

УДК 538.91, 669, P.A.C.S. 62.20.-x

**Mechanical tensile properties of an Al-Nb composite obtained  
by deformation of shear under pressure**

**Механические свойства на растяжение композита Al-Nb,  
полученного деформацией сдвига под давлением**

*R. R. Timiryayev<sup>1</sup>, K. S. Nazarov<sup>2</sup>, G. F. Korznikova<sup>3</sup>, R. R. Kabirov<sup>4</sup>, G. R. Khalikova<sup>5</sup>,  
R. K. Khisamov<sup>6</sup>, R. U. Shayakhmetov<sup>7</sup>, R. R. Mulyukov<sup>8</sup>  
P. P. Тимиряев<sup>1</sup>, К. С. Назаров<sup>2</sup>, Г. Ф. Корзникова<sup>3</sup>, Р. Р. Кабиров<sup>4</sup>,  
Г. Р. Халикова<sup>5</sup>, Р. Х. Хисамов<sup>6</sup>, Р. У. Шаяхметов<sup>7</sup>, Р. Р. Мулюков<sup>8</sup>*

<sup>1, 5, 8</sup> Ufa State Oil Technical University, Kosmonavtov Str. 1, Ufa, 450062, Russia

<sup>1-8</sup> Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Stepan Khalturin Str. 39, Ufa, 450001, Russia

<sup>1</sup> rasintimiryayev@gmail.com

<sup>1, 5, 8</sup> Уфимский государственный нефтяной технический университет, Россия, 450062, Уфа,  
ул. Космонавтов, 1

<sup>1-8</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Россия, 450001, Уфа, ул. Степана Халтурина, 39

<sup>1</sup> rasintimiryayev@gmail.com

#### ABSTRACT

Presented are the results of obtaining a composite of the Al-Nb system using high-pressure torsion on Bridgman anvils with recesses. A “sandwich” of disc billets of aluminum and niobium in the Al-Nb-Al sequence was laid between the anvils. Deformation was carried out at room temperature under a pressure of 5 GPa for 30 revolutions and a speed of 2 rpm. Investigations of the cross-section of the resulting composite showed that crushing and mechanical mixing of niobium in the aluminum matrix took place practically over the entire volume. In the central region of the composite, mixing is weakly expressed due to the low degree of deformation.

Mechanical tests of the obtained composite samples were carried out for three states: initial, immediately after deformation; after annealing at 400 °C; after annealing at 600 °C. Conducted mechanical tensile tests for samples cut from the zone corresponding to the middle of the radius of the resulting composite, showed the following values of ultimate strength: for the initial state – 177 MPa; annealed at 400 °C – 337 MPa; annealed at 600 °C – 291 MPa. Fractographic studies have shown that the dispersed Al<sub>3</sub>Nb phase is clearly visible on the fracture surfaces of both unannealed and annealed samples. Plastic deformation in the composite occurs mainly along the aluminum matrix; niobium is practically not deformed. Strengthening proceeds according to the dispersed mechanism due to the Al<sub>3</sub>Nb phase formed at the Al/Nb boundaries. The formation of the optimal size of the hardening phase is observed upon annealing at 400 °C.

#### KEYWORDS

Composite materials; intermetallic compounds; ultimate strength; shear deformation under pressure.

#### АННОТАЦИЯ

Представлены результаты по получению композита системы Al-Nb с помощью кручения под высоким давлением на наковальнях Бриджмена с углублениями. «Сэндвич» из дисковых заготовок алюминия и ниобия в последовательности Al-Nb-Al укладывался между наковален. Деформирование проводили при комнатной температуре под давлением 5 ГПа на 30 оборотов и скорости 2 об/мин. Исследования поперечного сечения получаемого композита показали, что практически по всему объему произошло дробление и механическое перемешивание ниобия в алюминиевой матрице. В центральной области композита перемешивание слабо выражено ввиду малой степени деформации.

Механические испытания полученных образцов композитов проводили для трех состояний: исходное, сразу после деформации; после отжига при 400 °C; после отжига при 600 °C. Проведенные механические испытания на растяжение для образцов, вырезанных из зоны, соответствующей середине радиуса получаемого композита, показали следующие значения предела прочности: для исходного состояния – 177 МПа; отожженного при 400 °C – 337 МПа; отожженного при 600 °C – 291 МПа. Фрактографические исследования показали, что на поверхностях изломов как

не отожженных, так и отожженных образцов хорошо видна дисперсная фаза  $Al_3Nb$ . Пластическая деформация в композите происходит в основном по алюминиевой матрице, ниобий практически не деформируется. Упрочнение идет по дисперсному механизму за счет фазы  $Al_3Nb$ , образующейся на границах Al/Nb. Формирование оптимальных размеров упрочняющей фазы наблюдается при отжиге 400 °С.

#### КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Композиционные материалы; интерметаллические соединения; предел прочности; деформация сдвигом под давлением.

### Введение

Интерес к композиционным материалам на металлической основе обусловлен из-за их сочетания свойств: высокая удельная прочность и ударная вязкость, износостойкость, жаропрочность и пр. [1–12]. Применение композитов в качестве конструкционных и функциональных материалов взамен традиционно используемых материалов, в большинстве случаев, позволяет существенно улучшить эксплуатационные характеристики конечного изделия. Композиты на металлической основе состоят из пластичной металлической матрицы и упрочняющего наполнителя. Однако, применение композитов, несмотря на их преимущества перед традиционными материалами, ограничено ввиду того, что технологии их получения, применяемые комбинации компонент и общие базовые принципы еще требуют значительных совершенствований и изучений. В настоящее время, значительный интерес исследований в данной области сфокусирован на твердофазных методах получения композитов, например такой, как деформация сдвигом под давлением.

Использование мегапластической деформации позволяет получать соединения компонент композита, имеющих значительную разницу в температурах плавления, получение соединения которых традиционными методами затруднительно. Одним из примеров таких материалов являются алюминий и ниобий. Композиционная система Al-Nb с прослойками из интерметаллического соединения  $Al_3Nb$  является перспективной для исследования [5–7]. Соединение  $Al_3Nb$  обладает высокой жаропрочностью при высоких температурах, но при комнатной температуре характеризуется низкой ударной вязкостью и значительной хрупкостью, и ожидается, что

оно как упрочняющая компонента приведет к повышению эксплуатационных характеристик композиционного материала системы Al-Nb.

Таким образом, целью данной работы является получение и изучение механических свойств композиционного материала системы Al-Nb, полученного деформацией сдвигом под высоким давлением.

### 1. Материалы и методика исследований

В качестве материалов заготовок для получения образцов композитов были использованы алюминий чистотой 99,5 вес.% и ниобий чистотой 99 вес.%, приготовленные в виде дисков диаметром 12 мм. Заготовки алюминия и ниобия укладывались в виде «сэндвича» Al-Nb-Al между наковальнями Бриджмена. Заготовки сдавливали под давлением 5 ГПа и проводили сдвиговую деформацию кручением на 30 оборотов со скоростью 2 об/мин. Также были подготовлены деформированные образцы чистых алюминия и ниобия. В работе использовали наковальни Бриджмена с углублениями в центре диаметром 12 мм и общей глубиной 0,5 мм.

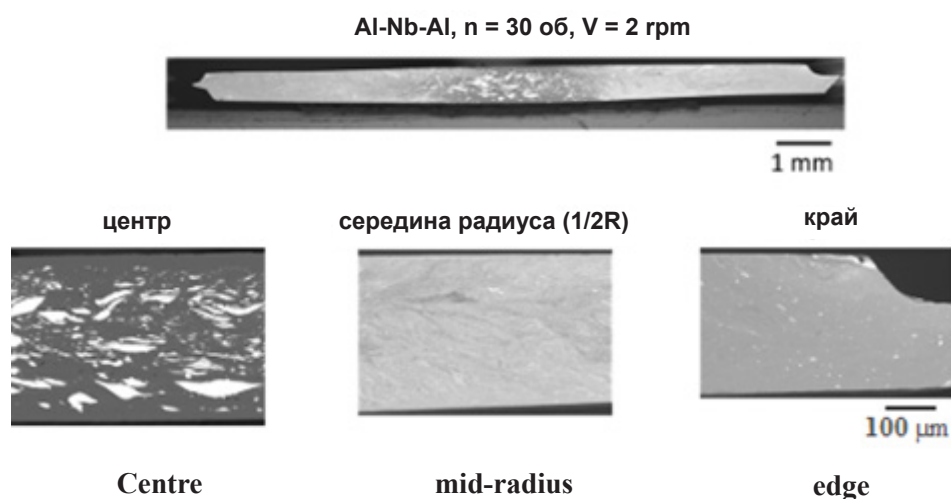
Испытания на растяжение производились с использованием специально разработанных захватов. Сами испытания проводили на разрывной машине МЕТРОТЕСТ РЭМ-1-2. Образцы для испытаний на растяжение подготавливались пропорционально размерам образцов регламентированных ГОСТ 1497-84. Испытания проводились на скорости растяжения 1 мм/мин до разрушения образца, с записью диаграммы «нагрузка–перемещение».

Микроскопические исследования образцов композитов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Mira 3 LHM, оснащенного EDX детектором.

Электронно-микроскопический анализ поперечного сечения композита Al-Nb в деформированном состоянии показал, что образец является монолитным и не содержит пор [19, 21]. Однако, в зависимости от расстояния от центра образца, перемешивание компонентов различно, как показано на рис. 1.

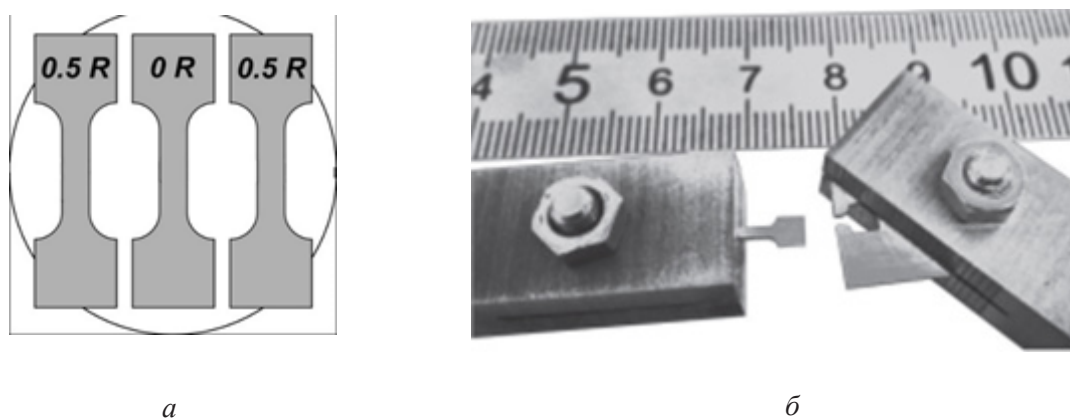
Для увеличения в композите доли интерметаллической фазы  $Al_3Nb$  были проведены

отжижки при 400 и 600 °С. Отжиг проводили в вакууме в течение 30 мин. Образцы для проведения прочностных испытаний на растяжение были вырезаны в области середины радиуса (0,5 R) и в области центра образца композита Al-Nb [19]. Таким образом, из каждого композитного диска были вырезаны 3 образца для механических испытаний. Схема раскроя дисков представлена на рис. 2.



**Рис. 1.** СЭМ-изображения поперечного среза образца Al-Nb. На изображениях: ниобий – светлый контраст, алюминий – темный контраст

**Fig. 1.** SEM images of a cross section of an Al-Nb sample. Images: niobium – light contrast, aluminum – dark contrast



**Рис. 2.** Схема раскроя (а) и конструкция захватов для испытания образцов на растяжение (б)

**Fig. 2.** Cutting scheme (a) and design of grips for testing specimens in tension (b)

## 2. Результаты и их обсуждение

Результаты испытаний образцов, подвергнутых деформации сдвигом под давлением на наковальнях Бриджмена, исходных компонентов и композита системы Al-Nb без термообработки и после отжига при температуре 400 и 600 °С приведены в табл. 1 и 2 соот-

ветственно. Пластичность композитов ввиду малой рабочей базы образцов не оценивалась.

На образцах, вырезанных в области середины радиуса, среднее значение предела прочности композита составило 177 МПа. В центральной области, где перемешивание было слабым, предел прочности оказался выше (253 МПа).

Таблица 1  
Table 1

### Прочность разрушения ( $\sigma_r$ ) исходных компонентов, подвергнутых обработке сдвигом под давлением

#### Fracture strength ( $\sigma_r$ ) of initial components subjected to shear treatment under pressure

Образец (состояние) / Sample (condition)	Область / Region	UTS, МПа
Al (деф. / def.)	0,5R	227
	Центр / Centre	180
Nb (деф. / def.)	0,5R	1050
	Центр / Centre	920

Таблица 2  
Table 2

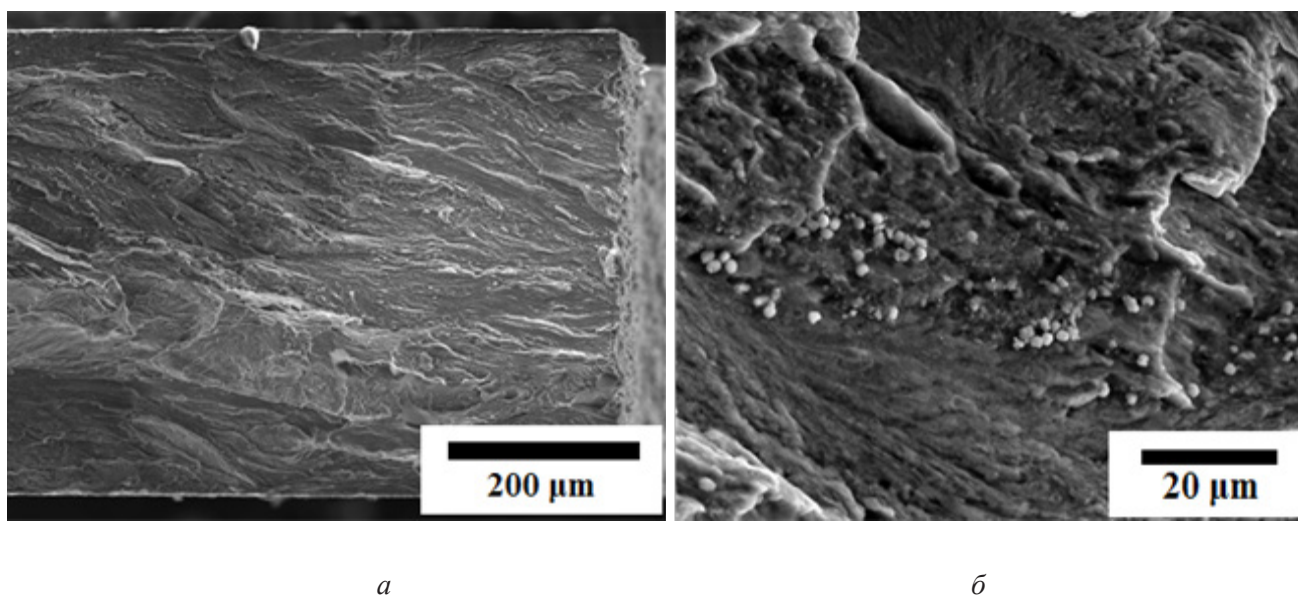
### Прочность разрушения ( $\sigma_r$ ) образцов композита Al-Nb при различных обработках

#### Fracture strength ( $\sigma_r$ ) of Al-Nb composite specimens under various treatments

Образец (состояние) / Sample (condition)	Область / Region	UTS, МПа
Al-Nb (деф. / def.)	0,5R	177
	Центр / Centre	253
Al-Nb (деф. / def.) + 400 °С	0,5R	337
	Центр / Centre	140
Al-Nb (деф. / def.) + 600 °С 0,5 часа / hours	0,5R	291
	Центр / Centre	102

Оба значения прочности примерно соответствуют пределу прочности деформированного алюминия (227 МПа) и в несколько раз ниже предела прочности деформированного ниобия (1050 МПа), подвергнутых деформации с такой же степенью и скоростью, испытанных в тех же условиях. По-видимому, растяжение в композите происходило в основном по алюминиевой матрице, а высокопрочный ниобий практически не деформировался [13–17]. После отжига при 400 °С предел прочности образцов композита, вырезанных из области середины радиуса, увеличивается почти вдвое до 337 МПа. Как показали фрактографические исследования, в образцах, вырезанных из области 0,5 R, фаза  $Al_3Nb$  дисперсная и хорошо видна на изломах как неотожженных образцов, так и на поверхностях излома отожженных образцов. Фаза  $Al_3Nb$  в неотожженном образце имеет вид округлых частиц, размером не более

1 мкм (рис. 3, а, б), а после отжига имеет вид пластин, толщиной около 1 мкм (рис. 4, а, б), хорошо сопряженных с металлическими слоями. Толщина интерметаллических пластин в отожженном образце и размер частиц в неотожженном образце соответствуют толщине слоев, сформировавшихся в композите при сдвиговой деформации – от 0,1 до 1 мкм. Возможной причиной упрочнения при отжиге образцов, вырезанных из области 0,5 R, является малая толщина пластин фазы  $Al_3Nb$ , хорошее сопряжение с матрицей и повышение однородности многослойной структуры с чередованием слоев высокопрочного ниобия и пластичного алюминия. Повышение температуры отжига до 600 °С приводит к дальнейшему повышению доли интерметаллической фазы, что несколько снижает прочность композита (290 МПа), но значение прочности остается выше, чем в неотожженном образце.

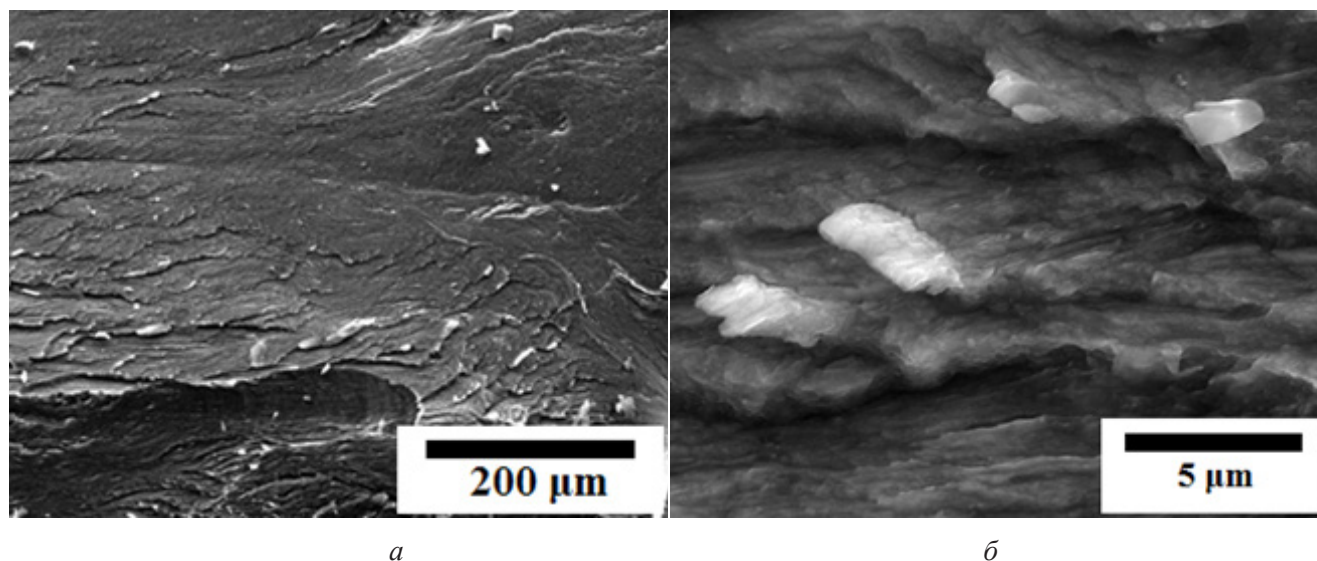


**Рис. 3.** Поверхность излома образца композита, вырезанного со смещением от центра:

*а* – общий вид; *б* – интерметаллидные частицы на изломе

**Fig. 3.** Fracture surface of a composite specimen cut with an offset from the center:

*a* – general view; *b* – intermetallic particles at the fracture



**Рис. 4.** Поверхность излома образца композита, отожженного при 400 °С, вырезанного со смещением от центра:

*а* – общий вид; *б* – интерметаллидные частицы на изломе

**Fig. 4.** Fracture surface of a composite specimen annealed at 400 °C cut with an offset from the center:  
*a* – general view; *b* – intermetallic particles at the fracture

В центральной области отжиг привел к существенному падению прочности – с 250 МПа до 140 МПа после отжига при 400 °С и до 100 МПа после отжига при 600 °С, что соответствует прочности крупнозернистого Al. Основным фактором падения прочности, в центральной области композита, по-видимому, является разупрочнение Al матрицы из-за рекристаллизации и из-за слабого перемешивания, выделение частиц интерметаллической фазы  $Al_3Nb$  не приводит к значимому упрочняющему эффекту.

#### Вывод

С помощью деформации сдвигом под давлением кручением и последующим отжигом, были получены образцы композита системы Al-Nb с упрочняющей (связующей) интерметаллической фазой  $Al_3Nb$ . С помощью деформирования растяжением образцов композита продемонстрирована существенная зависимость предела прочности от степени перемешивания компонентов. Перемешивание в центральной области было слабым, в связи с этим предел прочности оказался ниже, чем в области середины радиуса, где перемешивание компонентов произошло равномерно.

При испытаниях на растяжение высокопрочный ниобий практически не деформировался. Основным механизмом пластической деформации являлось вязкое разрушение по алюминиевой матрице без заметного расслоения по межфазным границам, в то время как в образцах с плохим перемешиванием разрушение происходило преимущественно за счет расслоения по границе раздела Al/Nb. Отжиг при 400 °С приводит к увеличению доли интерметаллической фазы и предела прочности композита. Отжиг при 600 °С приводит к дальнейшему увеличению доли  $Al_3Nb$  и охрупчиванию композита, но предел прочности остается несколько выше, чем у неотожженного состояния.

#### Благодарности / Acknowledgments

Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН в части получения материалов деформационными методами и поддержана РФФ (грант № 18-12-00440П) в части микроструктурных исследований металлматричного композита и измерения его механических свойств. Электронномикроскопические исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН «Структурные и физико-

механические исследования материалов». Коллектив авторов, также, выражает свою благодарность компании ООО «МЕТРО-ТЕСТ» за предоставленное в пользование оборудование для проведения механических испытаний.

*This work was carried out within the framework of the state assignment of the IMSP RAS in terms of obtaining materials by deformation methods and was supported by the Russian Science Foundation (grant № 18-12-00440P) in terms of microstructural studies of a metal-matrix composite and measuring its mechanical properties. Electron microscopic studies were carried out on the facilities of shared services center of the Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences “Structural and Physical-Mechanical Studies of Materials”. The team of authors also expresses its gratitude to the company METROTEST LLC for the equipment provided for use for carrying out mechanical tests.*

### Список литературы

1. О возможности применения интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением для изготовления Al-Nb металломатричных композиционных материалов / Г. Р. Халикова и др. // Письма о материалах. 2020. Т. 10, № 4. С. 475–480. DOI: 10.22226/2410-3535-2020-4-475-480.
2. Механические свойства металломатричного композита на основе меди и алюминия, полученного деформацией сдвига под давлением / Р. Р. Кабиров и др. // Известия Российской академии наук: Физика. 2019. Т. 83, № 10. С. 1384–1388. DOI: 10.3103/S1062873819100101.
3. Mehr V. Y., Toroghinejad M. R., Rezaeian A. Mechanical properties and microstructure evolutions of multilayered Al–Cu composites produced by accumulative roll bonding process and subsequent annealing // Mater. Sci. Engin. A. 2014. V. 601. P. 40–47. DOI: 10.1016/j.msea.2014.02.023.
4. Enhanced hardness via interface alloying in nanoscale Cu/Al multilayers / X. Z. Wei et al. // Mater. Sci. Engin. A. 2018. V. 726. P. 274–281. DOI: 10.1016/j.msea.2018.04.065.
5. Zeidabadi S. R. H., Daneshmanesh H. Fabrication and characterization of in-situ Al/Nb metal/intermetallic surface composite by friction stir processing // Mater. Sci. Eng. A. 2017. V. 702. P. 189–195. DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.014.
6. Intermetallic growth kinetics and microstructure evolution in Al–Cu–Al metal-matrix composite processed by high pressure torsion / G. F. Korznikova et al. // Mater. Lett. 2019. V. 253. P. 412–415. DOI: 10.1016/j.matlet.2019.07.124.
7. Microstructural evolution and intermetallic formation in Zn–Mg hybrids processed by High-Pressure Torsion / D. Hernández-Escobar et al. // Phil. Mag. 2019. V. 99, Iss. 5. P. 557–584. DOI: 10.1080/14786435.2018.1546962.
8. Микроструктура и микротвердость металломатричных композитов с углеродными нанотрубками, полученных интенсивной пластической деформацией / Р. Х. Хисамов и др. // Письма о материалах. 2015. Т. 5, № 2 (18). С. 119–123. DOI: 10.22226/2410-3535-2015-2-119-123.
9. Annealing-induced phase transformations and hardness evolution in Al–Cu–Al composites obtained by high-pressure torsion / R. R. Mulyukov et al. // Acta Mech. 2021. V. 232, Iss. 5. P. 1815–1828. DOI: 10.1007/s00707-020-02858-6.
10. Influence of Constrained High-Pressure Torsion on Microstructure and Mechanical Properties of an Aluminum-Based Metal Matrix Composite / G. F. Korznikova et al. // JOM. 2020. V. 72, Iss. 8. P. 2898–2911. DOI: 10.1007/s11837-020-04152-1.
11. Effects of carbon nanotube content and annealing temperature on the hardness of CNT reinforced aluminum nanocomposites processed by the high pressure torsion technique / D. D. Phuong et al. // J. Alloys and Compounds. 2014. V. 613. P. 68–73. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.05.219.

12. Srivatsan T. S., Sudarshan T. S., Lavernia E. J. Processing of discontinuously-reinforced metal matrix composites by rapid solidification // *Prog. Mater. Sci.* 1995. V. 39, Iss. 4–5. P. 317–409. DOI: 10.1016/0079-6425(95)00003-8.
13. Three-dimensional shear-strain patterns induced by high-pressure torsion and their impact on hardness evolution / Y. Cao et al. // *Acta Mater.* 2011. V. 59, Iss. 10. P. 3903–3914. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.03.015.
14. Unusual macroscopic shearing patterns observed in metals processed by high-pressure torsion / Y. Cao et al. // *J. Mater. Sci.* 2010. V. 45, No. 17. P. 4545–4553. DOI: 10.1007/s10853-010-4485-5.
15. Instabilities of interfaces between dissimilar metals induced by high pressure torsion / R. Kulagin et al. // *Mater. Lett.* 2018. V. 222. P. 172–175. DOI: 10.1016/j.matlet.2018.03.200.
16. Straumal B., Korneva A., Zieba P. Phase transitions in metallic alloys driven by the high pressure torsion // *Arch. Civil Mech. Eng.* 2014. V. 14, Iss. 2. P. 242–249. DOI: 10.1016/j.acme.2013.07.002.
17. Growth mechanism of Al<sub>2</sub>Cu precipitates during in situ TEM heating of a HPT deformed Al–3wt.%Cu alloy / B. Rashkova et al. // *J. of Alloys Compd.* 2014. V. 600. P. 43–50. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.02.090.
18. Prediction of phase formation sequence and phase stability in binary metal-aluminum thin-film systems using the effective heat of formation rule / R. Pretorius et al. // *J. Appl. Phys.* 1991. V. 70, No. 7. P. 3636. DOI: 10.1063/1.349211.
19. Microstructure and kinetics of intermetallic phase growth of three-layered A1050/AZ31/A1050 clads prepared by explosive welding combined with subsequent annealing / D. M. Fronczea et al. // *Mater. Design.* 2017. V. 130. P. 120–130. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.05.051.
20. Al-Cu layered composites fabricated by deformation / G. F. Korznikova et al. // *AIP Conf. Proc.* 2018. No. 2053. Article number 030028. DOI: 10.1063/1.5084389.
21. An approach for fabrication of Al-Cu composite by high pressure torsion / V. N. Danilenko et al. // *Mater. Lett.* 2019. V. 236. P. 51–55. DOI: 10.1016/j.matlet.2018.09.158.