Materials Research* **40** (2010) 319.
- [37] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 10.

## EFFECT OF AGING AND RE-AGING ON NANOSTRUCTURING AND STRENGTHENING OF SEVERELY DEFORMED ALUMINUM ALLOY

M.V. Markushev\*, E.V. Avtokratova, R.R. Ilyasov, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, 39 St. Khalturin, Ufa, 450001, Russia

\*e-mail: mvmark@imsp.ru

**Abstract.** The effect of preliminary and post-deformation heat treatment on structure and hardness of severely deformed aluminum alloy D16 was investigated. Pre-quenched and aged at 190 °C from 1 to 10 hrs alloy was subjected to high pressure torsion (HPT) (N=10 turns, P=6 GPA, T=20 °C), and then to re-aging at 100 °C up to 100 hrs. Despite of ~40 HV increase in the alloy hardness at aging before HPT and also reduction in development of the nanostructure under HPT, hardness of all deformed conditions was close and reached 260±10 HV. It was found that re-aging was quite effective for all the alloy states, except peak-aged one, to increasing their hardness on 20-50HV with maximum after 50 hrs in pre-quenched alloy. The nature of the alloy structural and mechanical behavior was discussed in detail.

**Keywords:** aluminum alloy, severe plastic deformation, nanostructure, aging.

### References

- [1] N.P. Lyakishev // *Technology of light alloys* **3** (2006) 40. (in Russian).
- [2] R.A. Andrievskiy, A.M. Glezer // *Advances in physical Sciences* **179** (2009) 337. (in Russian).
- [3] V.I. Elagin // *Technology of light alloys* **2** (2008) 6. (in Russian).
- [4] V.V. Rybin, *Severe plastic deformation and fracture of materials* (Metallurgy, Moscow, 1986). (in Russian).
- [5] V.M. Segal, V.I. Reznikov, V.I. Kopylov et al., *Processes of plastic structure formation of metals* (Science and Technology, Minsk, 1994). (in Russian).
- [6] T. Lowe, Y.T. Zhu // *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 373.
- [7] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, *Bulk nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties* (Academic Books, Moscow, 2007). (in Russian).
- [8] R.R. Mulyukov, R.M. Imaev, A.A. Nazarov et al., *Superplasticity of ultrafine grained alloys: experiment, theory, technologies* (Science, Moscow, 2014). (in Russian).
- [9] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)* **68** (2016) 1216.
- [10] M.Kh. Rabinovich, M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin // *Materials Science Forum* **243** (1997) 591.
- [11] C.Y. Barlow, N. Hansen, Y.L. Liu // *Acta Materialia* **50** (2002) 171.

- [12] M.V. Markushev, S.V. Krymskiy, M.Yu. Murashkin // *Herald Tambov University. Series: Natural And Technical Science* **18** (2013) 1974. (in Russian).
- [13] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *AIP Conference Proceedings* **1785** (2016) 040030.
- [14] M.V. Markushev, Yu.L. Burdastykh, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov // *Letters on Materials* **7** (2017) 101.
- [15] I.F. Mohamed, Y. Yonenaga, S. Lee, K. Edalati, Z. Horita // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 111.
- [16] E.O. Hall // *Proceedings of the Physical Society B* **64** (1951) 747.
- [17] N.J. Petch // *Journal of the Iron and Steel Institute* **174** (1953) 25.
- [18] J.E. Bailey, P.B. Hirsch // *Philosophical Magazine* **5** (1960) 485.
- [19] R.L. Fleischer // *Acta Metallurgica* **11** (1963) 203.
- [20] R. Labusch // *Physica Status Solidi* **41** (1970) 659.
- [21] M.I. Goldstein, V.S. Litvinov, B.M. Bronfin, *Metallophysics of high-strength alloys* (Metallurgy, Moscow, 1986). (in Russian).
- [22] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-Sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [23] A. Deschamps, F. De Geuser, Z. Horita, S. Lee, G. Renou // *Acta Materialia* **66** (2014) 105.
- [24] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu // *Acta Materialia* **52** (2004) 4589.
- [25] K. Ohashi, T. Fujita, K. Kaneko, Z. Horita, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: A* **437** (2006) 240.
- [26] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung // *Acta Materialia* **62** (2014) 141.
- [27] J. Kaneko // *Journal of Japan Institute of Light Metals* **27** (1977) 384.
- [28] A. Cerri, P. Leo // *Materials Science and Engineering: A* **226** (2005) 410.
- [29] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, M.Yu. Murashkin, M.V. Markushev // *Reviews on Advanced Materials Science* **31** (2012) 145.
- [30] S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *Letters on Materials* **1** (2012) 45.
- [31] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena* (Elsevier, Oxford, 2004).
- [32] G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **57** (2009) 3123.
- [33] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 43.
- [34] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 161.
- [35] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-Sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [36] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier // *Annual Review of Materials Research* **40** (2010) 319.
- [37] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 10.