

## ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ СТРУКТУРЫ И МИКРОТВЕРДОСТИ НАНОКОМПОЗИТА Al–0,05об.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ПОЛУЧЕННОГО МНОГОКРАТНОЙ ПРОКАТКОЙ С СОПРЯЖЕНИЕМ СЛОЕВ

© 2019 г. К.В. Иванов, Е.А. Глазкова, С.В. Фортуна, Т.А. Калашникова

Институт физики прочности и материаловедения (ИФПМ) СО РАН, г. Томск

Статья поступила в редакцию 11.01.19 г., доработана 14.03.19 г., подписана в печать 21.03.19 г.

Исследована эволюция микроструктуры и микротвердости нанокompозита Al–0,05об.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (где nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – наночастицы оксида алюминия) и алюминия без наночастиц, полученных методом многократной прокатки с сопряжением слоев, при отжиге в интервале температур 373–573 К. Для получения нанокompозита шарообразные наночастицы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> со средним диаметром 50 нм вводили между прокатываемыми пластинами технически чистого алюминия с 1-го по 4-й циклы прокатки, а 5–10-е циклы прокатки проводили без наночастиц. Методом просвечивающей электронной микроскопии измерены средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры и их средний коэффициент неравноосности в исходном состоянии и после отжига при 473 К. Показано, что микротвердость нанокompозита на 5–13 % превышает соответствующее значение *HV* для алюминия во всем исследованном интервале температур отжига. Основным фактором более высокой микротвердости нанокompозита служит дисперсное упрочнение за счет наночастиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. При этом вклад субструктурного и зернограничного упрочнения в обоих материалах одинаковый. Термическая стабильность микротвердости нанокompозита лишь на ~25 К выше, чем у алюминия, что обусловлено неоднородным распределением наночастиц в матрице и их малой объемной долей. Также играет роль сама по себе высокая термическая стабильность ультрамелкозернистой структуры, сформированной путем многократной прокатки с сопряжением слоев, по сравнению с другими методами интенсивной пластической деформации. Установлено, что большинство наночастиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> остаются на границах зерен нанокompозита после отжига при 473 К, поэтому способность закреплять границу наночастицами Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в исследованных условиях сохраняется по крайней мере до 473 К.

**Ключевые слова:** многократная прокатка с сопряжением слоев, нанокompозит, микроструктура, микротвердость, термическая стабильность.

**Иванов К.В.** – докт. физ.-мат. наук., вед. науч. сотрудник лаборатории композиционных материалов ИФПМ СО РАН (634055, г. Томск, пр-т Академический, 2/4). E-mail: ikv@ispms.tsc.ru.

**Глазкова Е.А.** – канд. хим. наук, ст. науч. сотрудник лаборатории физикохимии высокодисперсных материалов ИФПМ СО РАН. E-mail: eagl@ispms.tsc.ru.

**Фортуна С.В.** – канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник лаборатории физики упрочнения поверхности ИФПМ СО РАН. E-mail: s\_fortuna@ispms.tsc.ru.

**Калашникова Т.А.** – инженер лаборатории контроля качества материалов и конструкций ИФПМ СО РАН. E-mail: gelombang@ispms.tsc.ru.

**Для цитирования:** Иванов К.В., Глазкова Е.А., Фортуна С.В., Калашникова Т.А. Термическая стабильность структуры и микротвердости нанокompозита Al–0,05 об.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученного многократной прокаткой с сопряжением слоев. *Изв. вузов. Цвет. металлургия*. 2019. No. 4. С. 48–56. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2019-4-48-56.

*Ivanov K.V., Glazkova E.A., Fortuna S.V., Kalashnikova T.A.*

### **Thermal stability of Al–0,05 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite fabricated by accumulative roll bonding**

The paper studies the microstructure and microhardness evolution of the Al–0,05vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite (where nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are alumina nanoparticles) and aluminum without nanoparticles fabricated by accumulative roll bonding as a result of annealing at 373–573 K. Ball-shaped Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles (average diameter of 50 nm) were introduced between the rolled sheets of commercially pure aluminium during the first to fourth rolling cycles to obtain the nanocomposite. The fifth to tenth rolling cycles were carried out without nanoparticles. The average size and aspect ratio of elements with grain-subgrain structures in the as-processed state and after annealing at 473 K were measured using transmission electron microscopy. It is shown that the nanocomposite microhardness is 50–13 % higher than the respective *HV* value for aluminum at all studied annealing temperatures. The main factor of the higher nanocomposite microhardness is dispersed hardening by Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles. The contribution of substructure and grain boundary

hardening is the same for both materials. The thermal stability of nanocomposite microhardness is only ~25 K higher than that of aluminum due to the heterogeneous distribution of nanoparticles in the matrix and their small volume fraction. An additional factor is an inherently high thermal stability of an ultrafine-grained structure formed by accumulative roll bonding with respect to other methods of severe plastic deformation. It was found that most of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanoparticles remain at nanocomposite grain boundaries after annealing at 473 K, so  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanoparticles can fix the boundary up to at least 473 K under the studied conditions.

**Keywords:** accumulative roll bonding, nanocomposite, microstructure, microhardness, thermal stability.

**Ivanov K.V.** – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Leading research scientist, Laboratory of composite materials, Institute of Strength Physics and Materials Science (ISPMS) SB RAS (634055, Russia, Tomsk, Akademicheskyy pr., 2/4). E-mail: ikv@ispms.tsc.ru.

**Glazkova E.A.** – Cand. Sci. (Chem.), Senior research scientist, Laboratory of physical chemistry of ultrafine materials, ISPMS SB RAS. E-mail: eagl@ispms.tsc.ru.

**Fortuna S.V.** – Cand. Sci. (Tech.), Senior research scientist, Laboratory of physics of surface hardening, ISPMS SB RAS. E-mail: s\_fortuna@ispms.tsc.ru.

**Kalashnikova T.A.** – Engineer, Laboratory of quality control for materials and structures, ISPMS SB RAS. E-mail: gelombang@ispms.tsc.ru.

**Citation:** Ivanov K.V., Glazkova E.A., Fortuna S.V., Kalashnikova T.A. Thermal stability of Al–0.05 vol.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanocomposite fabricated by accumulative roll bonding. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2019. No. 4. P. 48–56 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2019-4-48-56.

## Введение

Композиционные материалы с металлической матрицей широко используются в автомобиле- и авиастроении, космонавтике, оборонной промышленности, электроэнергетике и электротехнике [1–3]. В последнее время наблюдается тенденция к снижению размера частиц упрочняющей фазы вплоть до наноуровня в связи с ожидаемым улучшением свойств и снижением стоимости производства композитов [4–6]. Композиционные материалы с упрочнением наночастицами принято называть «нанокompозитами» [7, 8].

Наряду с традиционными технологиями формирования нанокompозитов методами порошковой металлургии [9] и кристаллизацией из расплава [10] в последние годы широкое распространение получил способ интенсивной пластической деформации, в частности путем многократной прокатки с сопряжением слоев [11, 12]. Были получены нанокompозиты с матрицей из алюминия и его сплавов [13, 14], стали [15, 16], магниевого сплава [17] и др. с упрочнением наночастицами  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [13],  $\text{TiO}_2$  [14] и SiC [16, 17]. Было обнаружено, что введение наночастиц в металлическую матрицу увеличивает прочность, твердость, сопротивление износу и демпфирующую способность материала [8].

Известно, что низкая термическая стабильность ультрамелкозернистой структуры является одной из основных проблем, препятствующих широкому применению материалов, сформированных методами интенсивной пластической деформации. Можно ожидать, что наличие наночастиц в ультрамелкозернистой металлической матрице

будет увеличивать сопротивление рекристаллизации из-за закрепления границ зерен. Действительно, в работе [18] было показано, что температура начала рекристаллизации в ультрамелкозернистом композите Cu– $\text{Al}_2\text{O}_3$ , подвергнутом кручению с одновременным приложением давления, на 200 K превышает соответствующую температуру меди без наночастиц после аналогичной обработки. Однако данные о термической стабильности нанокompозитов, полученных способом многократной прокатки с сопряжением слоев, в литературе отсутствуют.

В связи с этим в работе была поставлена задача исследовать термическую стабильность ультрамелкозернистой структуры и микротвердости нанокompозита Al– $n\text{Al}_2\text{O}_3$  (где  $n\text{Al}_2\text{O}_3$  — наночастицы оксида алюминия), полученного методом многократной прокатки с сопряжением слоев, в сравнении с алюминием без наночастиц.

## Материалы и методика эксперимента

В качестве исходных материалов для получения нанокompозита использовали технически чистый алюминий и наночастицы оксида алюминия ( $n\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Состав Al-материала, определенный методом рентгеновского волнового микроанализа, был следующим, мас. %:

Al.....	99,4
Si.....	0,3
Fe.....	0,2
Σ остальных примесей.....	<0,1

Пластины алюминия размером  $250 \times 40 \times 1$  мм перед прокаткой отжигали при 593 К в течение 2 ч. Наночастицы оксида алюминия шарообразной формы получали в лаборатории физикохимии высокодисперсных материалов ИФПМ СО РАН методом электрического взрыва проволоки в смеси аргона и кислорода в соотношении 4:1 [19]. Согласно прямым измерениям 3000 наночастиц с помощью просвечивающего электронного микроскопа, их средний диаметр составлял 50 нм.

Для многократной прокатки использовали лабораторный прокатный стан ВЭМ-3 с усилием 5 т. Диаметр валков составлял 80 мм, скорость прокатки — 0,1 м/с. Перед прокаткой поверхность пластин промывали ацетоном, затем подвергали поверхностной обработке металлической щеткой. Необходимое количество наночастиц наносили на поверхность пластин из суспензии в ацетоне. После полного испарения ацетона пластины подвергали очистке в плазме аргона, формировали пакет, скрепляли на концах тонкой проволокой, выдерживали при температуре 423 К ( $0,45T_{\text{пл}}$ , где  $T_{\text{пл}}$  — температура плавления алюминия) в течение 5 мин и немедленно прокатывали на 50 %. Так как после каждой прокатки площадь сопрягающихся поверхностей возрастает в 2 раза, на каждом последующем цикле прокатки количество наносимых наночастиц уменьшали в 2 раза. При первой прокатке вводили 0,026 об.%  $n\text{Al}_2\text{O}_3$  — это максимальное количество, которое может быть внесено при степени деформации 50 %, так как при превышении этой концентрации происходит расслоение вдоль поверхности сопряжения. На 2-м, 3-м и 4-м циклах прокатки вводилось 0,014, 0,007 и 0,003 об.%  $n\text{Al}_2\text{O}_3$  соответственно. Суммарно было внесено 0,05 об.% наночастиц. Следующие 6 циклов процесса осуществляли при комнатной температуре ( $0,31T_{\text{пл}}$ ) без добавления наночастиц и без плазменной очистки. Всего материал был прокатан 10 раз, накопленная степень эквивалентной деформации составила 8,0. В целях сравнения по приведенной процедуре была получена заготовка материала без введения наночастиц.

Часть образцов отжигали в интервале температур 373—573 К на воздухе в течение 2 ч. Микроструктуру исследовали в центре полосы в продольном вертикальном сечении методом просвечивающей электронной микроскопии. Фольги готовили методом ионного утонения на установке EM-091001S фирмы «Jeol» при ускоряющем напряжении 6 кВ и угле падения ионного пучка  $4^\circ$ . Свет-

ло- и темнопольные изображения микроструктуры получали с использованием микроскопа JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

В качестве структурной характеристики использовали элемент зеренно-субзеренной структуры, визуализируемый на темнопольном изображении. Его размер рассчитывался программой обработки изображений iTEM как среднее из 360 диаметров, проведенных через центр масс элемента с угловым интервалом в  $1^\circ$ . С помощью этой же программы определяли коэффициент неравномерности как отношение большей оси эллипса, описанного вокруг элемента зеренно-субзеренной структуры, к малой оси. Элемент структуры выделяли вручную.

Внесенные наночастицы  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и вторичные выделения в алюминии имеют различный элементный состав, поэтому идентификацию фаз при электронно-микроскопическом исследовании на просвет проводили на основании качественного элементного состава фазы, который оценивали методом микрорентгеноспектрального (энергодисперсионного) анализа с использованием детектора X-Max и программного пакета Inca фирмы «Oxford Instruments». Выявленное наличие пиков меди (8,04 кэВ) и углерода обусловлено инструментальной особенностью системы, поэтому их из рассмотрения исключили.

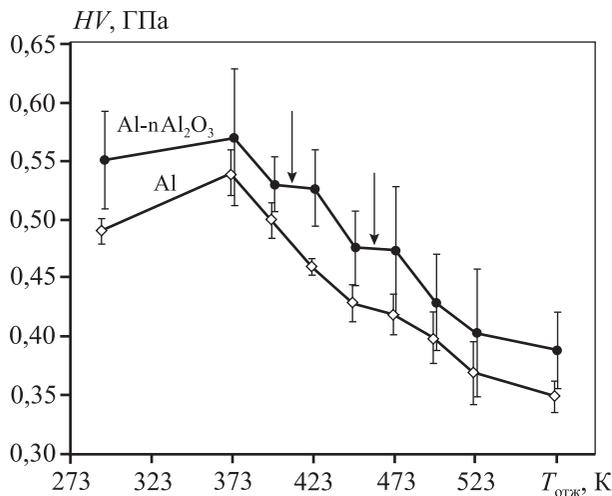
Микротвердость материала по методу Виккерса ( $HV$ ) измеряли на приборе Duramin-5 при нагрузке на индентор 0,25 Н в течение 15 с. Для каждого образца измеряли 10 отпечатков, полученных в середине продольного вертикального сечения, затем рассчитывали среднее арифметическое значение и стандартное отклонение.

## Результаты эксперимента и их обсуждение

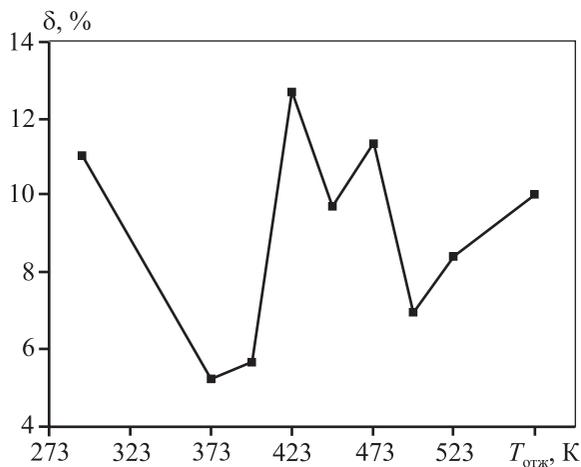
На рис. 1 приведены зависимости микротвердости от температуры отжига, полученные для нанокompозита  $\text{Al}-n\text{Al}_2\text{O}_3$  и алюминия без добавок. Видно, что в первом случае величина  $HV$  выше во всем интервале исследованных температур отжига. Максимальное различие микротвердости нанокompозита и алюминия

$$\delta = (HV_{\text{Al}-n\text{Al}_2\text{O}_3} - HV_{\text{Al}}) / HV_{\text{Al}-n\text{Al}_2\text{O}_3}$$

имеет место в образцах без отжига и после него в интервале  $T_{\text{отж}} = 423-473$  К (рис. 2). После термообработки при  $T_{\text{отж}} \leq 373$  К на обеих зави-



**Рис. 1.** Зависимость микротвердости нанокompозита и алюминия без наночастиц от температуры предварительного отжига



**Рис. 2.** Зависимость параметра  $\delta$ , характеризующего разницу значений микротвердости материалов, от температуры отжига

симостях микротвердости наблюдается ее рост, а при  $T_{отж} > 373$  К она снижается (см. рис. 1). На кривой, соответствующей нанокompозиту, наблюдаются ступеньки (на рис. 1 указаны стрелками), в то время как для алюминия она монотонная. Также из рис. 1 следует, что резкое падение  $HV$  нанокompозита (по сравнению с неотожженным образцом) имеет место после отжига при температуре 448 К, в то время как для алюминия — при 423 К.

Таким образом, термическая стабильность микротвердости нанокompозита на  $\sim 25$  К выше, чем алюминия. Это существенно ниже значения 200 К, полученного в нанокompозите  $Cu-Al_2O_3$ , подвергнутом интенсивной пластической деформации

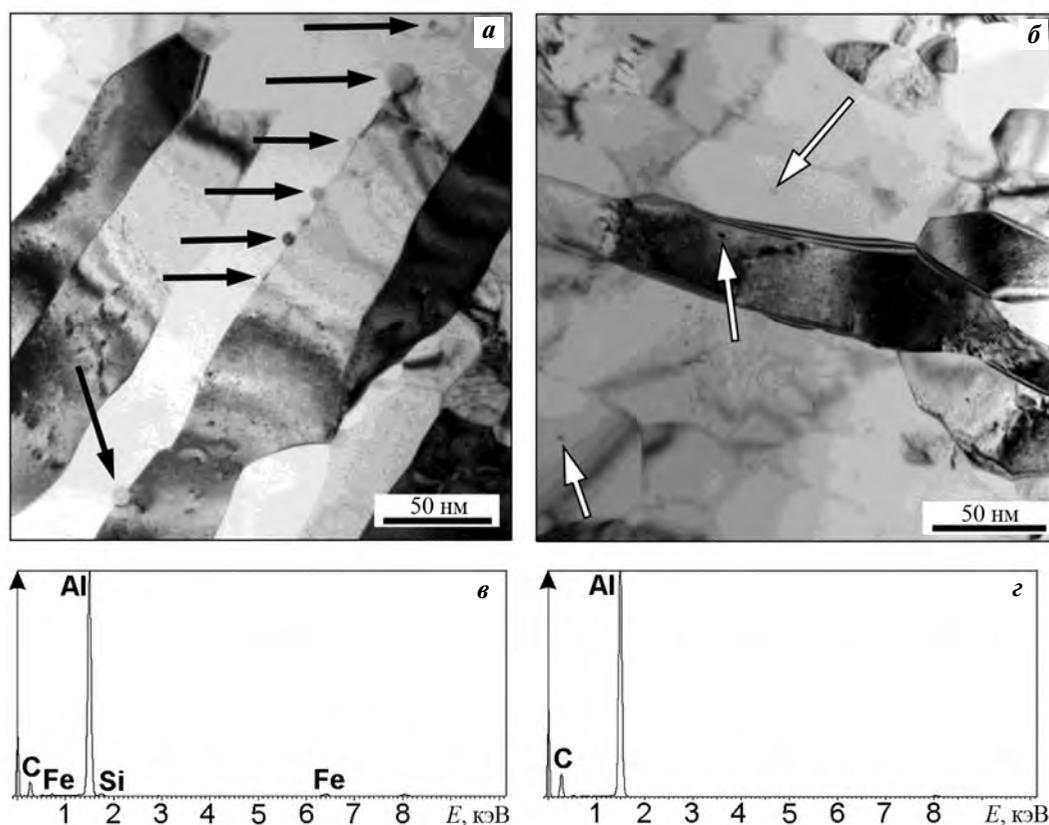
кручением с одновременным приложением давления [18]. Особенностью нанокompозита  $Al-nAl_2O_3$  является большее стандартное отклонение микротвердости по сравнению с алюминием без наночастиц для большинства исследованных температур отжига.

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии образцов нанокompозита и алюминия без добавок  $nAl_2O_3$  в исходном состоянии (без отжига) показали наличие в матрицах обоих материалов вторичных фаз в виде частиц размером несколько нанометров, содержащих помимо алюминия железо или одновременно железо и кремний (рис. 3, б, в). Согласно фазовой диаграмме  $Al-Fe$  выделения без Si соответствуют интерметаллидной фазе  $FeAl_3$ , а кремнийсодержащие могут представлять достаточно широкий набор фаз как с наличием алюминия, так и без него [20]. Вторичных фаз с содержанием кремния без железа не обнаружено. Вероятно, в результате интенсивной пластической деформации кремний, не связанный с железом, полностью переходит в твердый раствор, в то время как железо сосредоточено в интерметаллидных фазах. Энергодисперсионный спектр матрицы приведен на рис. 3, г.

В результате 10 прокаток в нанокompозите и алюминии без добавок наночастиц формируется ультрамелкозернистая структура с небольшой плотностью дислокаций, что свидетельствует о протекании в ходе процесса динамической рекристаллизации (см. рис. 3, а, б). Количественные характеристики микроструктуры представлены в таблице. Наночастицы  $Al_2O_3$  в нанокompозите расположены на поверхностях раздела, расстояние между ними составляет несколько десятых долей микрометра.

На рис. 4 представлены микроструктуры образцов нанокompозита и алюминия без наночастиц после отжига при температуре 473 К и энергодисперсионные спектры от областей с внесенными и выделившимися наночастицами. Структура материалов остается ультрамелкозернистой (см. таблицу), причем ее количественные характеристики для обоих образцов становятся схожими. В большинстве случаев наночастицы  $Al_2O_3$  остаются на поверхностях раздела, что подтверждается картиной при наклоне образца в колонне электронного микроскопа.

Как в нанокompозите, так и в алюминии без  $nAl_2O_3$  обнаружено выделение наночастиц вторичной фазы размером  $\sim 20$  нм. С использованием микрорентгеноспектрального анализа было определе-



**Рис. 3.** Микроструктуры нанокompозита (а) и алюминия без добавок (б), не подвергнутых отжигу, и типичные энергетические спектры, полученные от выделений (в) и матрицы (г)  
Черные стрелки показывают наночастицы  $Al_2O_3$ , белые – частицы выделений

но, что это наночастицы кремния (рис. 4, в). Они отличаются от введенных при прокатке наночастиц  $Al_2O_3$  неправильной формой и меньшим размером, поэтому на электронно-микроскопических изображениях их легко идентифицировать (на рис. 4 они показаны белыми стрелками). Наночастицы кремния располагаются вдоль границ зерен, ориентированных параллельно направлению прокатки. Большинство из этих границ образовалось из поверхностей сопряжения пластин при прокатке. Кроме того, на них имеет место повышенная концентрация примесных элементов, главным образом кислорода, так как на поверхности алюминия всегда присутствует оксидная пленка.

Повышенное содержание примесей на границах может служить центрами зарождения вторичной фазы. Выделение кремния соответствует диаграмме состояния системы Al—Si при концентрации 0,3 мас.% Si. Очевидно, что выделившиеся наночастицы кремния закрепляют границы зерен и увеличивают сопротивление рекристаллизации материала. Распределение и размер железосодер-

жащих интерметаллидных частиц в результате отжига не изменяются.

После отжига при 573 К в нанокompозите и алюминии без добавок происходит рекристаллизация, размер зерна в основном объеме материала возрастает до нескольких десятков микрометров. Наночастицы  $Al_2O_3$  оказываются в теле зерен, а наночастицы кремния коагулируют, их число резко уменьшается, а размер увеличивается вплоть до субмикронного (рис. 5). При этом их вклад в упрочнение значительно снижается.

Полученные данные об эволюции структуры нанокompозита и алюминия в результате отжигов позволяют проанализировать соответствующее изменение микротвердости. Без отжига величина  $HV$  нанокompозита на 60 МПа превышает соответствующее значение для алюминия. Указанное различие может быть обусловлено дисперсным упрочнением из-за наличия наночастиц  $Al_2O_3$ , субструктурным упрочнением из-за различной плотности дислокаций и более мелким размером зерна. Для выяснения вклада каждого из этих факторов

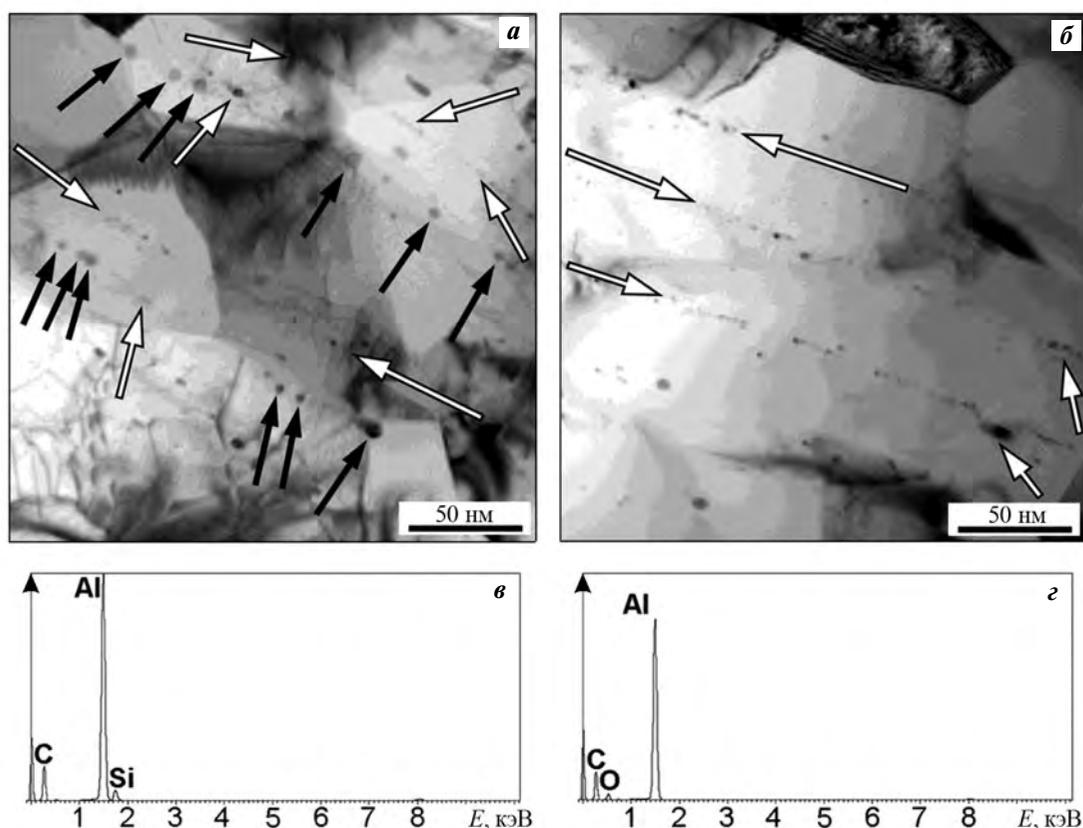


Рис. 4. Микроструктуры нанокompозита (а) и алюминия (б) после отжига при 473 К и энергетические спектры, полученные от наночастиц кремния (в) и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (д)

Черные стрелки указывают наночастицы  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , белые – наночастицы кремния

сравним микротвердость нанокompозита и алюминия после отжига при 473 К, когда размер элементов зеренно-субзеренной структуры в обоих материалах становится одинаковым (см. таблицу). В этом случае различие микротвердости составляет 54 МПа, причем вклад дисперсного и дисперсионного упрочнения в общее упрочнение остается одинаковым для нанокompозита и алюминия, так как распределение наночастиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в нанокompозите не изменилось, а выделение наночастиц Si произошло в обоих материалах.

Таким образом, вклад субструктурного и зерно-границного упрочнения в увеличение микротвердости нанокompозита по сравнению с алюминием может составлять ~6 МПа, что находится ниже точности измерений  $HV$ , поэтому вкладом указанных факторов в упрочнение можно пренебречь.

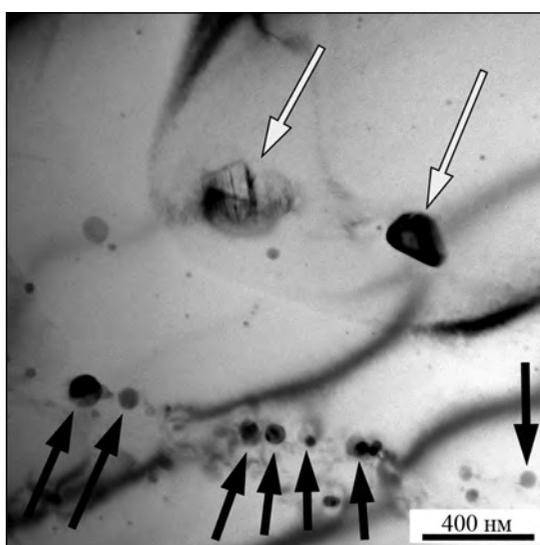
После отжига при 373 К в нанокompозите и алюминии микротвердость возрастает на 4 и 10 % соответственно. На основании результатов структурных исследований можно заключить, что основной причиной повышения  $HV$  в этом случае яв-

ляется выделение наночастиц Si на границах зерен обоих материалов. Дополнительным возможным фактором большего увеличения микротвердости в алюминии без наночастиц по сравнению с нанокompозитом является перераспределение дислокаций, плотность которых, как было показано в работе [21], в первом случае выше. Для алюминия, полученного многократной прокаткой с сопряжением слоев, рост микротвердости при низкотемпературном отжиге ранее был обнаружен авторами [22].

Как было показано выше, термическая стабильность микротвердости композита лишь немного (~25 К) больше, чем у алюминия. В то же время в литературе известен эффект значительного увеличения термической стабильности механических свойств, например, для нанокompозита  $\text{Cu}-\text{Al}_2\text{O}_3$ , полученного кручением с одновременным приложением давления, он составляет ~200 К [18]. В алюминии, изготовленном методом порошковой металлургии и содержащем на границах зерен наночастицы  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , размер зерна сохраняет-

**Размер выборки ( $N$ ), средние значения размера ( $d$ ) и коэффициента неравноосности ( $k$ ) элемента зеренно-субзеренной структуры, микротвердость ( $HV$ ) нанокompозита и алюминия**

Показатель	Al–nAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Al	
$T_{отж}$ , К	–	473	–	473
$N$	99	174	103	116
$d$ , мкм	0,9±0,5	1,8±0,8	1,6±1,1	1,8±0,9
$k$	2,5±0,9	2,0±0,6	3,5±1,7	2,0±0,7
$HV$ , ГПа	0,55±0,04	0,47±0,05	0,49±0,01	0,42±0,02



**Рис. 5.** Микроструктура нанокompозита после отжига при 573 К

Черные стрелки показывают наночастицы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, белые – грубые частицы кремния

ся вплоть до температуры отжига 873 К в течение 24 ч [9].

Слабое влияние наночастиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на термическую стабильность микротвердости исследованного в настоящей работе нанокompозита может быть обусловлено двумя причинами: одной из них является малая объемная доля наночастиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и их неоднородное распределение в материале с локализацией на границах зерен; вторая — может заключаться в используемой технологии получения материала. Термическая стабильность алюминия, полученного методом многократной прокатки с сопряжением слоев, сама по себе может быть повышенной по сравнению с алюминием, деформированным другими способами, так как в первом случае внутрь материала вносится оксид алюминия, всегда находящийся на поверхности сопрягаемых пластин. Указанные примеси могут оказывать сопротивление миграции границ зерен, а также слу-

жить центрами выделения вторичных фаз из элементов, присутствующих в металлах технической чистоты. В исследованном образце алюминия обнаружены выделения наночастиц кремния.

Ярким примером высокой термической стабильности материала, подвергнутого многократной прокатке с сопряжением слоев, может быть стабильность структуры меди вплоть до 0,85  $T_{пл}$  в наноламинате Cu–Nb [23].

Большую величину стандартного отклонения величины микротвердости нанокompозита по сравнению с алюминием можно объяснить неоднородностью распределения наночастиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> не только в направлении, нормальном направлению прокатки, но и в направлении прокатки. В случае попадания отпечатка индентора в область с высокой концентрацией наночастиц наблюдается повышенное значение  $HV$ , в противном случае оно будет близко к микротвердости алюминия. В среднем микротвердость нанокompозита оказывается выше, чем чистого алюминия.

## Выводы

1. Микротвердость нанокompозита состава Al–0,05об.%nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученного методом многократной прокатки с сопряжением слоев, на 5–13 % превышает соответствующую величину алюминия, не содержащего наночастицы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, во всем исследованном интервале температур предварительного отжига (373–573 К). Основным фактором, обеспечивающим более высокую микротвердость нанокompозита, является дисперсное упрочнение наночастицами Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Факторы субструктурного, зернограницного и дисперсионного упрочнения из-за выделения вторичных наночастиц кремния вносят одинаковый вклад в величину  $HV$  в обоих исследованных материалах.

2. Термическая стабильность микротвердости нанокompозита незначительно (на ~25 К) превы-

шает соответствующий показатель для алюминия. Отсутствие значительного эффекта увеличения термической стабильности в результате введения наночастиц  $Al_2O_3$  связано с их малой объемной долей, неоднородным распределением и высокой самой по себе термической стабильностью структуры и свойств ультрамелкозернистых материалов на основе алюминия, полученных многократной прокаткой с сопряжением слоев.

3. После отжига при температуре 473 К наночастицы  $Al_2O_3$  находятся в границах зерен нанокompозита, поэтому способность закреплять ими границу сохраняется по крайней мере до 473 К.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Администрации Томской области в рамках научного проекта №16-43-700440.*

*Структурные исследования методом просвечивающей электронной микроскопии проведены на оборудовании центра коллективного пользования «Нанотех» в ИФПМ СО РАН, измерение микротвердости — на оборудовании Томского материаловедческого центра коллективного пользования Национального исследовательского Томского государственного университета.*

## Литература/References

1. *Miracle D.B.* Metal matrix composites — From science to technological significance. *Composites Sci. Technol.* 2005. Vol. 65. P. 2526—2540. DOI: 10.1016/j.compscitech.2005.05.027.
2. *Bodunrin M.O., Alaneme K.K., Chown L.H.* Aluminium matrix hybrid composites: A review of reinforcement philosophies; mechanical, corrosion and tribological characteristics. *J. Mater. Res. Technol.* 2015. Vol. 4. P. 434—445. DOI: 10.1016/j.jmrt.2015.05.003.
3. *Березовский В.В.* Применение дисперсно-упрочненных металлических композиционных материалов на основе алюминиевого сплава, армированного частицами SiC, в авиационной промышленности. *Новости материаловедения. Наука и техника.* 2013. No. 4. С. 1—11.  
*Berezovsky V.V.* Application of dispersion strengthened metal composite materials based on aluminum alloy reinforced with SiC particles in aviation industry. *Novosti materialovedeniya. Nauka i tekhnika.* 2013. No. 4. P. 1—11 (In Russ.).
4. *Suryanarayana C., Nasser A.* Mechanically alloyed nanocomposites. *Progr. Mater. Sci.* 2013. Vol. 58. P. 383—502. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2012.10.001.
5. *Mousavian R.T., Khosroshahi R.A., Yazdani S., Brabazon D., Boostani A.F.* Fabrication of aluminum matrix composites reinforced with nano- to micrometer-sized SiC particles. *Mater. Des.* 2016. Vol. 89. P. 58—70. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.09.130.
6. *Behm N., Yang H., Shen J., Ma K., Kecskes L.J., Lavernia E.J., Schoenung J.M., Wei Q.* Quasi-static and high-rate mechanical behavior of aluminum-based MMC reinforced with boron carbide of various length scales. *Mater. Sci. Eng. A.* 2016. Vol. 650. P. 305—316. DOI: 10.1016/j.msea.2015.10.064.
7. *Tjong S.C.* Novel nanoparticle-reinforced metal matrix composites with enhanced mechanical properties. *Adv. Eng. Mater.* 2007. Vol. 9. P. 639—652. DOI: 10.1002/adem.200700106.
8. *Casati R., Vedani M.* Metal matrix composites reinforced by nano-particles — A review. *Metals.* 2014. Vol. 4. P. 65—83. DOI: 10.3390/met4010065.
9. *Balog M., Hu T., Krizik P., Riglos M.V.C., Saller B.D., Yang H., Schoenung J.M., Lavernia E.J.* On the thermal stability of ultrafine-grained Al stabilized by in-situ amorphous  $Al_2O_3$  network. *Mater. Sci. Eng. A.* 2015. Vol. 648. P. 61—71. DOI: 10.1016/j.msea.2015.09.037.
10. *Sree Manu K.M., Arun Kumar S., Rajan T.P.D., Riyas Mohammed M., Pai B.C.* Effect of alumina nanoparticle on strengthening of Al—Si alloy through dendrite refinement, interfacial bonding and dislocation bowing. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 712. P. 394—405. DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.04.104.
11. *Islamgaliev R.K., Buchgraber W., Kolobov Yu.R., Amirkhanov N.M., Sergueeva A.V., Ivanov K.V., Grabovetskaya G.P.* Deformation behavior of Cu-based nanocomposite processed by severe plastic deformation. *Mater. Sci. Eng. A.* 2001. Vol. 319-321. P. 872—876.
12. *Bachmaier A., Pippan R.* Generation of metallic nanocomposites by severe plastic deformation. *Int. Mater. Rev.* 2013. Vol. 58. P. 41—62. DOI: 10.1179/1743280412Y.0000000003.
13. *Schmidt C.W., Knieke C., Maier V., Höppel H.W., Peukert W., Göken M.* Accelerated grain refinement during accumulative roll bonding by nanoparticle reinforcement. *Scripta Mater.* 2011. Vol. 64. P. 245—248. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.10.013.
14. *Soltani M.A., Jamaati R., Toroghinejad M.R.* The influence of  $TiO_2$  nano-particles on bond strength of cold roll bonded aluminum strips. *Mater. Sci. Eng. A.* 2012. Vol. 550. P. 367—374. DOI: 10.1016/j.msea.2012.04.089.
15. *Jamaati R., Toroghinejad M.R., Edris H.* Fabrication of nanoparticle strengthened IF steel via ARB process. *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. Vol. 583. P. 20—24. DOI: 10.1016/j.msea.2013.06.068.
16. *Jamaati R., Toroghinejad M.R., Edris H.* Effect of SiC nanoparticles on the mechanical properties of steel-based nanocomposite produced by accumulative roll bonding

- process. *Mater. Des.* 2014. Vol. 54. P. 168–173. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.08.033.
17. Wang X., Liu W., Hu X., Wu K. Microstructural modification and strength enhancement by SiC nanoparticles in AZ31 magnesium alloy during hot rolling. *Mater. Sci. Eng. A.* 2018. Vol. 715. P. 49–61. DOI: 10.1016/j.msea.2017.12.075.
  18. Колобов Ю.Р., Грабовецкая Г.П., Иванов К.В., Иванов М.Б. Диффузионная проницаемость и механические свойства объемных наноструктурных материалов, полученных воздействием интенсивной пластической деформации. *Химия в интересах устойчивого развития.* 2002. Т. 10. С. 111–118.  
Kolobov Yu.R., Grabovetsaya G.P., Ivanov K.V., Ivanov M.B. Diffusivity and mechanical properties of bulk nanostructured materials obtained by severe plastic deformation. *Khimiya v interesakh ustoychivogo razvitiya.* 2002. Vol. 10. P. 111–118 (In Russ.).
  19. Лернер М.И., Сваровская Н.В., Псахье С.Г., Бакина О.В. Технология получения, характеристики и некоторые области применения электровзрывных нанопорошков металлов. *Российские нанотехнологии.* 2009. No. 11-12. С. 56–68.  
Lerner M.I., Svarovskaya N.V., Psakhie S.G., Bakina O.V. Production technology, characteristics, and some applications of electric-explosion nanopowders of metals. *Nanotechnol. in Russia.* 2009. Vol. 4. P. 741–757.
  20. Liu Z.-K., Chang Y.A. Thermodynamic assessment of the Al–Fe–Si system. *Metall. Mater. Trans. A.* 1999. Vol. 30A. P. 1081–1095. DOI: 10.1007/s11661-999-0160-3.
  21. Ivanov K.V., Fortuna S.V., Kalashnikova T.A., Glazkova E.A. Effect of alumina nanoparticles on the microstructure, texture, and mechanical properties of ultrafine-grained aluminum processed by accumulative roll bonding. *Adv. Eng. Mater.* 2019. Vol. 21. P. 1701135 (1–6). DOI: 10.1002/adem.201701135.
  22. Su L., Lu C., Tieu K., Deng G. Annealing behavior of accumulative roll bonding processed aluminum composites. *Steel Res. Int.* 2013. Vol. 84. P. 1241–1245. DOI: 10.1002/srin.201300032.
  23. Carpenter J.S., Zheng S.J., Zhang R.F., Vogel S.C., Beyerlein I.J., Mara N.A. Thermal stability of Cu–Nb nanolamellar composites fabricated via accumulative roll bonding. *Phil. Mag.* 2013. Vol. 93. P. 718–735. DOI: 10.1080/14786435.2012.731527.