

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

Яковцева Ольга Анатольевна

МЕХАНИЗМЫ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В СПЛАВАХ С РАЗНЫМ  
ТИПОМ МИКРОСТРУКТУРЫ

Специальность 05.16.01  
Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук

доцент Михайловская Анастасия Владимировна

Научный консультант: доктор технических наук

профессор Портной Владимир Кимович

Москва 2018

## Содержание

Введение.....	5
1 Обзор литературы .....	11
1.1 Сверхпластичность .....	11
1.2 Механизмы сверхпластичности в сплавах .....	13
1.3 Модели зернограничного скольжения.....	14
1.4 Механизмы сверхпластической деформации в сплавах с разным составом или структурой	18
1.5 Коэффициент скоростной чувствительности и эффективная энергия активации при сверхпластической деформации.....	22
1.6 Оценка вкладов механизмов в сверхпластическую деформацию.....	23
2 Материалы и методика проведения экспериментов.....	28
2.1 Материалы исследования .....	28
2.1.1 Сплавы системы Cu-Zn с дуплексной структурой .....	28
2.1.2 Сплавы системы Al-Mg-Mn .....	29
2.1.3 Сплавы системы Al-Zn-Mg .....	30
2.2 Методы изучения структуры.....	31
2.2.1 Световая и электронная микроскопия .....	31
2.2.2 EBSD-анализ структуры.....	32
2.2.3 Электронная просвечивающая микроскопия.....	33
2.2.4 Использование <i>ФИП</i> -микроскопа.....	33
2.3 Определение показателей сверхпластичности и механических свойств.....	34
2.3.1 Изготовление образцов для определения показателей сверхпластичности.....	34
2.3.2 Испытания со ступенчатым изменением скорости деформации .....	34
2.3.3 Испытания с постоянной скоростью деформации .....	35
2.3.4 Механические свойства.....	35
2.4 Определение механизмов сверхпластической деформации .....	35
2.5 Определение диффузионных параметров .....	36
3 Сплавы с дуплексным типом структурой на основе меди.....	37
3.1 Показатели сверхпластичности и исходная структура.....	37
3.2 Анализ структуры и развитие пористости в процессе сверхпластической деформации .....	42
3.3 Эффективная энергия активации .....	45
3.4 Анализ изменения поверхности латуни во время сверхпластической деформации .....	46

3.5	Механизмы сверхпластической деформации .....	48
3.6	Влияние добавки алюминия на показатели сверхпластичности латуни.....	51
	Выводы по разделу 3 .....	57
4	Сплавы с исходной перед СПД рекристаллизованной структурой матричного типа на основе алюминия .....	59
4.1	Сплав AA7475 системы Al-Zn-Mg-Cu.....	59
4.1.1	Получение исходной структуры.....	59
4.1.2	Определение показателей сверхпластичности и эффективной энергии активации сверхпластической деформации .....	60
4.1.3	Исследование структурных изменений во время сверхпластической деформации.....	62
4.1.4	Определение вкладов механизмов сверхпластической деформации .....	65
	Выводы по разделу 4.1 .....	72
4.2	Сплавы системы Al-Mg.....	73
4.2.1	Влияние хрома на эволюцию зеренной структуры и механизмов сверхпластической деформации в сплавах типа AA5083 .....	73
4.2.1.1	Исследование исходной зеренной структуры, показателей сверхпластичности и эффективной энергии активации .....	73
4.2.1.2	Исследование структуры образцов после различных степеней деформации .....	76
4.2.1.3	Анализ структуры при помощи просвечивающей электронной микроскопии .....	79
4.2.1.4	Исследование механизмов СПД при помощи маркерных царапин .....	80
4.2.1.5	Исследования механизмов СПД при помощи маркерной сеточки .....	84
4.2.1.6	Использование ионного микроскопа.....	87
4.2.2	Сравнение изменения эволюции структуры и механизмов сверхпластической деформации в сплавах с разным содержанием магния.....	88
4.2.3	Влияние размера зерна на вклад зернограничного скольжения на примере сплава AA5083 .....	99
	Выводы по разделу 4.2.....	106
	Выводы по разделу 4 .....	107
5	Сплавы с исходной перед СПД нерекристаллизованной/частично рекристаллизованной структурой матричного типа на основе алюминия .....	110
5.1	Исходная структура и показатели сверхпластичности .....	110
5.2	Сравнение показателей сверхпластичности спавов .....	112

5.3	Выбор режимов сверхпластической деформации для сплава Al4ZnNi.....	114
5.4	Эволюция структуры в процессе деформации.....	115
5.5	Развитие пористости.....	120
5.6	Механизмы сверхпластической деформации при повышенных скоростях...	121
	Выводы по разделу 5 .....	125
	Выводы по работе .....	127
	Список используемых источников .....	130

## Введение

### Актуальность работы

Применение сверхпластической формовки в промышленности повышенных объемов сдерживается тем, что легкодоступные в настоящее время сверхпластичные сплавы обладают невысокими скоростями деформации, из-за чего детали средней сложности требуют значительного времени формовки. Еще одно из условий ограничивающее применение формовки некоторых материалов, например, сплавов систем Cu-Zn и Al-Zn-Mg-Si, является сильное развитие пористости в процессе деформации. Пористость снижает формуемость, и механические свойства готовых изделий. В тоже время в некоторых сплавах, например, многокомпонентных латунях или в сплавах на основе системы Al-Mg остаточная после деформации остаточная пористость относительно низкая. При этом причины пониженной пористости в этих сплавах не однозначны: пористость может возникать у крупных включений, что часто наблюдается в промышленных сплавах, а может быть следствием развитого зернограничного скольжения (ЗГС), так как появление пор является неизбежным результатом перемещения зерен.

Скоростной интервал проявления сверхпластичности и остаточная пористость определяются структурными параметрами материала и вкладами действующих при сверхпластической деформации механизмов. Известны из литературы три действующих механизма сверхпластической деформации – зернограничное скольжение, дислокационная и диффузионная ползучесть. Зернограничное скольжение считается основным механизмом, вклад которого по некоторым данным может достигать 70-90%, а остальные два механизма считают аккомодационными. При этом исследования некоторых сплавов показывают, что те механизмы, которые принято считать аккомодационными, могут играть ведущую роль, а зернограничное скольжение может быть подавлено. Механизмы, их вклад и роль в процессе сверхпластической деформации могут меняться, и этот вопрос слабо изучен. По имеющимся в литературе данным не представляется возможным однозначно ответить на вопрос, какие факторы определяют вклады разных механизмов в общее удлинение и отвечают за развитие пористости.

Изучение вкладов механизмов сверхпластической деформации, используя анализ поверхности, сопряжено с рядом трудностей, включая выбор способа нанесения маркеров, методов расчета, появления оксида на поверхности при деформации. Недавно опубликованные работы показали эффективность использования метода ионного травления Ga<sup>+</sup> для получения сеток с регламентированными линиями (шаг, глубина, ширина) для исследования особенностей сверхпластической деформации алюминиевого сплава AA5083.

Однако влияние ионов Ga<sup>+</sup> на результаты анализа до конца не изучено. Таким образом, стоит задача оптимизации методики нанесения маркеров на поверхность образцов и комплексного анализа эволюции структуры и действующих при сверхпластической деформации механизмов в сплавах разного состава с разным структурным типом.

### **Цель работы**

Целью работы является установление зависимости эволюции структуры, порообразования и вкладов действующих механизмов при сверхпластической деформации сплавов с разным структурным типом.

Для достижения поставленной цели в рамках данного исследования необходимо решить **следующие задачи**:

1. Выбрать составы и получить листовые заготовки из сплавов с разными структурными параметрами, отвечающими цели исследования.

2. В выбранных сплавах определить условия реализации сверхпластической деформации через анализ деформационно-скоростных и температурных зависимостей напряжения течения.

3. Изучить эволюцию зеренной, дислокационной структуры и пористости сплавов с разным структурным типом в процессе сверхпластического течения методами световой, электронной сканирующей и просвечивающей микроскопии.

4. Провести анализ эволюции структуры поверхности с нанесенными маркерами (механическими царапинами и сетками, полученными ионным травлением) в процессе сверхпластического течения в выбранных температурно-скоростных условиях при разных степенях деформации для определения вкладов действующих механизмов.

**Актуальность работы подтверждается** участием автора в качестве исполнителя в поддержанных проектах, реализуемых по теме исследования:

1. Грант РФФИ № 12-03-31164 мол\_а «Исследование процессов формирования ультрамелкого зерна и механизмов сверхпластической деформации алюминиевых сплавов с матричным типом структуры».

2. Договор с Министерством образования и науки РФ, задание № 11.1855.2014/К от 17.07.2014 на выполнение научно-исследовательской работы в рамках проектной части государственного задания в сфере научной деятельности: «Создание научных основ получения полуфабрикатов и изделий из сплавов цветных металлов с ультрамелкозернистой структурой и улучшенным комплексом свойств».

3. Проект Российского научного фонда № 17-79-20426 на тему: "Ультрамелкозернистые «магналии» со структурой композиционного типа, обладающие повышенной прочностью и высокоскоростной сверхпластичностью".

4. Грант президента РФ для государственной поддержки молодых российских ученых МК-2301.2017.8 на тему «Изучение механизмов сверхпластической деформации в высокопрочном алюминиевом сплаве с целью определения их влияния на микроструктуру и конечные свойства изделий, полученных методом сверхпластической формовки».

#### **Научная новизна**

1. Выявлено, что при сверхпластической деформации двухфазных латуней Л59 и ЛА61-1 в  $\beta$ -фазе образуются двойники деформации и происходит динамическая рекристаллизация, приводящая к формированию в процессе деформации ультрамелкозернистой структуры с размером зерен менее 1 мкм. При введении в двойную латунь 1 масс.% Al замедляются диффузионные процессы, уменьшается размер зерен  $\beta$ -фазы в среднем с 400 до 200 нм, уменьшается вклад зернограничного скольжения с 60 до 30%, что, в результате, заметно улучшает показатели сверхпластичности, увеличивая относительное удлинение с 300 до 500% и уменьшая остаточную пористость с 4.5 до 1%.

2. Показано, что в сплаве системы Al-Zn-Mg-Cu-Cr (AA7475) основной вклад в общее удлинение на установившейся стадии сверхпластической деформации вносит зернограничное скольжение, вклад которого увеличивается с 30% на начальной стадии деформации до 60%, при практическом отсутствии внутриверной деформации, при этом, остаточная пористость в сплаве составляет 4.5%.

3. Установлено, что в сплавах типа «магналии» Al-(4.9-7.6)%Mg-0.6%Mn-0.2%Cr, на начальной стадии деформации основным механизмом сверхпластической деформации является диффузионная ползучесть с вкладом 60-70%. С увеличением степени деформации доля диффузионной ползучести уменьшается до 20-40%, тогда как вклад дислокационной ползучести возрастает с 10-20% до 20-35%. При этом, увеличение степени деформации слабо влияет на вклад зернограничного скольжения, который увеличивается с 10 до 20-30% при увеличении концентрации магния в сплавах, что связано с формированием более мелкозернистой структуры, при этом, сплавы демонстрируют низкую остаточную пористость перед разрушением 2.2-2.5%.

4. Выявлено, что наличие частиц дисперсоидов  $Al_6(Mn,Cr)$  средним размером 38 нм в структуре сплава Al-4.9%Mg-0.6%Mn-0.2%Cr приводит к уменьшению вклада зернограничного скольжения в 4 раза по сравнению с действием частиц  $Al_6Mn$  средним размером 85 нм в сплаве Al-4.9%Mg-0.6%Mn, также как и присутствие частиц  $Al_3Zr$  размером до 18 нм в сплаве Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr обеспечивает в два раза меньший вклад зернограничного скольжения в сравнении со сплавом системы Al-Zn-Mg-Cu-Cr с дисперсоидами, имеющими средний размер 42 нм в близких температурно-скоростных условиях сверхпластической деформации на установившейся стадии.

### **Теоретическая и практическая значимость**

1. Разработана методика анализа вкладов механизмов сверхпластической деформации с использованием маркерных сеток, полученных методом ионного травления (зарегистрированы НОУ-ХАУ №50-013-2014, №29-013-2015 и №18-013-2017).

2. Установлено, что значения вкладов действующих механизмов, определенных с использованием маркерных царапин и сеток, полученных ионным травлением, совпадают, что подтверждает отсутствие существенного влияния ионов Ga<sup>+</sup> на структуру и механизмы сверхпластической деформации.

3. Добавка от 0.5 до 2.2% алюминия в латунь улучшает показатели сверхпластичности, позволяет увеличить относительное удлинение с 300 до 500% при температуре деформации 550 °С и скорости  $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и уменьшает объемную долю пор с 4.5% до 1.0-1.5% (зарегистрирована заявка №2018117656 на патент РФ). Снижение пористости проявляется в том, что после 100% сверхпластической деформации предел текучести и предел прочности при комнатной температуре в сплаве с 1%Al снижаются менее чем на 10%, тогда как у сплава Л59 предел текучести снижается на 25%, а предел прочности на 20%.

4. Разработана технология получения листа сплава АА5083, позволяющая благодаря уменьшению среднего размера зерна с 7.7 до 5.5 мкм повысить скорость сверхпластической деформации в два раза (зарегистрировано НОУ-ХАУ №67-013-2016 от 26 декабря 2016).

### **Методология и методы исследования**

В работе использовали современные методы микроструктурного анализа с использованием просвечивающей, сканирующей электронной и ионной микроскопии, энерго-дисперсионного анализа и метода дифракции обратно-рассеянных электронов, а также исследований деформационного поведения сплавов в условиях сверхпластичности при поддержании постоянных скоростей деформации. Современные методы исследований, реализованные в диссертационной работе, позволили установить вклады различных механизмов деформации в зависимости от внутренних структурных и внешних технологических факторов.

### **Положения, выносимые на защиту:**

1. Закономерности влияния легирования алюминием на показатели сверхпластичности, порообразование и вклады действующих механизмов деформации латуней со структурой дуплексного типа.

2. Закономерности эволюции зеренной и дислокационной структуры при сверхпластической деформации в сплавах на основе алюминия с исходной рекристаллизованной и нерекристаллизованной структурой матричного типа.

3. Закономерности влияния структурных параметров и температурно-скоростных условий и степени деформации на вклады действующих механизмов сверхпластической деформации в алюминиевых сплавах (систем Al-Mg и Al-Zn-Mg).

#### **Личный вклад автора**

Основные результаты диссертации получены лично автором. Автор принимал участие непосредственно в постановке задач, проведении экспериментов и анализе результатов, в обобщении и интерпретации экспериментальных данных, в формулировании основных выводов и написании статей.

**Степень достоверности полученных результатов** обеспечена комплексным исследованием и решением поставленных задач с использованием актуальных методов и современного оборудования, статистической обработкой экспериментальных данных.

#### **Апробация работы:**

Работа была представлена на международных и всероссийских конференциях: 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM) (2015, Tokyo, Japan), 12th International conference on Superplastic Forming EuroSPF 2017 (2017, Coventry, UK), ежегодная международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов» (2014-2017, Москва, РФ), евразийская научно-практическая конференция Прочность Неоднородных Структур (2014, 2016, Москва, РФ), открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» (2014, 2016, Уфа, РФ), XIII Курчатовская молодежная научная школа (2015, Москва, РФ), XVI Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлосведов-молодых ученых, (2015, г. Екатеринбург, РФ), XXIII Уральская школа металлосведов-термистов, посвященная 100-летию со дня рождения профессора А.А. Попова, (2016, Тольятти, РФ).

#### **Получены следующие награды:**

1. Премия «Молодые ученые» 22-й Международной промышленной выставки «МЕТАЛЛ-ЭКСПО 2016».
2. Победитель конкурса УМНИК 16-12, Финал программы "УМНИК" - МФТИ №11315ГУ/2017 от 14.04.2017.
3. Диплом за лучший доклад среди молодых учёных (Olga Yakovtseva, Deformation mechanisms of aluminium containing brasses) на 12th International conference on Superplastic Forming, Coventry, UK, 13-15 September, 2017.

#### **Публикации:**

Основные результаты диссертации представлены в 8 статьях в высокорейтинговых научных журналах, входящих в список ВАК, 22 тезисах докладов российских и

международных научных конференций, также по материалам работы зарегистрированы четыре ноу-хау, подана заявка на патент.

**Структура и объем диссертации** состоит из введения, пяти разделов, выводов по разделам, списка использованной литературы, включающего 136 источников. Диссертация изложена на 140 страницах и включает 100 рисунков и 16 таблиц.

# 1 Обзор литературы

## 1.1 Сверхпластичность

Термин сверхпластичность был введен проф. А.А. Бочваром для описания необычного поведения двухфазного сплава Zn-22% Al [1, 2]. Ранее в 1934 это явление наблюдал и изучал Пирсон, который первым описал основные особенности явления сверхпластичности [3]. В работе [3] было установлено, что при сверхпластичности наблюдается очень большое равномерное удлинение, что связано с необычайно высокой чувствительностью напряжения течения к скорости деформации в мелкозернистых поликристаллических материалах [4]. Обычно сплавы проявляют сверхпластичность при температурах выше  $0.5 T_{пл}$  [5].

Зависимость напряжения от скорости деформации лучше всего описал Бэкоффен [6]:

$$\sigma = K \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (1),$$

где  $\sigma$  - приложенное напряжение,

$\dot{\epsilon}$  - скорость деформации,

$K$  - постоянная для данных условий испытания.

Следует отметить, что константа  $K$  и индекс скоростной чувствительности  $m$  являются чувствительными к таким параметрам, как температура испытания и размер зерна. Для кристаллических материалов в сверхпластичном состоянии  $m$  обычно не превышает 0,8, но сплавы считаются сверхпластичными и при  $m \geq 0.5$  и даже 0.3 [7].

Таким образом, сверхпластичность – это способность мелкозернистого поликристаллического материала демонстрировать удлинения более 200-400% при высоком (более 0.3) показателе скоростной чувствительности  $m$  (0,5 по Лэнгдону [8]) и высокой температуре.

В основном, сверхпластичность проявляется в области II (рис. 1.1, [9]) с необходимым выполнением следующих условий: материал должен быть мелкозернистым, с равноосными зернами размером менее 10 мкм, который должен оставаться относительно устойчивым к росту при высокотемпературной деформации. Наиболее распространенный способ получения такой структуры в двухфазных материалах, в которых фазы присутствуют в приблизительно равных пропорциях. Часто такие сплавы имеют эвтектический или эвтектоидный состав. В некоторых случаях к формированию мелкозернистой структуры приводит спинодальный распад [10].

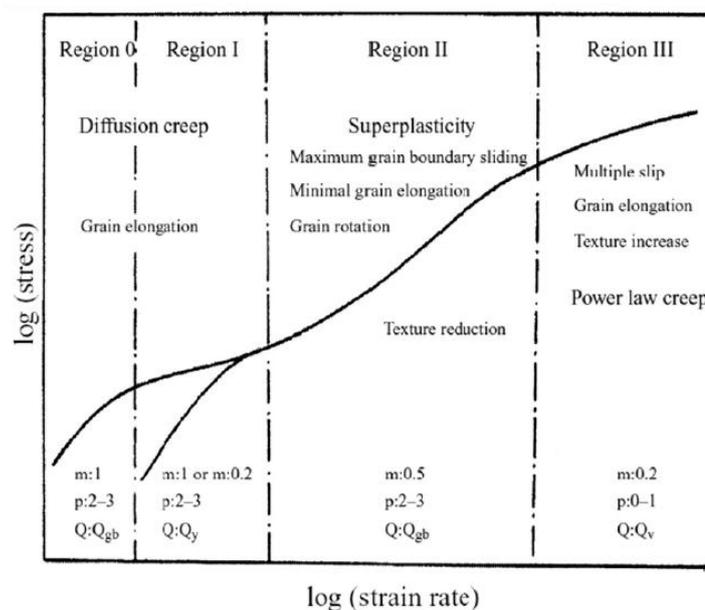


Рисунок 1.1 – Схематичная иллюстрация зависимости напряжения от скорости деформации [9]

Мелкозернистую структуру легко получить в сплавах эвтектического или около-эвтектического состава [11–16], например, монотектоидном сплаве Zn-22%Al, а также в двухфазных сплавах с дуплексной структурой, таких как титановые и медные сплавы [4,17]. Температура для получения максимальных свойств при сверхпластической деформации в сплавах с дуплексной структурой соответствует соотношению 50/50 объемных долей  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазы [5]. Медленный рост зерна является необходимым условием для получения большого удлинения при сверхпластической деформации [18]. Например, удлинение в сплаве Cu-40%Zn составляет 500 – 640 % при испытании с начальной скоростью деформации  $1 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  [19] и размере зерна менее 10 мкм, тогда как с увеличением размера зерна и его ускоренном росте относительное удлинение стремительно падает и может не превышать 180 %.

Сверхпластичность в настоящее время представляет интерес не только как фундаментальная научная проблема, но и как научная основа технологического процесса формовки. Важнейшими технологическими задачами в настоящее время являются снижение температуры и повышение скорости формовки, а также снижение остаточной пористости. Для разработки новых материалов, отвечающих постоянно возрастающим требованиям к современной технике, необходимо четко представлять, какие механизмы действуют при сверхпластической деформации (СПД) и какова их роль при деформации.

На практике сверхпластическая формовка применяется для получения изделий из труднодеформируемых титановых, а также алюминиевых сплавов, что позволяет получать, например, турбинные диски или детали сложной формы из тонких листов. Для получения качественных изделий тонкого рельефа и с высокой точностью воспроизведения гравюры

матрицы, во время формовки необходимо контролировать скорость деформации и температуру [20].

Сверхпластическая формовка позволяет получать металлические детали сложной формы с использованием маломощного оборудования, что значительно снижает стоимость и повышает эффективность малосерийного производства для аэрокосмической, машиностроительной и железнодорожной промышленности [4-5,21]. Изучение механизмов сверхпластической деформации при различных температурно-скоростных условиях необходимо для лучшего понимания явления сверхпластичности и, в результате, может помочь в разработке новых материалов с улучшенным комплексом свойств и высокоскоростной сверхпластичностью.

## 1.2 Механизмы сверхпластичности в сплавах

Уже в ранних работах Бочвара и Преснякова [2, 22] были предложены теории для описания механизмов структурной сверхпластичности, однако впоследствии первые предположения оказались не совсем точно описывающими сверхпластичное состояние.

Сверхпластическое течение обычно связывают с тремя механизмами, характерными также и для ползучести:

- зернограничное скольжение (ЗГС);
- внутризеренное дислокационное скольжение/ переползание (ВДС);
- диффузионная ползучесть (ДП) [4, 24, 5].

На сегодняшний момент хорошо развито феноменологическое описание механизмов сверхпластической деформации [4-5, 23]. Однако полного фундаментального общепринятого понимания механизмов сверхпластичности и теории их аккомодации нет. Проведено много исследований явления сверхпластичности, но до сих пор в литературе [1, 5, 24-25] сохраняются очень разные взгляды на доминирующий механизм СПД в разных сплавах.

Соотношение действующих механизмов сверхпластичности, как можно предположить, должно определяться микроструктурными особенностями и температурно-скоростными условиями деформации.

Сверхпластическое течение сопровождается такими процессами, как вращение зерен [1], миграция границ зерен и динамический рост зерна [1, 26], динамическая рекристаллизация и полигонизация [24, 27]. Отметим, что под термином внутризеренное дислокационное скольжение следует понимать и консервативное, и неконсервативное перемещение дислокаций – переползание.

Смена соседей зерен является наиболее важной функцией ЗГС, так как при растяжении приводит к увеличению числа зерен в продольном направлении и уменьшению их числа в направлении, поперечном растяжению. Это результат массового взаимного смещения соседних зерен, который может объяснять возможность гигантских удлинений сверхпластичных сплавов. Она характерна только для СПД и почти никогда не проявляется в процессах высокотемпературной ползучести или горячей деформации [28]. Большинство работ [23] определяют зернограничное скольжение как доминирующий механизм сверхпластичности, который может происходить за счет миграции границ зерен и смещения зерен относительно друг друга.

Однако, возникает вопрос об аккомодационных механизмах деформации, так как при зернограничном скольжении должно было бы образовываться множество несплошностей и порообразование препятствовало большим удлинениям.

Основной процесс, сопровождающий сверхпластическое течение - динамический рост зерен, который зависит от его исходного размера, кинетики роста во времени и влияет на напряжение течения. Динамический рост зерен при сверхпластичности является анизотропным в (квази-) однофазном материале; эта уникальная характеристика была впервые рассмотрена несколькими исследованиями еще в 1990-х годах [1], но сегодня привлекает внимание лишь ограниченного числа исследователей [29], хотя ее механизм до сих пор не ясен.

Рабинович и Трифионов [30], а также Син с коллегами [31] объясняют удлинение зерна анизотропной миграцией границ зерен, тогда как Ли с коллегами [32] рассматривают его как совместное влияние дислокационной ползучести и коалесценции зерен при вращении.

### 1.3 Модели зернограничного скольжения

Эшби и Веррел [33] в 1973 году предложили модель (рис. 1.2), объясняющую сверхпластичность как переходную область между диффузионной ползучестью, действующей при маленькой скорости деформации и дислокационной ползучестью при высоких скоростях деформации. Модель Эшби-Веррела предполагает перемещение зерен при помощи зернограничного скольжения с сохранением формы зерен. Более того, Эшби и Веррел объяснили, что разность напряжений между началом и концом деформации аккомодируется зернограничным скольжением и объемной диффузией. Модель Эшби-Веррела имеет много привлекательных черт и объединяет существенные топологические особенности, свойственные сверхпластичности.

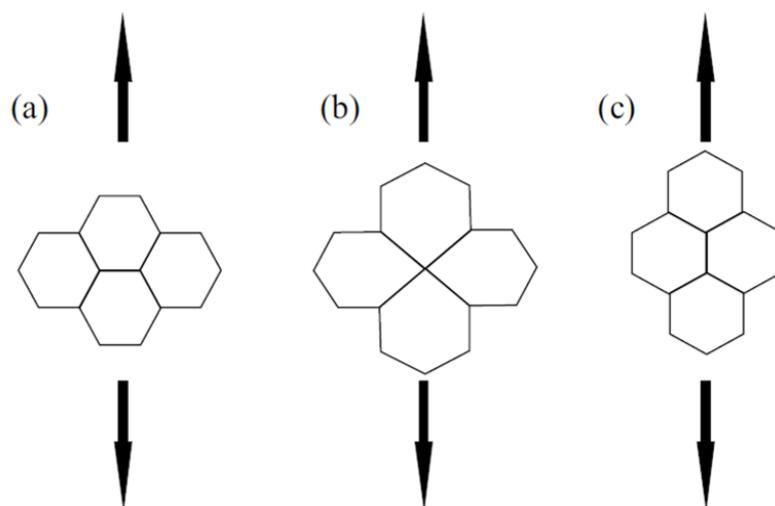


Рисунок 1.2 – Модель аккомодации диффузионного течения Эшби-Веррела [7]

Существует несколько работ, критикующих эту модель [7]. Шпрингарн и Никс [34] считают, что перемещение зерен не может происходить исключительно посредством диффузионных потоков и предполагают такой процесс физически невозможным.

В настоящее время существует три модели для теории зернограничного скольжения, аккомодируемого дислокационным скольжением: модель Болла-Хатчинсона, модель Мукерджи и модель Джифкинса.

Болл и Хатчинсон [35] в 1969 году предложили модель совместного движения группы зерен (рис. 1.3) до тех пор, пока возможно такое движение. При деформации границы зерен правильно выстраиваются и группой скользят в одном направлении. Когда скольжение блокируется другими зернами, увеличение напряжения приводит к дислокационной активности, дислокации образуются и накапливаются на противоположной границе зерна, пока приложенные напряжения не заблокируют их. Дислокации могут переползать вдоль границы зерна или по телу зерна. Таким образом, зернограничное скольжение, которое регулируется переползанием дислокаций вдоль границ зерен, возможно из-за постоянной замены границ.

Однако Мукерджи с коллегами (1971 [36]) модифицировали модель, предположив, что изначально зерна движутся по отдельности и только потом объединяются в группы. Модель предполагает наличие дислокации аккомодирующей зернограничное скольжение одного зерна. Дислокации генерируются на границах зерен, механизм генерируемых дислокаций такой же, как и механизм по модели Болла-Хатчинсона.

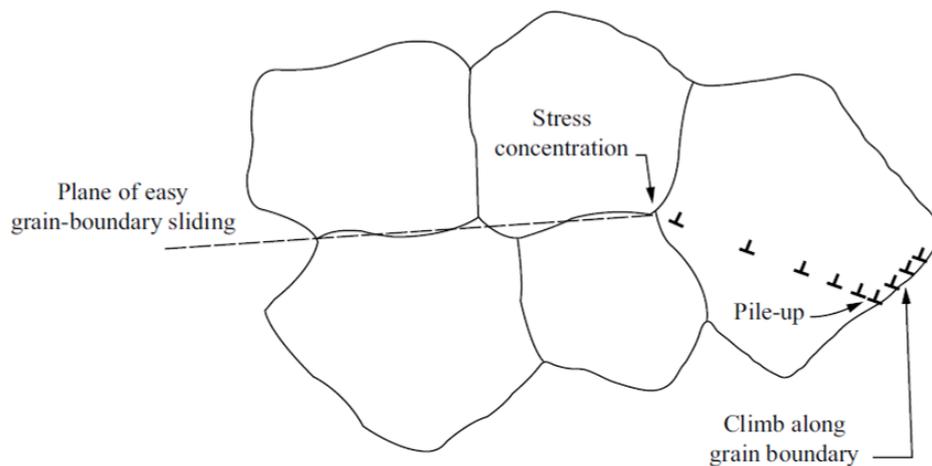


Рисунок 1.3 – Модель Болла-Хатчинсона зернограничного скольжения аккомодируемого дислокационным движением [7]

Среди наиболее известных работ Муерджи и Ариэли [37], а также Лэнгдона [38]. Согласно этим авторам, ЗГС включает в себя движение дислокаций вдоль границ зерен, а из-за избыточного напряжения в тройных стыках движение дислокаций распространяется по телу зерен.

На рисунке 1.4 показана модель, предложенная Джифкинсом [39], в которой движение дислокаций происходит только в «мантии» зерна, то есть в области, близкой к границам зерен. Зернограничное скольжение около тройных стыков зерен аккомодируется появлением новых дислокаций и их движением вдоль границ зерен, таким образом, деформации в ядре зерна не происходит. В соответствии с этой моделью, зерна могут скользить, сменяя соседей в тройных стыках.

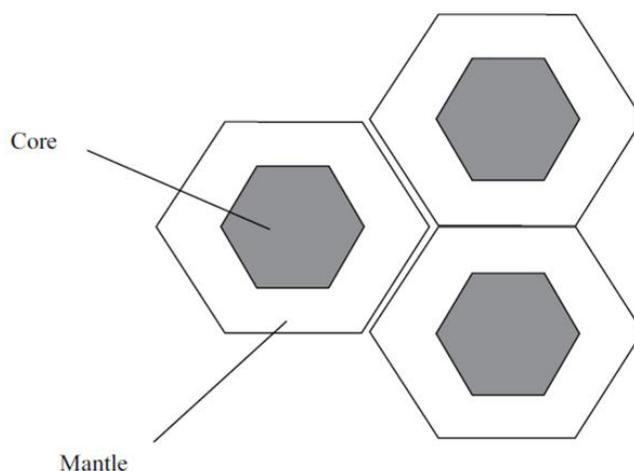


Рисунок 1.4 – Модель «ядра и мантии» («core and mantle») Джифкинса

Зачастую сверхпластическое течение ассоциируется со скольжением по Речингеру, которое состоит из смены соседей зерен путем перегруппировки, зернограничного скольжения друг относительно друга и относительно небольших изменений формы зерен за счет диффузионного массопереноса. Дислокационная структура, например, субзеренные границы, редко присутствуют при деформации, обычно наблюдаются единичные дислокации по телу зерен. Признаком диффузионной ползучести являются зоны, свободные от выделений (ЗСВ), которые образуются в содержащих частицы вторых фаз сплавах [40].

Диффузионная ползучесть является естественным и необходимым механизмом при любой высокотемпературной деформации, в частности, при сверхпластическом течении. Исследования механизмов ползучести для большинства сплавов показывают, что в условиях низких механических напряжений и температуры при мелком размере зерен (параметрах, относящихся к сверхпластичности) деформация контролируется диффузией по границам зерен (ползучесть по Коблу). Классическая диффузионная ползучесть может быть опровергнута только из-за того, что расчеты не подтверждают возможности, что скорость диффузии соизмерима со скоростью сверхпластической деформации [41].

Важно понять причину, по которой диффузионная ползучесть может не наблюдаться. Это может быть связано с тем, что в экспериментальных условиях работает либо альтернативный, более быстрый механизм, при котором диффузионная ползучесть не успевает проходить, либо один из других процессов, необходимых для ползучести и контролируемый скоростью деформации, например, возникновение или сток вакансий, а также зернограничное скольжение, которое геометрически необходимо для ползучести.

В случае модели Джикинса и других, связанных с движением дислокаций по границам зерен, теория предполагает, что нет причин, мешающих движению дислокаций, дислокации выстраиваются в стенки, образуя субзеренные границы.

Наиболее простая и согласующаяся со всеми экспериментальными данными модель сверхпластической деформации вполне естественно возникает из основной геометрической теории структуры границ зерен. Эта теория, предложенная Боллманном и поддержанная некоторыми учеными, дает набор основных правил, в соответствии с которыми должны возникать определенные типы границ зерен и, в частности, зернограничные дислокации. Основное предположение теории состоит в том, что в хорошо отожженном образце большинство границ зерен имеют достаточно совершенную структуру с низкой энергией и ограничены внутренними вторичными зернограничными дислокациями, которые показывают отклонение структуры от совершенной. Вторичные зернограничные дислокации не являются подвижными, и их движение контролируется переползанием. Их движение, как правило, приводит к одновременному зернограничному скольжению и миграции границ

зерен. Движение дислокаций также зависит от скорости деформации. В зависимости от скорости деформации и температуры может наблюдаться усиление одних механизмов и ослабление других и наоборот [42].

#### 1.4 Механизмы сверхпластической деформации в сплавах с разным составом или структурой

Сверхпластичные сплавы по структуре делят на два основных типа: дуплексные и матричные. Структура называется дуплексной, если состоит из двух сходных по форме и размеру фаз, которые хорошо различимы между собой. Матричные сплавы делятся на однофазные и многофазные. Однофазные сплавы состоят только из твердого раствора. Многофазные включают в себя твердый раствор и частицы вторых фаз. По структуре матричные сплавы подразделяют на:

1) сплавы с изначально рекристаллизованной зеренной структурой перед сверхпластической деформацией;

2) частично или полностью нерекристаллизованной структурой перед началом сверхпластической деформации.

Ярким представителем сплавов с матричным типом структуры является сплав AA5083 на основе системы Al – Mg – Mn – Cr, в этом сплаве можно реализовать сверхпластичное состояние за счет значительной деформации при холодной прокатке [43–44]. Было показано, что присутствие хрома в сплавах системы Al – Mg – Mn обеспечивает формирование мелкого зерна и сверхпластичность за счет выделения более компактных дисперсоидов [40]. При этом, с увеличением содержания магния в сплавах с хромом улучшаются показатели сверхпластичности, увеличиваются скорости деформации и показатель  $m$ , снижается напряжение течения и увеличивается удлинение.

В литературе на настоящий момент имеются противоречивые выводы о механизме аккомодирующем ЗГС при сверхпластической деформации в разных сплавах [45-49]. Многие исследования [33, 36, 50] подчеркивают важность направленного диффузионного массопереноса как аккомодационного процесса ЗГС (скольжение по Лифшицу [23, 51]). Во многих случаях наблюдали зоны свободные от выделений, появляющиеся при деформации, обычно такие зоны связаны с диффузионной ползучестью [1, 52-54]. В одних из последних работ Раст, Тодд [55-56], Сотудех и Бэйт [1] подтвердили, что диффузионная ползучесть без какой-либо дислокационной активности присуща алюминиевым сплавам типа AA5000. Однако, в некоторых исследованиях [47, 57-62] было высказано предположение о важности дислокационного скольжения. Бэйт с коллегами [63-65] показали, что дислокационное

скольжение является основным механизмом деформации в некоторых сплавах на основе алюминия. Аккомодация за счет движения дислокаций является основой теории зернограничного скольжения по Речингеру [66]. Лэнгдон [23] пришел к выводу, что ЗГС, и по Речингеру и по Лившицу, приводят к одинаковым смещениям поверхностных маркерных линий. При этом, деформация по Джиффкинсу в «мантии» зерна должна быть причиной искривления поверхностных маркеров вблизи границ зерен в отличие от типичных четких сдвигов маркерных линий по Речингеру [4].

Основным механизмом сверхпластической деформации в алюминиевом сплаве AA7475 или его аналоге AA7075 является зернограничное скольжение, которое включает в себя смену соседних зерен и их вращение [5]. ЗГС в сплаве всегда тесно связано и проявляется вместе с одним из аккомодационных процессов, таких как диффузионная ползучесть [67] или внутриверенное дислокационное скольжение [47, 68]; или согласуется с теорией Джиффкинса, как это предложено в [69]. Необходимо отметить, что действующие механизмы могут меняться с увеличением степени деформации, как заметил Ли [68]. Эволюция ЗГС с увеличением степени деформации недостаточно изучена до сих пор. Исходя из имеющихся данных, можно предположить, что механизмы сверхпластической деформации зависят от характеристик сплава и параметров испытаний. Противоречивость данных исследователей возможна из-за разных условий испытаний, геометрии образцов, размера зерен и тд.

Обычно сверхпластичность проявляется в материалах при невысоких скоростях деформации ( $1 \cdot 10^{-5} - 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ). Однако в некоторых сплавах большие удлинения достигаются при скоростях деформации более  $10^{-2} \text{ с}^{-1}$  [40-41,70]. Высокоскоростная сверхпластичность представляет особый интерес для коммерческого использования и впервые была обнаружена на алюминиевом композитном материале AA2124, армированном 20 % SiC [7]. В общем случае, чем больше размер зерна, тем меньше скорость деформации, при которой наблюдается сверхпластичное состояние.

Среди различных алюминиевых сплавов серия AA7XXX системы Al-Zn-Mg с добавками Sc и Zr выделяется превосходной прочностью [71] и высокой формруемостью в сочетании с сверхпластичностью [5, 72-74]. Такие сплавы используются для производства различных деталей в аэрокосмической отрасли, так как скорость сверхпластической формовки у них гораздо выше, чем у большинства алюминиевых сплавов и может достигать  $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  [75-76], за счет частиц, которые контролируют рост зерна и сдерживают рекристаллизацию [77-78]. Микроструктура сплавов данного типа (типа «Supral» [79-81]) в начале сверхпластической деформации волокнистая, рекристаллизация не идет или происходит только частично при нагреве образцов до температуры сверхпластической

деформации даже в подсолидусной области. Известно, что частицы  $Al_3(Sc, Zr)$  сдерживают рост зерна и обеспечивают высокую устойчивость к рекристаллизации. Многие исследования [74, 82-85] показали, что сопротивление прохождению рекристаллизации для сплавов с частицами  $Al_3(Sc, Zr)$  выше по сравнению со сплавами с частицами  $Al_3Sc$ .

Механизмы высокоскоростной деформации не установлены в полной мере. Высокоскоростная деформация возможна в ряде алюминиевых сплавов с исходной перед СПД нерекристаллизованной структурой. Ванг с коллегами [86] предложили, что при высокоскоростной деформации работает наличие жидкой фазы, что приводит к большим удлинениям в сплавах в связи с тем, что при небольших напряжениях возникающая пористость «залечивается» присутствием небольшого количества жидкости во время деформации. Цзяо [87] также поддержал идею, что небольшое количество жидкой фазы при сверхпластической деформации может должным образом повысить сверхпластичность алюминиевых сплавов. Между тем, Йоханнес и Мишра [88] пришли к выводу, что доказательством существования жидких фаз вдоль границ зерен является наличие волокон в структуре после деформации. Более того, Дуан с коллегами [76] считают, что существование волокон является косвенными доказательствами зернограничного скольжения.

В некоторых работах обсуждается доминирующий механизм сверхпластической деформации в сплавах с волокнистой структурой [1], но экспериментальные исследования дают противоречивые результаты. Ли и Чакрабартти [68], Као [89] и Дуан [90] пришли к выводу, что зернограничное скольжение является преобладающим механизмом сверхпластической деформации и для сплавов системы Al-Zn-Mg-Sc (Zr). Сотоудех, Бэйт [1] и Брикнелл [71] установили, что сверхпластичность сплавов типа «Supral» проявляется в результате основного действия диффузионной ползучести. Хорхе А. дель Валле [91] установил, что взаимное действие зернограничного скольжения и дислокационной активности позволяет получать сверхпластичность при высокой скорости деформации в Supral 2004 и сплаве Al-Li 8090. Авторы [91] полагают, что непрерывная динамическая рекристаллизация играет основную роль при сверхпластической деформации этих сплавов.

Недавно был разработан новый высокопрочный сверхпластичный сплав системы Al-Zn-Mg, содержащий крупные частицы  $Al_3Ni$  [70]. Сплав имеет частично нерекристаллизованную структуру перед началом сверхпластической деформации, а мелкое зерно формируется в результате динамической рекристаллизации при сверхпластической деформации. В результате листы сплава после простой термомеханической обработки способны к сверхпластической деформации с высокой скоростью (до  $10^{-1} \text{ c}^{-1}$ ). Механизмы высокоскоростной сверхпластической деформации в этом сплаве не исследованы.

Сплавы системы Cu – Zn (двухкомпонентные латуни), являются классическим примером двухфазного материала, обладающим сверхпластичностью при повышенных температурах [18, 92–95]. Однако, в процессе сверхпластической деформации двойной латуни происходит интенсивный рост зерен и развивается значительная пористость [96–98]. Причины порообразования отличаются для разных сплавов [5, 41, 96, 99–100]. Пористость может быть следствием зернограничного скольжения, основного механизма сверхпластической деформации большинства сплавов [5, 41]. В данном случае поры возникают в тройных стыках, на уступах границ зерен из-за увеличения в этих местах концентрации приложенных напряжений, динамического роста зерна и особенностей аккомодационных процессов – диффузионной и дислокационной ползучести. Зародышами пор могут стать и крупные некогерентные частицы, в том числе расположенные на межзеренных границах [101]. Пористость является причиной преждевременного разрушения материала при сверхпластической деформации и главным фактором, снижающим эксплуатационные характеристики листовых деталей, полученных методом сверхпластической формовки [99, 101]. Из-за значительной пористости двойные латуни для сверхпластической пневмоформовки использовать нецелесообразно. Поэтому поиск возможных способов снижения пористости является важной задачей, а легирование может стать одним из методов снижения порообразования при сверхпластической деформации. Однако, в литературе описано поведение при СПД в основном двойных латуней, влияние дополнительного легирования на сверхпластичность и порообразование латуней слабо изучено. Многокомпонентные латуни могут обладать лучшими показателями сверхпластичности по сравнению с двойными сплавами. Так, можно ожидать, что дисперсные включения железистой фазы способны обеспечивать формирование более мелкого рекристаллизованного зерна за счет эффекта сдерживания роста зерен в процессе нагрева и деформации [102]. В результате должны увеличиться относительное удлинение, скорости сверхпластической деформации и снизиться пористость [5].

В работе [41] Портным В.К. с коллегами предложено объяснение большого удлинения в латуни с добавкой алюминия. Добавка алюминия позволяет уменьшить объемную долю пор за счет уменьшения в два раза эффективного коэффициента диффузии. Замедленный диффузионный рост пор выявлен благодаря результатам экспериментов по методу Киркендалла.

В [103] описана сверхпластическая деформация латуни с добавкой алюминия, выявлено, что доминирующим механизмом деформации является также ЗГС, а процесс деформации сопровождается протеканием динамической рекристаллизации. В двухфазных материалах с одинаковыми объемными долями фаз межфазные границы занимают около

80 % от всех границ, поэтому ЗГС – основной механизм при деформации [104]. Повышение температуры в двухфазных сплавах оказывает огромное влияние на сверхпластичность, ускоряя диффузионные процессы и ЗГС.

### 1.5 Коэффициент скоростной чувствительности и эффективная энергия активации при сверхпластической деформации

Обычно изменение значения коэффициента скоростной чувствительности указывает на смену основного механизма сверхпластической деформации. Когда значение скоростной чувствительности составляет около 0.3, считается, что основным механизмом при сверхпластической деформации алюминиевых сплавов является диффузионная ползучесть при действии аккомодационных механизмов ЗГС и ВДС. Когда значение скоростной чувствительности вырастает до 0.5, происходит смена доминирующего механизма на зернограничное скольжение.

Эффективная энергия активации также является важным параметром для оценки механизмов сверхпластической деформации и представляет собой энергию, необходимую для каждого атома, чтобы перепрыгнуть через потенциальный барьер. По существу, сверхпластическая деформация является термически активируемым процессом. Энергию активации сверхпластической деформации определяют при помощи параметра Зинера-Холломона ( $Z$ ), который зависит от температурно-скоростных условий деформации согласно уравнению (2) [105– 106] и связан с величиной напряжения течения уравнениями (3 – 5) [105 – 108]:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2);$$

где  $\dot{\epsilon}$  – скорость деформации,  $c^{-1}$ ;

$Z$  – параметр Зинера-Холломона;

$Q$  – энергия активации, кДж;

$R$  – универсальная газовая постоянная, Дж/моль · К;

$T$  – температура, К.

$$Z = A_1 \cdot \sigma^{n_1} \quad (3);$$

$$Z = A_2 \cdot \exp(\beta \cdot \sigma) \quad (4);$$

$$Z = A_3 \cdot [\sinh(\alpha \cdot \sigma)]^{n_2} \quad (5);$$

где  $\sigma$  – напряжение течения, МПа;

$A_1, A_2, \beta$  – коэффициенты, зависящие от материала;

$n_1$  – коэффициент деформационного упрочнения.

$A_3, \alpha, n_2$  – экспериментально определяемые константы, зависящие от температуры.

Константу  $\alpha$  определяют по формуле, вычислив  $\beta$  и  $n_1$  из уравнений (3) и (4), соответственно:

$$\alpha = \frac{\beta}{n_1} \quad (6);$$

Определяемая эффективная энергия активации является критическим параметром для определения уровня сложности для возможной пластической деформации материалов при относительно высоких температурах. Значения энергии активации для разных механизмов деформации различны. Например, при сверхпластической деформации алюминиевых сплавов если значение  $Q$  составляет 84 кДж / моль [109-110], то процесс контролируется диффузией по границам, то есть зернограничным скольжением, а если равно 142 кДж / моль [109, 111], то деформация контролируется самодиффузией чистого алюминия.

Эффективная энергия активации для сверхпластичных сплавов при температуре менее  $0.5T_{пл}$ , как правило, близка к величине для зернограничного скольжения, однако при высоких температурах энергия активации приближена к значениям, контролируемым самодиффузией чистого элемента. Предположить основной механизм можно, анализируя величину эффективной энергии активации.

## 1.6 Оценка вкладов механизмов в сверхпластическую деформацию

В основном для изучения механизмов сверхпластической деформации используют плоские полированные образцы с поверхностными маркерами [1, 23, 39, 56, 112]. Наблюдения за изменением положения маркеров при деформации показали, что ЗГС является доминирующим механизмом для большинства сверхпластических сплавов [4, 5, 112]. Вклад ЗГС в общую деформацию разный для различных групп сплавов. Некоторые сплавы обладают большим вкладом ЗГС (Zn-Al [34, 113-114], Cu-Zn [38, 115], Al-Zn-Mg-Cu [116-118]), а в некоторых сплавах ЗГС развито гораздо слабее (Al-Mg-Mn [1], Al-Cu-Mn [119-121]). Большинство исследователей считают, что сверхпластичность невозможна без ЗГС,

тогда как ЗГС невозможно без таких аккомодационных процессов как диффузия или дислокационная ползучесть.

Анализ изменения структуры поверхности сплавов является наиболее широко распространенным способом изучения механизмов ползучести и сверхпластичности [3, 4, 5, 40]. Для анализа изменений во время деформации на поверхность образцов наносят маркерные царапины, например, алмазной пастой [122], но они нерегулярны и не позволяют достоверно определить величину внутризеренной деформации. Маркерные сетки [3, 122–125], в том числе нанесенные ионным пучком [55-56, 112], имеют преимущества по сравнению с царапинами, так как при нанесении сетки можно контролировать размер и глубину маркеров. Оценка вклада ЗГС может быть проведена измерением смещений продольных и поперечных маркерных царапин [28].

Первая попытка измерения зернограничного скольжения в объеме образца была сделана Речингером. Его техника была основана на измерении средних диаметров зерна, как параллельно и перпендикулярно оси растяжения и путем вычисления удлинения зерна по этим параметрам. Разница между общим удлинением зерна и расчетным считается результатом зернограничного скольжения. По результатам расчета по Речингеру при испытании на ползучесть чистого алюминия при температуре выше 250°C, вклад ЗГС составил примерно 90%, тогда как это значение составляет от 8 до 15% при измерении многими исследователями на поверхности образца. При этом значения, полученные по Речингеру на поверхности образца, соответствуют измеренным по смещениям от стандартных царапин. Некоторые исследователи получили сходный результат на других сплавах по методу Речингера, однако, из чисто геометрических соображений, зернограничное скольжение не может проходить без деформации зерна; поэтому существует сомнение в правильности подсчета по методу Речингера [5, 10, 41].

Вычисляют величину поперечной деформации образца, обусловленную ЗГС [28]:

$$e_{згс} = \ln \left( 1 + \frac{\sum (U_i \cdot \operatorname{tg} \theta_i) \cdot (1 - \varepsilon_n)}{l_k} \right) \quad (6);$$

где  $e_{згс}$  – поперечная деформация, обусловленная вкладом ЗГС;

$U_i$  – продольное смещение поперечной царапины на  $i$ -й границе зерна, мкм;

$\theta_i$  – угол между  $i$ -й границей и осью растяжения, °С;

$l_k$  – конечная длина царапины, мкм;

$\varepsilon_n$  – общая инженерная поперечная деформация образца.

Также определяют вклад ЗГС в общую деформацию, который можно рассчитать по уравнению:

$$\gamma_{згс} = (\varepsilon_{згс} / \varepsilon_{п}) \cdot 100, \quad (7);$$

где  $\gamma_{згс}$  – вклад ЗГС в общую деформацию;

$\varepsilon_{згс}$  – поперечная деформация, обусловленная вкладом ЗГС;

$\varepsilon_{п}$  – общая деформация образца.

Внутризеренное дислокационное скольжение как результат приводит к изменению расстояния между двумя поперечными царапинами внутри одного зерна. Для выявления ВДС фотографируют одну и ту же площадь поверхности образца после нескольких этапов растяжения. Продольную деформацию зерен в результате ВДС определяют:

$$e_{вдс} = \ln \left( \frac{l_2}{l_1} \right) \quad (8);$$

где  $l_1$  и  $l_2$  – расстояние между параллельными линиями сетки в теле зерна расположенными поперек оси деформации до и после деформации, соответственно, мкм.

Для корректного вычисления вклада деформации зерен, обусловленного ВДС, в общую деформацию образца ( $\gamma_{вдс}$ ) расстояния  $l_2$  и  $l_1$  должны быть измерены во всех зернах вдоль некоторой секущей – прямой линии, параллельной оси растяжения. Однако методом царапин это невозможно сделать, потому что не во всех зернах на одной секущей выявляются две четкие царапины, т.е. величина  $\gamma_{вдс}$  в принципе не может быть корректно измерена. Этому недостатка лишены маркерные сетки.

Диффузионную ползучесть исследуют методами световой, сканирующей просвечивающей микроскопии. Выявляют зоны, свободные от выделений на поперечных границах зерен и накопление дисперсоидов вдоль продольных границ во время СПД. Оценка вклада ДП в общую деформацию  $\varepsilon$  может быть вычислена как:

$$e_{дп} = \ln \frac{L}{L-b} \quad (9);$$

где  $b$  – суммарная ширина зон свободных от выделений на секущей, мкм;

$L$  – длина секущей, мкм.

Однако формула не учитывает разворот зерен в процессе деформации и образование ЗСВ на новых границах, кроме того, не удастся выделить из получаемых значений ту составляющую, которая не является аккомодационной [56].

За многие годы исследователи разных стран так и не пришли к единому мнению о том, какой механизм сверхпластической деформации является основным и как меняется действие ЗГС, ВДС и ДП в процессе деформации. Очевидно, что изменение комплекса механизмов и их роли связано с влиянием структурных особенностей (концентрация атомов растворенных элементов, объемная доля микро- и наночастиц, размер зерна и т.п.), а так же с температурно-скоростными условиями деформации.

Анализ литературы показывает, что исследования эволюции поверхности являются наиболее распространенным и информативным методом анализа механизмов сверхпластичности [1, 4, 5, 25, 27, 56, 112, 113]. Однако данные исследования должны быть подтверждены анализом структуры в объеме, чтобы избежать неправильной интерпретации результатов.

Наличие большой доли пор негативно влияет на свойства изделия, полученного методом сверхпластической формовки, поэтому важной задачей является уменьшение пористости. Так как из литературных данных следует, что зернограничное скольжение один из основных фактор определяющих развитие пористости при сверхпластической деформации [38, 92, 96, 99, 101] необходимо установить корреляцию между пористостью и вкладами действующих механизмов деформации.

Таким образом, на основе анализа литературных данных были выбраны объекты исследования, поставлены цели и задачи, определены методы исследования. В качестве объектов исследования необходимо выбрать сплавы вариативного химического и фазового состава разным структурным типом. Для исследования выбраны матричные сплавы на основе алюминия имеющие как рекристаллизованную, так и практически нерекристаллизованную структуру перед началом сверхпластической деформации и латуни с дуплексной структурой.

Цель работы - установление связи химического и фазового состава сплавов и действующих механизмов сверхпластической деформации в разных температурно-скоростных условиях.

Задачи исследования:

- 1) Получить исследуемые сплавы, изучить их исходную структуру перед сверхпластической деформацией и определить условия проявления сверхпластичности
- 2) Провести анализ деформационного поведения сплавов в разных температурно-скоростных условиях деформации

- 3) Проанализировать эволюцию микроструктуры (зеренной, субзеренной, дислокационной) в сплавах при сверхпластическом течении
- 4) Проанализировать эволюцию структуры поверхности образцов с использованием разных поверхностных маркеров
- 5) Провести количественную оценку доли вкладов каждого из механизмов в общую деформацию.

Методы исследования. Для определения действующих механизмов сверхпластической деформации должны быть использованы современные методы исследования структуры, в том числе последовательный анализ при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ-анализ) эволюции структуры поверхности с маркерными сетками в процессе деформации сплавов, разрезы для исследования структуры приповерхностного слоя образцов, EBSD-анализ и ПЭМ-анализ (анализ при помощи просвечивающего электронного микроскопа). Многоуровневый структурный анализ позволит изучить вклады действующих механизмов деформации и их эволюцию с увеличением степени деформации и будет способствовать лучшему пониманию физики сверхпластичности, что необходимо для разработки новых сверхпластичных материалов с улучшенными показателями. Так, судя по анализу имеющихся в литературе данных, в матричных сплавах с малым вкладом зернограничного скольжения пористость после сверхпластической деформации развивается в меньшей степени, и, в то же время, сверхпластичность наблюдается при повышенных скоростях, такие сплавы перспективнее с точки зрения промышленной реализации.

Таким образом, успешное решение поставленных задач позволит определить структурные характеристики, обеспечивающие состояние сверхпластичности при повышенных скоростях деформации и пониженную остаточную пористость, что необходимо при разработке новых сплавов для сверхпластической формовки, так как позволит увеличить производительность и энергоэффективность процесса формовки изделий и получить высококачественные изделия с повышенными эксплуатационными свойствами.

## 2 Материалы и методика проведения экспериментов

### 2.1 Материалы исследования

Объектами исследования являлись сплавы на алюминиевой и медной основе:

- 1) с дуплексной структурой на основе системы Cu-Zn (раздел 3);
- 2) матричного типа с исходной перед СПД рекристаллизованной структурой на основе систем Al – Zn – Mg и Al – Mg – Mn (раздел 4);
- 3) матричного типа с исходной перед СПД нерекристаллизованной/частично рекристаллизованной структурой на основе системы Al-Zn-Mg (раздел 5).

#### 2.1.1 Сплавы системы Cu-Zn с дуплексной структурой

Сплавы на основе системы Cu-Zn получали на заводе сплавлением меди марки М00, цинка Ц1 и алюминия марки А7, специально приготовленных лигатур Al – 10 % Mn, Al – 10 % Fe. Температура расплава перед разливкой составляла 1100°C. Разливку расплава слитков осуществляли в водоохлаждаемую изложницу с внутренней полостью (120x420x600) мм. Для плавки использовали графитовые тигли. Средние составы сплавов и их условные обозначения в работе указаны в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых сплавов с дуплексной структурой

Сплав	Массовая доля компонента, %				
	Cu	Zn	Al	Fe	Mn
Л59	60.0	40.0	-	-	-
ЛЖМц59-1-1	60.0	37.5	0.4	1.1	0.5
ЛАЖ60-1-1	61.0	36.8	1.0	0.8	0.4
ЛА59-0.5	59.1	40.5	0.4	-	-
ЛА61-1	61.2	37.8	1.0	-	-
ЛА65-2	64.5	33.3	2.2	-	-

Горячую прокатку проводили при (750±10) °С с суммарным обжатием 70 %. Далее следовала холодная прокатка с суммарным обжатием 75 % и промежуточным отжигом при 400 °С в течение часа до конечной толщины листов 1.2 мм.

## 2.1.2 Сплавы системы Al-Mg-Mn

Сплавы Al – Mg – Mn получали, используя следующие шихтовые материалы: алюминий марки А99, магний марки Mg95. Для введения переходных металлов использовали лигатуры: Al – 10 % Mn, Al – 10 % Cr. Средние составы сплавов и их условные обозначения в работе указаны в таблице 2.2. Сплав Al5MgCr по составу соответствует марке сплава AA5083.

Таблица 2.2 – Химический состав исследуемых сплавов матричного типа

Обозначение сплава	Массовая доля компонентов, %			
	Mg	Mn	Cr	Al
Al5Mg	4.9	0.6	0	ост.
Al5MgCr (AA5083), Al5MgCr*	4.9	0.6	0.2	ост.
Al6MgCr	6.8	0.6	0.2	ост.
Al8MgCr	7.6	0.6	0.2	ост.
*сплав Al5MgCr аналогичного состава получен по другой технологии				

Приготовление сплавов проводили в лабораторной электрической печи сопротивления с силитовыми нагревателями и печи *Nabertherm S3* в графито-шамотных тиглях. С целью уменьшения выгорания Mg, в расплав его вводили завернутым в алюминиевую фольгу при помощи титанового колыбельчика. После удаления шлака для более полной гомогенизации расплавов их выдерживали в течение 10 минут, затем проводили разливку. Температура расплава перед разливкой составляла 770 – 780 °С. Слитки получали, применяя наполнительное литье в медную водоохлаждаемую изложницу с внутренней полостью (100x40x20) мм<sup>3</sup>. Скорость охлаждения при литье составляла примерно 15 К/с.

Термическую обработку сплавов проводили в муфельной электрической печи сопротивления с поддержанием температуры с точностью 5 °С. Гомогенизационный отжиг слитков проводили в печи элеткросопротивления марки *Nabertherm N30/65A*. Была выбрана технологическая схема получения листов с учетом температуры плавления (сплав Al5MgCr\* получен по технологии, описанной в разделе 4):

- 1) Гомогенизационный отжиг при 480 °С в течение 6 ч для растворения неравновесных фаз и выделения дисперсоидов (для сплава Al8MgCr был применен двухступенчатый отжиг: при температуре 430 °С в течение 4 часов и затем 460 °С, 4 часа);
- 2) Горячая деформация при 420°С с толщины 20 мм до 8 мм (степень обжатия 60 %);

3) Холодная прокатка горячекатаных листов с обжатием 87 %. Листы катали с толщины 8 мм до 3 мм, далее следовал промежуточный отжиг 510 °С, 20 минут и конечная холодная прокатка до толщины листа 1 мм.

### 2.1.3 Сплавы системы Al-Zn-Mg

Для приготовления сплавов системы Al-Zn-Mg использовали алюминий марки А99, магний марки Мг95 и цинк марки Ц1С, вводили лигатуры Al – 53.5%Cu, Al–20%Ni, Al – 10%Fe, Al–5%Zr, Al–5%Sc. Средний состав высокопрочных сплавов и их условные обозначения в работе указаны в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Химический состав исследуемых сплавов матричного и псевдоматричного типа с исходной перед СПД нерекристаллизованной/частично рекристаллизованной структурой

Обозначение сплава	Массовая доля компонентов, %								
	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Ni	Sc	Zr	Al
Al7ZnFeNi	6.9	2.7	–	–	0.7	1.0	0.1	0.2	ост.
Al7Zn	7.0	2.8	–	–	–	–	0.1	0.2	ост.
AA7475	5.9	2.2	1.7	0.2	–	–	–	–	ост.
Al4ZnNi	3.8	4.2	0.7	–	–	3.0	–	0.3	ост.

Сплавы системы Al-Zn-Mg получали в той же печи и при тех же параметрах, что и сплавы системы Al – Mg – Mn (п. 2.1.2). Слитки Al7ZnFeNi и Al7Zn подвергали двухступенчатому гомогенизационному отжигу при температуре (380±5) °С и затем при (480±5) °С в печи *Nabertherm N 30/65A*. Первая ступень отжига применяется для выделения Al<sub>3</sub>(Zr,Sc) частиц и растворения неравновесной фазы T(Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>). Вторая ступень позволяет провести фрагментацию и сфероидизацию частиц Al<sub>9</sub>FeNi.

В сплаве Al4ZnNi температура ступеней составила (450±5) °С в течение 3 часов и затем при (500±5) °С также в течение 3 часов.

Двухступенчатый отжиг сплава AA7475 проводили при температуре 450 °С и выдержке в течение 6 часов и 470 °С в течение 8 часов с целью более полного прохождения процессов гомогенизации твердого раствора и растворения частиц избыточных фаз.

После гомогенизационного отжига следовала горячая прокатка для сплавов Al7ZnFeNi, Al7Zn и Al4ZnNi при температуре 420 °С и с деформацией 85 %, затем прокатка при

комнатной температуре до толщины листа 1 мм. Прокатку проводили на лабораторном двухвалковом прокатном стане ДУО250.

Горячую прокатку сплава состава марки АА7475 со степенью обжатия 80 % проводили до толщины 10 мм, а затем нагревали слиток до 470 °С, выдерживали в течение часа и закаливали в холодную воду. Далее следовал гетерогенизационный отжиг при 480 °С, 8 часов и последующая холодная прокатка до конечной толщины 1 мм.

Слитки всех сплавов фрезеровали для удаления поверхностных дефектов и отрезали усадочную раковину перед горячей прокаткой.

Температуру солидуса всех сплавов определяли методом дифференциального термического анализа при нагреве в интервале температур 400-950 °С со скоростью 5 К/мин на калориметре “*Setaram Labsys DSC 1600*”.

## 2.2 Методы изучения структуры

### 2.2.1 Световая и электронная микроскопия

Микроструктуры литых образцов, образцов после всех ступеней отжига, после прокатки, до, во время и после сверхпластической деформации изучали с помощью световых металлографических микроскопов (СМ) “*Neophot – 30*” или *Axiovert 200MMAT* фирмы “*Carl Zeiss*” в обычном и поляризованном свете. Микроструктуру образцов изучали также в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) “*TESCAN Vega 3 LMH*” с энергодисперсионным детектором *X-Max 80* и приставкой для анализа дифракции обратно рассеянных электронов (*EBSD*) *HKL NordlysMax*.

Объектами исследований служили микрошлифы, вырезанные из верхней и нижней части слитка (литые и после гомогенизации) и в продольной и поперечной плоскостях прокатанного листа. Структуру после сверхпластической деформации изучали на образцах, вырезанных вдоль направления прокатки в продольном и поперечном направлениях рабочей части образца.

Микрошлифы готовили при помощи механической шлифовки на абразивной бумаге разной дисперсности и полирования с использованием коллоидной суспензии *OP-S* на основе оксида кремния на установке *Struers LaboPol*.

В случае необходимости использовали электролитическую полировку, которую проводили для алюминиевых сплавов в электролите состава: 6 частей  $C_2H_5OH$ , 1 часть  $HClO_4$  и 1 часть глицерина. Режим электрополировки: напряжение 16.5 В, время полировки 5-10 с.

Катодом служила пластина из коррозионностойкой стали. Для электрополировки медных сплавов использовали ортофосфорную кислоту с плотностью  $1.2 \text{ г/см}^3$  (напряжение - 3 В, время полировки 3-5 с).

Для анализа зеренной микроструктуры алюминиевых сплавов в поляризованном свете, образцы подвергали анодному оксидированию, которое проводили в 10 %-м водном растворе фторборводородистой кислоты. При этом напряжение составляло 16 - 19 В, а время оксидирования 25 - 45 с. В качестве катода использовали свинец. Оксидирование проводили при температуре примерно  $10 \text{ }^\circ\text{C}$ . Для выявления фаз и границ зерен в латуни использовали химическое травление в 3 %-ом растворе  $\text{FeCl}_3$  в 10 %  $\text{HCl}$  в течение 2-3 с.

Размер зерна, полученный по фотографиям в СЭМ и СМ, характеризовали величиной средней хорды, которую измеряли методом случайных секущих, используя не менее 300 пересечений, соответственно, в направлениях вдоль и поперек направления прокатки. Измерения размеров зерен проводили с помощью программы *Sizer*. Ошибки измерения определены экспериментально с доверительной вероятностью 0.95. Размер зерна по EBSD-картам определяется при помощи встроенной программы, определяющей средний диаметр зерна.

Объемную долю пор и объемное соотношение фаз определяли по микроструктуре, рассчитывая долю площади, занятой на шлифе элементом структуры при помощи программы *AxioVision* (не менее 8–10 фотографий).

Для изучения поверхности образцов до и после деформации использовали электронный сканирующий микроскоп, использовали два режима: или вторичных электронов или отраженных электронов для достижения максимального контраста изображения.

Микрорентгеноспектральный анализ проводили на электронном сканирующем микроскопе с системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа с беззотным детектором X-max 50 Standard. Глубина проникновения электронов в поверхность образца для металлов при напряжении 30 кВ составляет около 0.2 – 0.4 мкм.

### 2.2.2 EBSD-анализ структуры

Разориентировку зерен, текстуру и ее размытие, идентификацию фаз образцов проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа с детектором *EBS*D (*EBS*D–*HKL NordlysMax, Oxford Instruments*). Используя программу *Aztec*, сканировали образцы с шагом 0.3-0.4 мкм и строили карты распределения размерами 150x150 мкм и прямые полюсные фигуры. Ускоряющее напряжение при работе – 20 кВ.

Объектами исследования служили образцы сплавов в форме дисков. Образцы готовили механическим шлифованием до 0.7 мм, затем вырубали диски диаметром 3 мм, с учетом направления прокатки. Полученные диски полировали на установке *Struers TenuPol – 5* с использованием электролита *Struers Electrolyte AII* (или *Electrolyte AIII* для медных сплавов), не более 17 с, не допуская образования отверстия.

### 2.2.3 Электронная просвечивающая микроскопия

Микроструктуру образцов изучали в просвечивающем электронном микроскопе *JEOL JEM – 2100* (ПЭМ). Объектами электронно-микроскопического исследования служили диски, которые готовили механическим шлифованием до 0.20-0.25 мм. Затем вырубали круглые образцы диаметром 3 мм. Полученные диски электролитически утоняли на установке для проведения струйной электрополировки *Struers TenuPol-5* с использованием электролита *Struers Electrolyte AII*. Режим полирования определяется величиной напряжения: для сплавов системы Al-Mg-Mn - 23 В, для сплавов системы Al-Zn-Mg – 15 В при температуре 0-4 °С.

Анализ дислокационной структуры латуней проводили с использованием микроскопа *JEM 2100*, оборудованного анализатором *EDX*, при напряжении 200 кВ. В полученных образцах изучали дислокационную структуру и анализировали частицы до и после различных степеней деформации. Сплавы системы Cu-Zn утоняли электролитически в *Electrolyte AIII* и электрохимически до ультратонких слоев толщиной менее 100 нм с использованием травления ионным пучком аргона на установке *Gatan Precision Ion Polishing System (PIPS)*.

### 2.2.4 Использование ФИП-микроскопа

Для изучения приповерхностных слоев деформированных образцов использовали микроскоп *STRATA FIB – 205* (Нидерланды) фирмы FEI<sup>1</sup> с *FIB*-приставкой (ФИП), позволяющей делать поперечные разрезы и наносить на поверхность сетки заданной геометрии. Маркерные сетки наносили при ионном токе 1000 пА в течение 30 минут.

---

<sup>1</sup> Использовано оборудование Центра коллективного пользования «Металловедение и металлургия» НИТУ «МИСиС»

## 2.3 Определение показателей сверхпластичности и механических свойств

Под показателями сверхпластичности материала понимают: напряжение течения  $\sigma$ , показатель скоростной чувствительности напряжения  $m$ , относительное удлинение (до разрушения)  $\delta$  при фиксированной постоянной скорости деформации  $\dot{\epsilon}$  и температуре  $T$ . Показатели сверхпластичности определяли при испытаниях со ступенчатым изменением скорости деформации и с постоянными скоростями деформации. Испытания проводили на разрывной машине *Walter Bay LFM-100* с программным управлением *Dion-Pro*, позволяющим регулировать скорость перемещения траверсы во время испытания и таким образом поддерживать постоянную скорость с увеличением длины образца. Точность поддержания скорости деформации составляла ( $\pm 3$ ) %.

### 2.3.1 Изготовление образцов для определения показателей сверхпластичности

Испытания проводили на образцах, вырубаемых на прессе. Образцы имели ширину рабочей части 6 мм, толщину, определяемую толщиной проката примерно 1.0-1.2 мм, и расстояние между заплечиками – 14 мм. Недеформируемая часть образцов имела размеры (14x14) мм. Образцы вырубали вдоль направления прокатки.

### 2.3.2 Испытания со ступенчатым изменением скорости деформации

Для определения оптимальной скорости деформации проводили испытания со ступенчатым повышением/понижением скорости деформации. Данный метод основан на резком пошаговом изменении скорости деформации образца во время испытания. В результате у сверхпластичных материалов резко возрастает или снижается усилие и напряжение течения. Начальная скорость деформации –  $5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ , конечная –  $2.5 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Число скоростей – 17-20. Деформация на каждом шаге – 2 %, температура испытаний зависела от температуры плавления сплавов, шаг изменения температуры 10-25 °С. Строили зависимости напряжения и показателя скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации. Показатель  $m$  определяли по наклону кривых зависимости логарифма напряжения от логарифма скорости, полученных по результатам испытаний. Скорость деформации, соответствующую максимальному значению  $m$  считали оптимальной.

### 2.3.3 Испытания с постоянной скоростью деформации

Анализ относительного удлинения, структурных изменений во время сверхпластической деформации проводили при испытаниях с поддержанием постоянной скорости деформации. Строили графики зависимости напряжения течения от степени деформации в исследуемом диапазоне температур и скоростей деформации.

### 2.3.4 Механические свойства

Механические свойства были проанализированы в латуни с использованием одноосного испытания на растяжение на испытательной машине Zwick Z250 при комнатной температуре. Образцы размером рабочей части  $40 \times 10 \times 1.2$  мм<sup>3</sup> вырубали параллельно направлению прокатки.

### 2.4 Определение механизмов сверхпластической деформации

Для анализа вклада механизмов сверхпластической деформации, а именно, зернограничного скольжения и внутризеренного дислокационного скольжения, использовали исследования эволюции поверхности образцов с нанесенными макерами. Поверхность образцов была получена путем механической шлифовки на SiC бумаге и затем полирования на коллоидной кремниевой суспензии. Для анализа изменений во время деформации в определенном участке образца на полированную поверхность наносили макро-маркер. Макро-маркер наносили твердомером с нагрузкой 50 г, в виде двух царапин под произвольным углом наклона одна к другой. На образцы в область макро-маркера наносили маркерные царапины поперек оси последующего растяжения или маркерные сетки при помощи ФИП. Испытания проводили в атмосфере аргона с целью предотвращения окисления поверхности. Маркерные царапины наносили с использованием алмазной пасты с размером частиц 3 мкм.

На образцы наносились два вида сеток: более грубая – с большим шагом линий, и микросетка – с малым шагом линий сетки. Размер наносимых сеток зависел от размера зерна изучаемого сплава. Глубина всех сеток составляла 0.2 мкм.

Для сплавов системы Al-Mg-Mn (Al5Mg и Al5MgCr) размер нанесенной сетки -  $400 \times 400$  мкм с шагом 30 мкм для обоих сплавов и микросетки с шагом 10 мкм в сплаве Al5Mg и с шагом 5 мкм в сплаве Al5MgCr.

Маркерные сетки для деформации сплава Al6MgCr на начальной стадии имела размеры 100x100 мкм с шагом 10 мкм и включала хаотично расположенные микросетки с шагом 2.5 мкм.

Для сплавов Al6MgCr (устойчивая стадия), Al8MgCr, AA7475 и сплавов на основе меди наносили сетки размером 100x100 мкм с шагом 10 мкм и микросетки с шагом 2.5 мкм.

Для сплавов системы Al-Zn-Mg (кроме AA7475) наносили сетки размером 100x100 мкм с шагом 5 мкм и микросетки с шагом 1 мкм.

Проводили серию испытаний, где образцы подвергали последовательной деформации.

Вклад зернограничного скольжения определялся по смещениям маркерных царапин или линий сетки во время последовательной деформации. Подробно методика анализа вклада зернограничного скольжения описана в работе [28]. Деформацию за счет внутриверного дислокационного скольжения  $e_{\text{вдс}}$  определяли по изменению расстояний линий микросеток в пределах одного зерна [28].

Диффузионную ползучесть исследовали на деформированных образцах после механической шлифовки и полировки, выявляя, где это было возможно, при помощи СЭМ зоны, свободные от выделений, на поперечных границах зерен после СПД.

## 2.5 Определение диффузионных параметров

Для определения влияния добавок легирующих элементов на скорость прохождения диффузии проводили многочасовой отжиг образцов латуни. Для наблюдения эффекта Киркендалла размещали нерастворимые маркеры на границе раздела между чистой Cu и сплавом, содержащим этот металл.

Образец латуни в качестве основы обматывали вольфрамовой проволокой с шагом 0.5 мм и покрывали слоем меди для получения диффузионной пары. Слой чистой меди гальванизировали при оптимальном токе 0.5 А в течение 10 часов в растворе сульфата меди (CuSO<sub>4</sub>) в качестве электролита. Полученные образцы отжигали при температуре 550 °С в течение 4, 8, 32, 64 и 128 часов в атмосфере углерода для подавления окисления поверхности. По мере прохождения атомарной диффузии граница между медью и латунью перемещалась относительно маркеров с экспериментально измеримой скоростью и, следовательно, представляется возможным измерить коэффициент взаимной диффузии. Определяли изменение расстояния между исходной границей и полученной за счет диффузии меди или цинка при помощи оптического микроскопа *Carl Zeiss Axiovert200MMAT* и электронного сканирующего микроскопа *TESCAN Vega 3 LMN*.

### 3 Сплавы с дуплексным типом структурой на основе меди

Объектами исследования согласно таблице 2.1 (раздел 2) являлись двухфазные сплавы (двойная и многокомпонентные):

- Л59 (Cu-40%Zn),
- ЛЖМц59-1-1 (Cu-37.5%Zn-1.1%Fe-0.5%Mn-0.4%Al),
- ЛАЖ60-1-1(Cu-36.8%Zn-1.0%Al -0.8%Fe-0.4%Mn),
- ЛА59-0.5 (Cu-40.5%Zn-0.4%Al),
- ЛА61-1 (Cu-37.8%Zn-1.%Al),
- ЛА65-2 (Cu-33.3%Zn-2.2%Al).

#### 3.1 Показатели сверхпластичности и исходная структура

Структура сплавов после холодной деформации представлена зернами, вытянутыми в виде волокон, причем средний размер ширины волокон во всех сплавах не меняется в пределах ошибки и равен  $(2.3 \pm 0.2)$  мкм (таблица 3.1, рис. 3.1). Железо первично кристаллизуется в элементном виде (темные вытянутые включения частиц железистых фаз размером от 0.5 до 7.0 мкм и объемной долей 2.0 – 3.6 %) и присутствует в структуре образцов многокомпонентных латуней, наблюдаемой в СЭМ. При построении профилей распределения компонентов энерго-дисперсионным анализом (рис. 3.2,а линия сканирования *ab*, рис. 3.2,б линия – *cd*) в области частиц наблюдается максимум, соответствующий увеличению содержания железа (рис. 3.2 в, г). Марганец, алюминий и олово находятся в твердом растворе, их концентрация вдоль линии анализа (рис. 3.2 в, г) менее 1 % и практически не меняется. При этом марганец и алюминий растворяются и в  $\alpha$  и в  $\beta$  фазах, а олово в сплаве ЛЖМц-59-1-1 обнаруживается только в  $\beta$ -фазе.

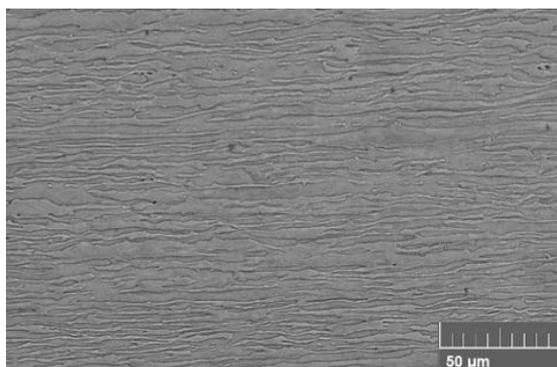
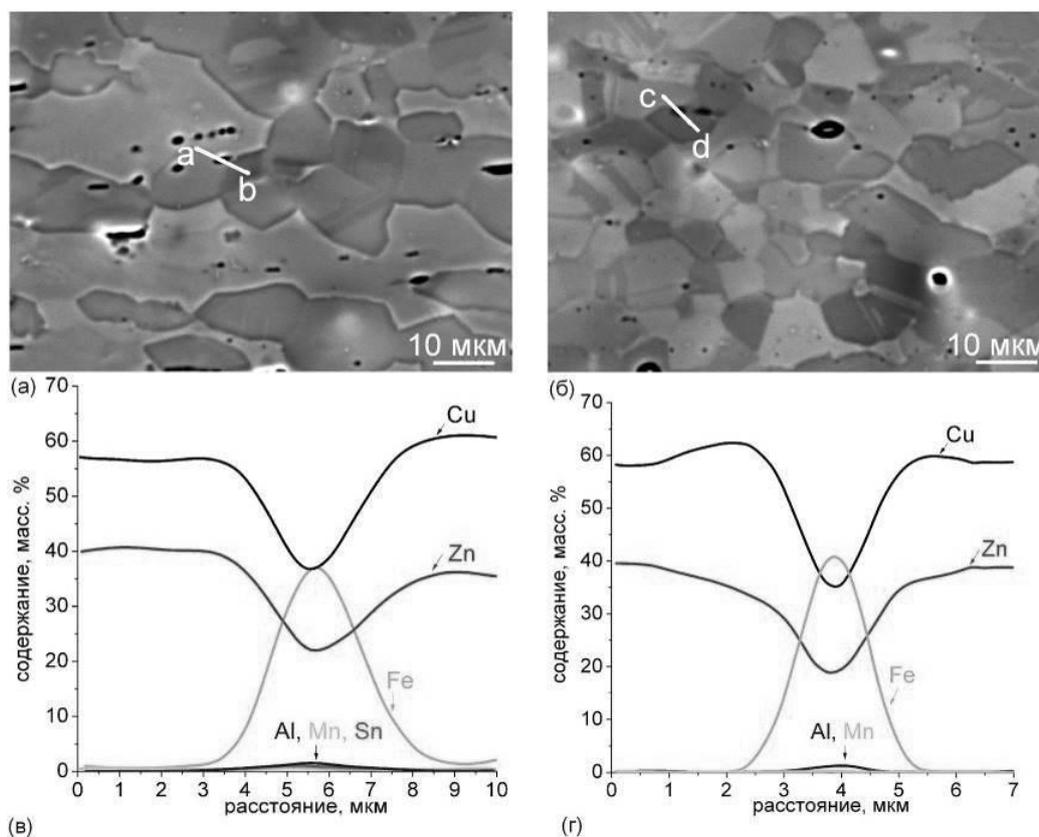


Рисунок 3.1 – Пример структуры после холодной прокатки в сплаве Л59

Таблица 3.1 – Параметры микроструктуры сплавов после холодной прокатки и отжига при температуре 550 °С в течение 20 минут в продольном сечении листа

Сплавы	Поперечный размер зерен вытянутых вдоль направления холодной прокатки, мкм	Размер зерен $\alpha$ фазы до СПД, мкм	Размер зерен $\beta$ фазы до СПД, мкм	Объемная доля $\alpha$ фазы до СПД, %
Л59	2.3±0.1	7.6±0.7	6.4±0.8	54±7
ЛЖМц59-1-1	2.5±0.2	5.3±0.5	5.2±0.5	50±5
ЛАЖ60-1-1	2.1±0.3	3.9±0.4	4.5±0.5	56±7
ЛА59-0.5	2.3±0.2	5.5±0.4	3.9±0.7	46±5
ЛА61-1	2.0±0.3	5.9±0.6	3.8±0.6	50±6
ЛА65-2	2.4±0.2	4.9±0.4	4.4±0.8	47±8



а, в – ЛЖМц59-1-1,

б, г – ЛАЖ60-1-1

Рисунок 3.2 – Микроструктура многокомпонентных латуней (СЭМ) (а, б) и результаты энерго-дисперсионного анализа вдоль линий *ab* и *cd*, отмеченных на рисунках а и б

С помощью коэффициентов замены цинка (коэффициентов эквивалентности Гийе) определено кажущееся содержание цинка. В обоих сплавах (ЛЖМц59-1-1 и ЛАЖ60-1-1) оно составляет примерно 40 %, что соответствует двойной латуни, и свидетельствует, что при одной температуре соотношение фаз в разных сплавах должно быть близким. Изученные сплавы имеют структуру ( $\alpha + \beta$ ) в температурной области от 525 °С до 600 °С, рассчитанной

*ThermoCalc* (см. Равновесные изотермические сечения для 550 и 600 °С на рис. 3.3). Упорядочение  $\beta \rightarrow \beta'$  происходит при 454 °С, так  $\beta'$ -фаза существует при температурах ниже 454 °С, а  $\beta$ -фаза в области сверхпластической деформации. В дальнейшем для удобства в работе будем использовать обозначение  $\beta$ -фаза во всех случаях.

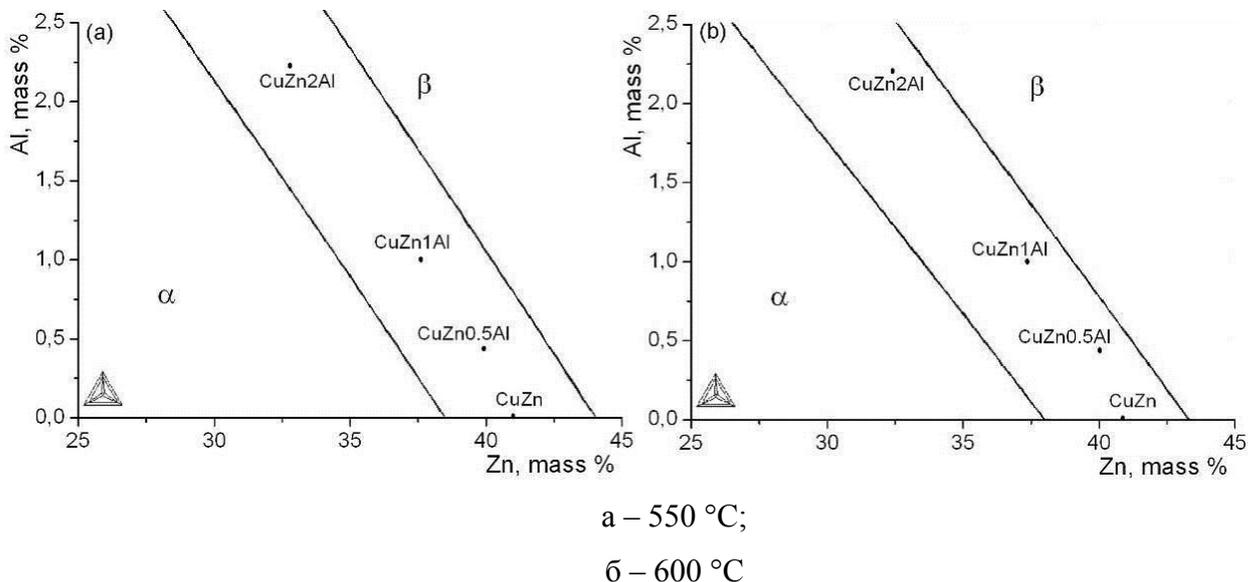


Рисунок 3.3 – Изотермические сечения при различных температурах трехкомпонентной фазовой диаграммы Cu-Zn-Al (расчет *ThermoCalc*)

Температуры солидуса сплавов отличаются незначительно: 903 °С для Л59, 892 °С для ЛЖМц59-1-1 и 905 °С для ЛАЖ60-1-1, для сплавов с добавкой алюминия температура солидуса повышается с увеличением добавки алюминия при 0.5 % Al 895 °С, 1 % Al - 902 °С и 2.2 % Al - 919 °С, соответственно. Следовательно, интервал температур испытания соответствует 0.65 – 0.75 от  $T_{пл}$  по гомологической шкале для всех сплавов. Была изучена структура сплавов после 20 мин отжига в температурном интервале 500 – 600 °С с шагом в 25 °С. Отжиг имитирует нагрев до температуры сверхпластической деформации. Во время отжига в  $\alpha$  и  $\beta$  фазах проходит рекристаллизация. Вытянутые в виде волокон зерна преобразуются в равноосные зерна, структура становится микродуплексной (пример на рис. 3.4). Как показывает количественный анализ, в многокомпонентных латунях с железом формируется несколько меньший размер зерен обеих фаз (таблица 3.1). Более мелкое зерно формируется, вероятно, благодаря наличию частиц железистых фаз, которые сдерживают рост зерен при рекристаллизации. Измеренное объемное соотношение фаз  $\alpha/\beta$  при температуре 550 °С не отличается в пределах доверительного интервала (таблица 3.1) и близко к 50/50. Количество  $\alpha$  и  $\beta$  фазы сильно меняется в зависимости от температуры. Соотношение  $\alpha$  и  $\beta$  фаз варьируется от 65/35 до 40/60 с увеличением температуры,

количество  $\alpha$  фазы примерно равно количеству  $\beta$  фазы при температуре 550 °С (таблица 3.1). Увеличение температуры приводит к уменьшению доли  $\alpha$  фазы, при температуре 750 °С во всех латунях наблюдается однофазная структура. С увеличением температуры растет средний размер зерна, увеличение содержания алюминия несущественно влияет на параметры зеренной структуры при 550 °С, однако при температуре 750 °С размер зерна  $\beta$  фазы может достигать толщины листа.

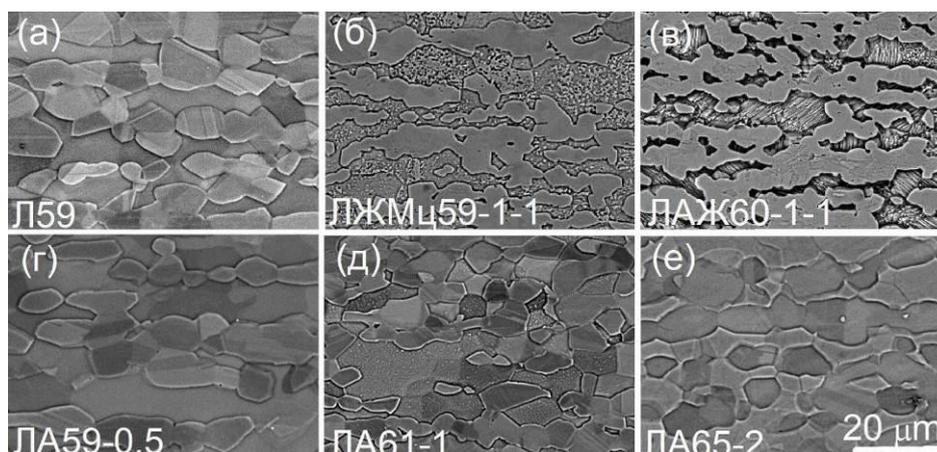


Рисунок 3.4 – Структура сплавов после отжига в течение 20 мин при температуре 550 °С

Проведены испытания со ступенчатым понижением скорости в интервале (500 – 600) °С температур, построены графики зависимости напряжения и скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации. Графики зависимости напряжения от скорости деформации в логарифмических координатах представляют собой типичную для сверхпластичных материалов сигмоидальную форму (рис. 3.5). Как видно из рисунка 3.5 напряжение течения во всех сплавах закономерно уменьшается с увеличением температуры. Интервал значений оптимальной скорости сверхпластической деформации, соответствующий максимальным значениям скоростной чувствительности, не зависит от температуры испытания. Показатель скоростной чувствительности для всех сплавов находится в пределах 0.4-0.6, т.е. сплавы сверхпластичны в интервале скоростей  $5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Скорость  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  у всех сплавов лежит в пределах линейного участка кривой ( $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ ).

Были проведены испытания с постоянными скоростями в интервале температур (525 °С – 600) °С (таблица 3.2). Сплавы сверхпластичны в интервале скоростей от  $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Выбрали оптимальную скорость испытаний  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , где показатель  $m$  максимальный и скорость в два раза меньше  $5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  для сравнения величины возможного удлинения. Видно, что двойная латунь проявляет наиболее низкие удлинения, а самое большое удлинение достигается в сплавах ЛАЖ60-1-1 и ЛА61-1 при скорости деформации

$1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ . Пример графиков зависимости напряжения от степени деформации представлен на рисунке 3.6. С увеличением содержания алюминия значение напряжения растет в сплавах с 0.5-2.2 % Al, наибольшее напряжение соответствует двойной латуни Л59 и ЛЖМц59-1-1, но не превышает 7 МПа.

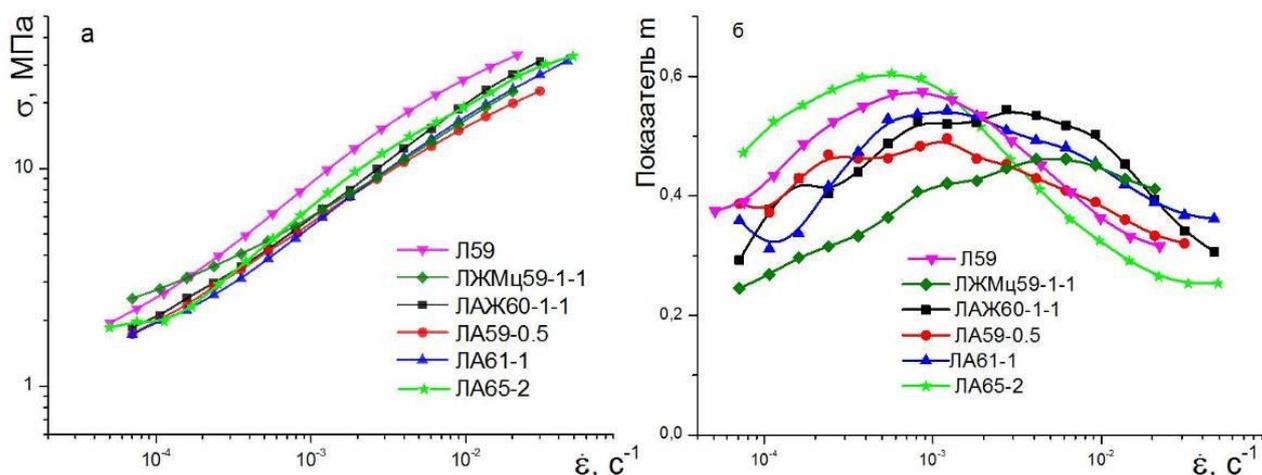


Рисунок 3.5 – Зависимость напряжения и скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации при температуре  $550 \text{ }^\circ\text{C}$

Таблица 3.2 – Относительное удлинение ( $\delta$ , %) в сплавах в интервале температур при различных скоростях деформации

Сплав	Температура, $^\circ\text{C}$					
	525	550		575	600	
	Скорость деформации, $\text{c}^{-1}$					
	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Л59	210±10	280±5	330±10	320±10	310±20	330±20
ЛЖМц59-1-1	430±15	440±10	460±14	460±10	450±5	430±10
ЛАЖ60-1-1	440±10	470±10	500±5	480±15	450±10	420±15
ЛА59-0.5	480±10	480±10	460±20	400±20	350±20	390±5
ЛА61-1	370±10	485±5	500±5	430±10	390±20	450±5
ЛА65-2	470±10	470±10	470±10	365±10	395±20	410±10

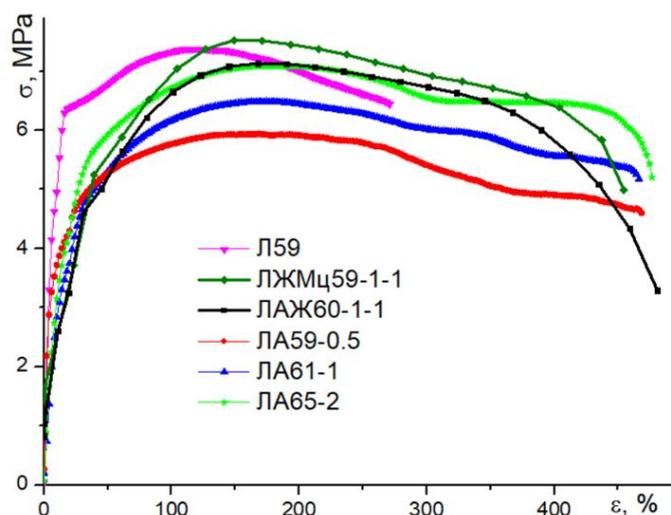


Рисунок 3.6 – Зависимость напряжения от степени деформации в сплавах при температуре 550 °C и постоянной скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

### 3.2 Анализ структуры и развитие пористости в процессе сверхпластической деформации

Микроструктурные исследования сплавов показали, что при СПД происходит динамический рост зерен (таблица 3.3), однако средний размер зерна не более 10 мкм.

Таблица 3.3 – Параметры микроструктуры сплавов после 200 % сверхпластической деформации при температуре 550 °C в продольном сечении листа

Сплавы	Размер зерен α фазы после СПД, мкм	Размер зерен β фазы после СПД, мкм	Объемная доля α фазы после СПД, %
Л59	8.7±0.7	10.1±1.0	45±6
ЛЖМц59-1-1	6.8±0.8	6.0±0.5	57±6
ЛАЖ60-1-1	6.9±1.8	5.3±0.7	58±6
ЛА59-0.5	8.0±0.9	7.9±1.1	48±8
ЛА61-1	7.0±1.0	7.9±0.7	47±3
ЛА65-2	7.7±0.9	7.5±0.7	45±5

Стоит отметить, что при деформации с постоянной скоростью зерна α – фазы растут при сверхпластической деформации в 1.1 –1.8 раза (таблица 3.3). Рост зерен β–фазы значительно больше в двойной латуни и латунях с добавкой 0.5-2.2% алюминия: размер β–зерна увеличивается в 1.6-1.9 раз, однако размер зерна не меняется в пределах доверительного интервала в ЛЖМц59-1-1 и ЛАЖ60-1-1, вероятно это связано с наличием в составе железа.

На рисунке 3.7 представлены структуры сплавов перед разрушением. Во время деформации с постоянной скоростью во всех сплавах развивается пористость. В двойной

латуни и латунях с добавкой железа развивается значительная пористость, значение которой достигает 4 %. Однако, в латунях с добавкой алюминия заметно сильное снижение пористости. Гистограмма (рис. 3.8) показывает, что в сплавах Л59 и ЛАЖ60-1-1 развита сильная пористость уже после деформации 200 % и перед разрушением незначительно подрастает, для сплавов с добавкой алюминия и для ЛЖМц59-1-1 характерна небольшая объемная доля пор и после 200 %, которая возрастает в несколько раз перед разрушением, однако не превышает 1.5 %.

В сплавах ЛЖМц59-1-1 и ЛАЖ60-1-1, где присутствуют включения железа, возможно зарождение пор на частицах. Однако, содержание железа, количество и размер частиц железистой фазы в многокомпонентных сплавах близки, а доля пор существенно отличается, поэтому маловероятно, что частицы железистых фаз могут стать единственной причиной пористости. Поры имеют разветвленную форму и выявляются, в основном, на межфазных  $\alpha/\beta$  границах (рис. 3.7), т.е. вероятно, являются следствием активного зернограничного скольжения.

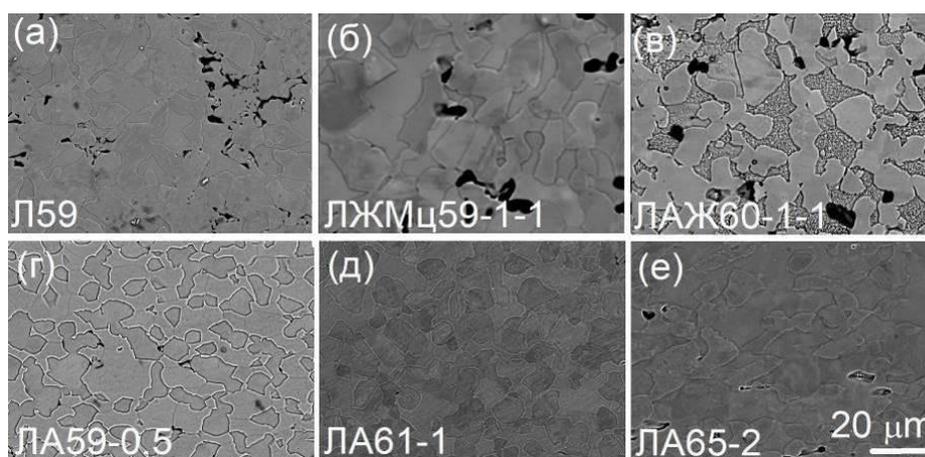


Рисунок 3.7 – Структура сплавов перед разрушением после деформации при температуре 550 °С и скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Механические свойства после деформации для сравнения анализировали в сплаве Л59 с максимально развитой пористостью, и в сплаве ЛА61-1, в котором доля пор наименьшая после 200% деформации. Предел прочности после отжига в сплаве Л59 равен 445 МПа, тогда как в ЛА61-1 – 515 МПа, после деформации 0.7 значения составляют 364 МПа и 465 МПа соответственно. Предел текучести после отжига в двойной латуни равен 188 МПа, в латуни с алюминием – 233 МПа, после 0.7 деформации – 141 МПа и 202 МПа соответственно. Изменения механических свойств при комнатной температуре менее 10 % в сплаве ЛА61-1 после 0.7 (100%) СПД, тогда как в двойной латуни предел текучести уменьшается на 25%, а предел прочности на 20%.

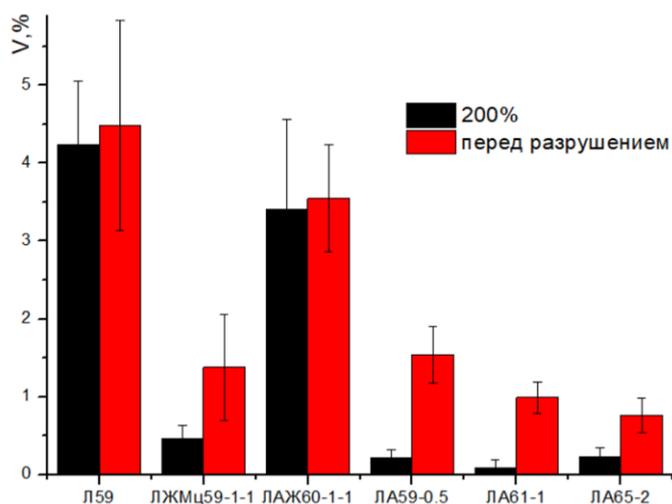


Рисунок 3.8 – Гистограмма значения объемной доли пор в сплавах после деформации 200 % и перед разрушением

Исходя из структурного анализа и анализа развития пористости при деформации, возможен вариант, когда добавка легирующего элемента, в частности алюминия, может влиять на пластичность одной из фаз латуни.

Для объяснения возможности изменения пластичности провели испытания с постоянной скоростью деформации для выбранных для сравнения сплавов Л59 и ЛА61-1 в области существования только  $\beta$  фазы. Проводили отжиг образцов с температуры 600 °С с шагом 50 °С, температура равная 750 °С – минимальная, при которой структура сплавов однофазна и соответствует  $\beta$ -фазе. Проведены испытания с постоянной скоростью деформации при этой температуре со скоростью  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (рис. 3.9). Напряжение течения в сплаве с добавкой алюминия меньше, что говорит о меньшем размере зерна до начала деформации, однако удлинение даже меньше, чем в Л59 (рис. 3.9). Теория о влиянии легирования алюминием на увеличение пластичности  $\beta$ -фазы не подтвердилась.

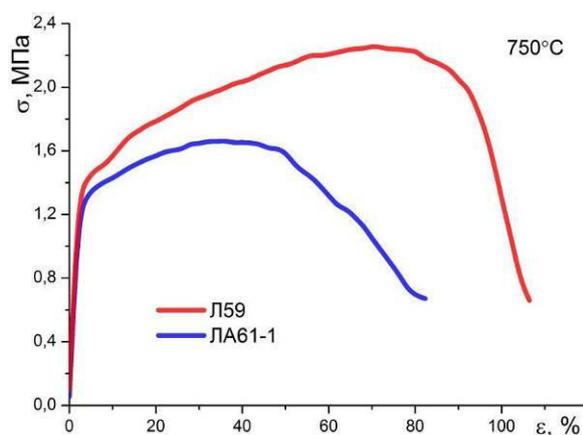


Рисунок 3.9 – Зависимость напряжения от удлинения при температуре 750 °С и скорости деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

### 3.3 Эффективная энергия активации

Одним из косвенных способов определения доминирующего механизма сверхпластической деформации является анализ эффективной энергии активации (ЭЭА) сверхпластической деформации. Полученные значения представлены в таблице 3.4. Эффективная энергия активации рассчитана с использованием трех уравнений (3, 4, 5 п. 1.5). Значения энергии активации деформации каждого сплава для всех уравнений близки в пределах доверительного интервала, однако степенное уравнение и уравнение гиперболического синуса дают меньшую погрешность расчета. У сплавов Л59, ЛЖМц59-1-1 и ЛАЖ60-1-1 значение энергии активации находится в пределах 139-166 кДж/моль,

Таблица 3.4 – Значения эффективной энергии активации латуни

Сплав	Степенное уравнение $Q$ , кДж/моль	Экспоненциальное уравнение $Q$ , кДж/моль	Уравнение гиперболического синуса $Q$ , кДж/моль
Л59	139±8	160±15	149±8
ЛЖМц59-1-1	163±4	158±15	166±7
ЛАЖ60-1-1	155±9	156±11	158±8
ЛА59-0.5	103±7	107±9	107±6
ЛА61-1	78±4	81±9	82±4
ЛА65-2	72±4	72±10	74±4

Полученные значения согласуются с данными [126], и существенно ниже, чем энергия активации, определенная авторами [94, 127]. Полученные значения превышают значения энергии активации зернограничной диффузии чистой меди 120 кДж/моль [111, 126] и существенно ниже по сравнению с энергией активации самодиффузии по телу зерен (197.8 кДж/моль) и энергии активации диффузии меченых атомов цинка в меди (190.9 кДж/моль) [111]. Полученные значения близки к энергии активации зернограничной самодиффузии в чистой меди, что свидетельствует о действии зернограничного скольжения, как основного механизма сверхпластической деформации. В первых трех сплавах основным механизмом сверхпластической деформации по косвенному признаку можно считать зернограничное скольжение. Более высокие значения ЭЭА по сравнению со значениями для зернограничной самодиффузии меди могут быть обусловлены влиянием на диффузионные характеристики третьих элементов.

В тройных сплавах Cu-Zn-Al значение ЭЭА уменьшается со 107 до 72 кДж/моль с увеличением содержания алюминия с 0.5 до 2.2%. Таким образом можно говорить, что процесс деформации облегчается, при этом судить о механизмах деформации по величине ЭЭА сложно.

### 3.4 Анализ изменения поверхности латуни во время сверхпластической деформации

Наиболее часто используемым и информативным методом анализа действующих механизмов служит исследование изменения структуры поверхности после деформации.

Для определения вкладов действующих механизмов деформации были выбраны образцы сплавов с добавкой алюминия, а также двойная латунь. Образцы были предварительно продеформированы на 0.7, затем отполированы и на поверхность нанесены царапины (отмечены на рис. 3.10 как  $(0.7)_p$ ). После чего, образцы пошагово деформировали до 0.9, а затем до 1.3 с целью изучения эволюции поверхности на устойчивой стадии деформации.

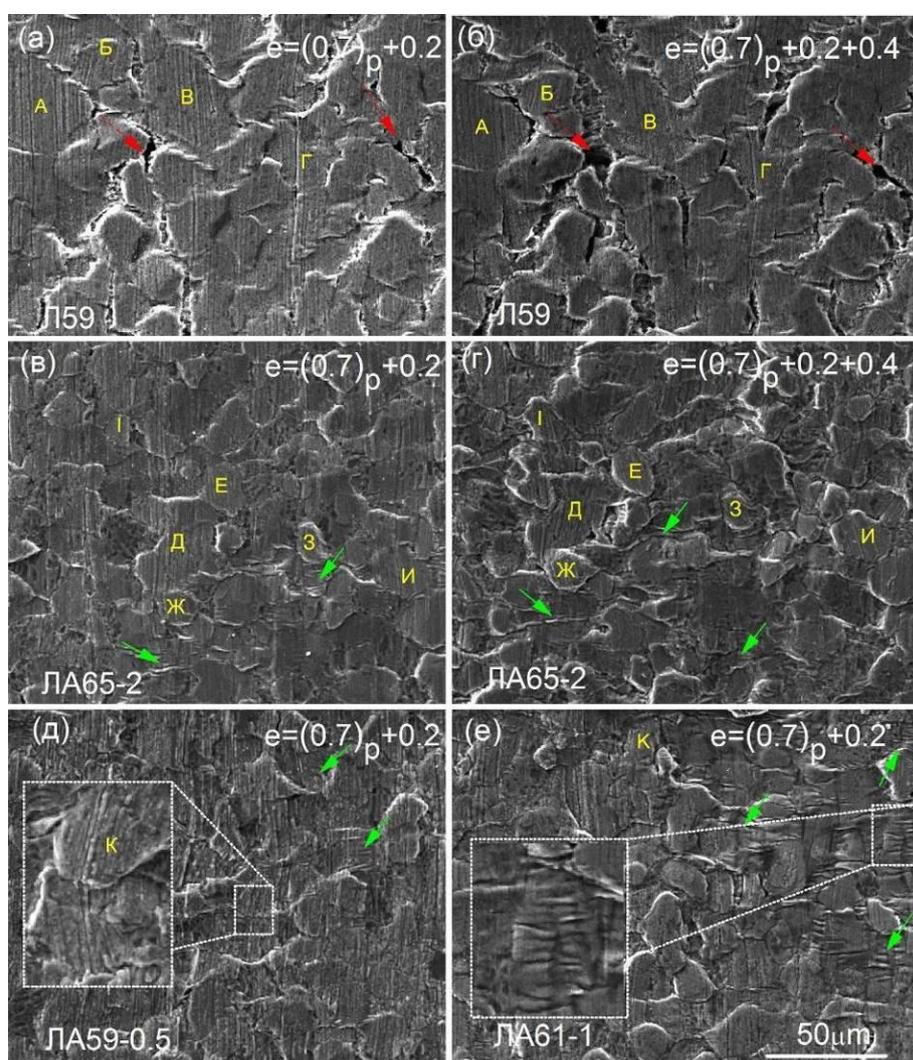


Рисунок 3.10 – Структура сплавов после деформации 0,9 (а, в, д, е) и 1.3 (б, г)

Обнаружены некоторые различия в структуре поверхности образцов разных сплавов. Во-первых, значительная пористость наблюдается в Л59 (красные стрелки на рис. 3.10 а, б), а в сплавах с добавкой Al поры не обнаружены. Во-вторых, широкие складчатые зоны в теле

зерен встречаются только в сплавах, содержащих Al (зеленые стрелки на рис. 3.10 в-е). Такие складчатые зоны могут появляться, в том числе, и из-за внутризеренной деформации. Смены соседних зерен в процессе деформации не наблюдали, при этом выявлены развороты зерен (зерна Б, В и Д, Е, З, И, К на рис. 3.10 в-е). По характеру расположения пор и их морфологии можно предположить, что главной причиной пористости Л59 является развитое ЗГС.

Сплав с добавкой 1% Al деформировали до степени 1.5. При увеличении степени деформации наблюдается выход зерен из глубины образца на поверхность, что создает дополнительный рельеф поверхности (зерно Д на рис. 3.11 в). Видны широкие складчатые области (между зернами А и Б, А и В на рисунке 3.11), также наблюдаются зерна без следов деформации (зерна А, Б, В, Г на рисунке 3.11 а-в). Области локализации деформации увеличиваются, что заметно по изменению расстояния между зернами А, Б, В, Г на рис. 3.11 а-в, которое значительно увеличивается с увеличением степени деформации. Области со значительной складчатостью обогащены Zn и Al, в отличие от поверхности, где нет складок, что показано энергодисперсионным анализом (рис. 3.11 г). Можно предположить, что недеформированные зерна относятся к  $\alpha$ -фазе, а полосчатые участки относятся к  $\beta$ -фазе, поскольку  $\beta$ -фаза значительно обогащена Al и Zn.

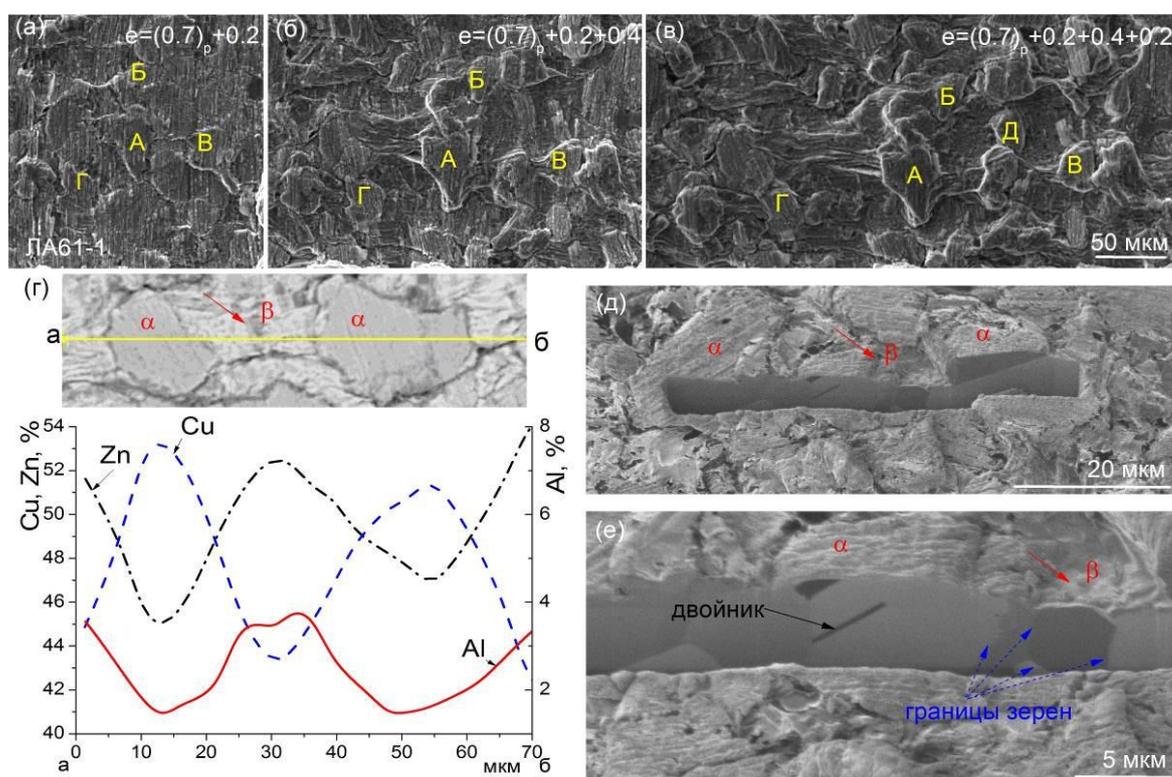


Рисунок 3.11 – Эволюция поверхности алюминиевых латуней (ЛА61-1 – а-в, г и ЛА65-2 – д, е) при больших деформациях (а-в), энергодисперсионный анализ поверхности (г) и FIB-разрез (д-е)

На FIB-разрезе образца после деформации 1.5 выявляются границы зерен и двойниковые границы (рис. 3.11 д-е). Полосчатые области и области, где не происходит значительной деформации зерен, хорошо совпадают с существующим рельефом. Три зерна, разделенные границами зерен (рис. 3.11 е), встречаются в одной широкой полосчатой области. На рисунке 3.11 е показан четкий контраст между зернами и двойниками. Двойники встречаются только в той области, где нет выраженных следов деформации. Вероятнее всего, широкие полосчатые области относятся к  $\beta$ -фазе, а недеформированные зерна с двойниками принадлежат  $\alpha$ -фазе. Зерна  $\alpha$ -фазы создают значительный рельеф на поверхности, вращаются во время сверхпластической деформации, в  $\alpha$ -фазе нет внутризеренной деформации: форма зерен неизменна и все царапины на поверхности сохраняются до деформации 1.5. Таким образом, механизм ЗГС включает в себя главным образом зерна  $\alpha$ -фазы, которые как бы текут в более пластичной ОЦК  $\beta$  матрице.

### 3.5 Механизмы сверхпластической деформации

Для изучения вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации были для сравнения выбраны два сплава: двойная латунь Л59, которую не используют в промышленности из-за сильного развития пористости, а, следовательно, сниженных конечных свойств; и латунь с добавкой алюминия ЛА61-1 – более перспективный сплав для использования для получения изделий методом сверхпластической формовки благодаря малой пористости.

С целью изучения механизмов сверхпластической деформации на полированную поверхность образцов была нанесена маркерная сетка методом ионного травления. Исходная поверхность и поверхность после последовательной деформации представлена на рисунках 3.12-3.13. Видны смещения маркерных царапин уже на первых этапах деформации в обоих сплавах (рис. 3.12 б, г).

Анализ структуры показал, что смещения в двойной латуни более сильные, чем в латуни с добавкой алюминия. В сплаве Л59 появляются поры, этом сплаве зеренная структура не успевает до конца сформироваться при малых степенях деформации (рис. 3.12 б, рис. 3.13 а). Развороты зерен видны только при большой деформации. В сплаве ЛА61-1 развороты зерен видны уже после первой ступени деформации 0.2.

Для определения вклада зернограницного скольжения при сформированной структуре, на стадии устойчивого течения, на образцы после деформации на 0.7 наносили маркерную сетку. В двойной латуни опять же обнаруживаются поры, тогда как в сплаве

ЛА61-1 пор не выявлено, после деформации видна  $\alpha$ -фаза и сильно деформированная  $\beta$ -фаза (рис. 3.14).

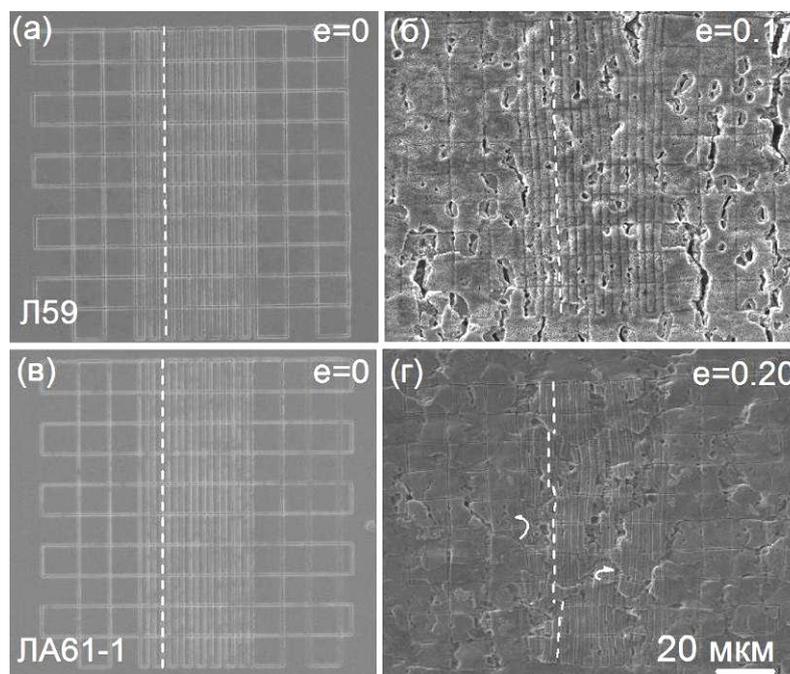


Рисунок 3.12 – Структура поверхности с маркерной сеткой на исходном образце (а, в) и после деформации (б, г) в сплавах Л59 (а-б) и ЛА61-1 (в-г)

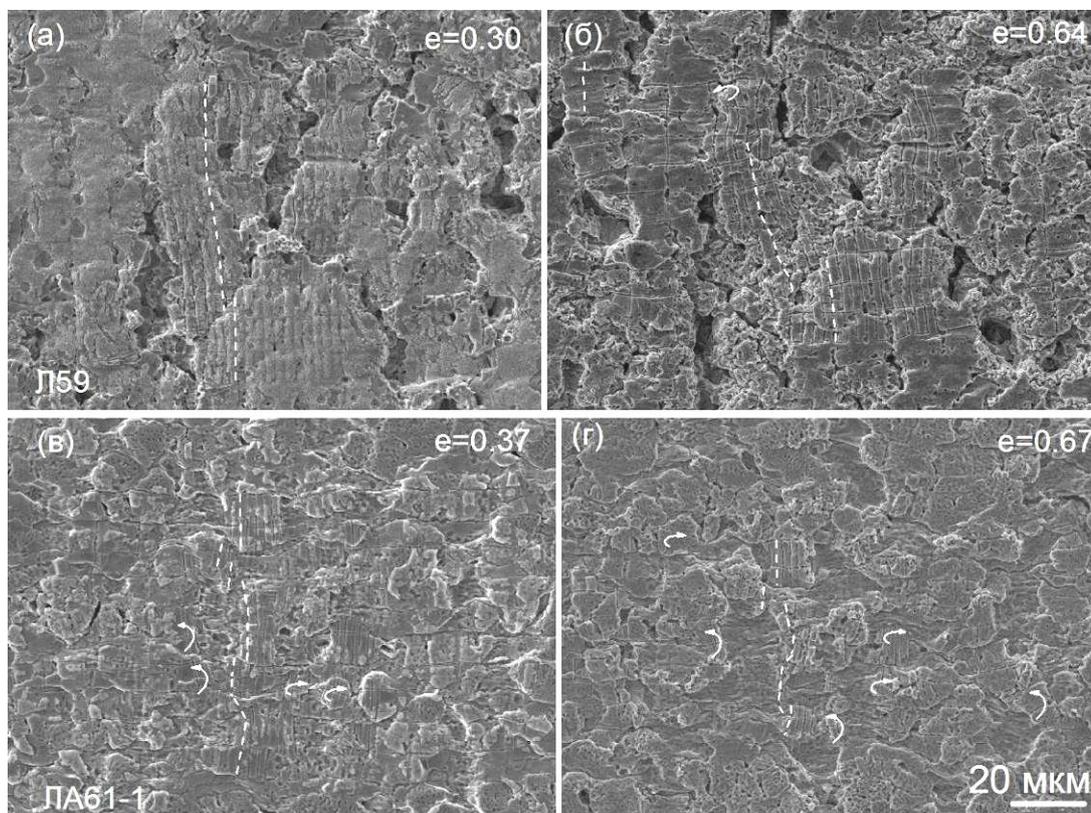


Рисунок 3.13 – Структура поверхности с маркерной сеткой после последовательной деформации в сплавах Л59 (а-б) и ЛА61-1 (в-г)

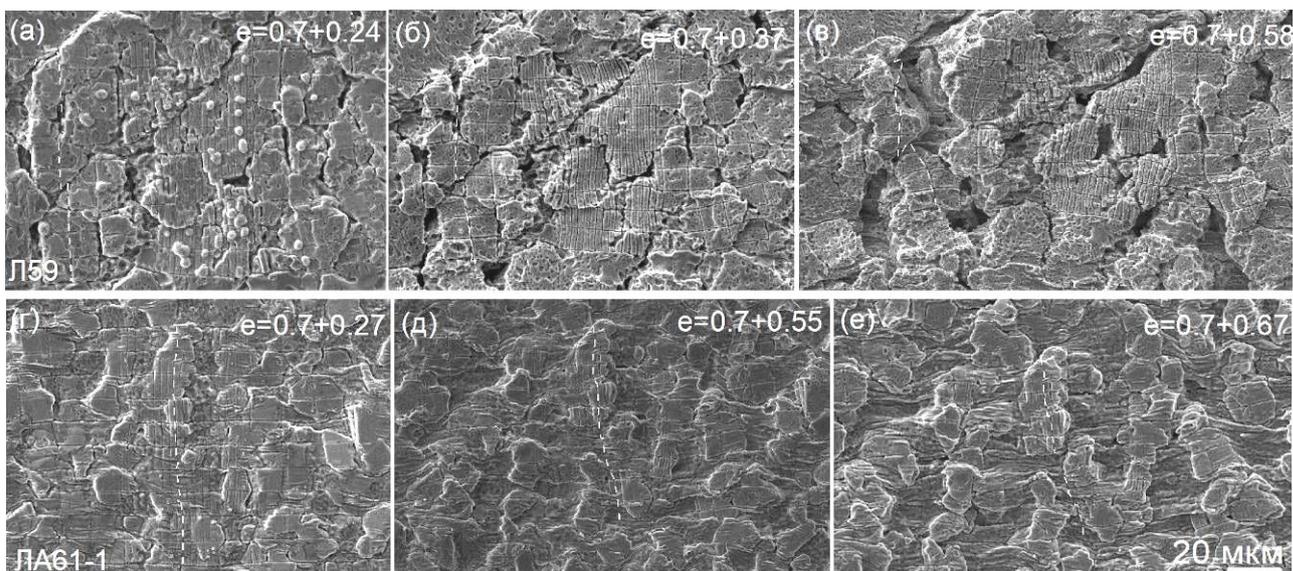


Рисунок 3.14 – Структура поверхности с маркерной сеткой на исходно деформированном на 100 % (0.7) образце и после последовательной деформации

В таблице 3.5 представлены сводные данные по посчитанным вкладам механизмов сверхпластической деформации в двойной латуни и с добавкой алюминия на начальной стадии и на устойчивой стадии деформации.

На начальном этапе вклад ЗГС в двойной латуни посчитать не удастся из-за деформации путем образования пор, а так же из-за несформировавшейся структуры и неравномерных смещений маркеров. Кроме того, адекватно оценить вклад ЗГС при больших деформациях области с сеткой 0.64-0.67 и более 1.36 (0.70+0.66) трудно, так как происходит сильная деформация поверхности и трудно проследить смещения зерен. При деформации вклад ЗГС невозможно оценить из-за сильной деформации  $\beta$ -фазы.

В сплаве, содержащем алюминий, вклад ЗГС на начальной стадии деформации составил 30-40%. На стадии устойчивого течения вклад зернограницного скольжения в двойной латуни существенно больше, чем в сплаве с алюминием. После деформации 0.70+0.24-0.27 вклад ЗГС в Л59 составил 60-70 %, а в сплаве ЛА61-1 всего 20-40 %. Разворот зерен также можно связать с действием ЗГС, в обоих сплавах разворот зерен существенен. Значительный вклад ВДС в  $\alpha$ -зернах, до 43 %, выявлен в сплаве Л59 на начальной стадии деформации. В сплаве ЛА61-1 вклад ВДС не достигает 17 %. На устойчивой стадии деформации вклад ВДС в обоих сплавах примерно одинаков и достигает 21-23 %.

Таким образом, ЗГС – основной механизм деформации двойной латуни. Основным предположением незначительной пористости в латуни с Al является низкий вклад ЗГС, за счет изменения пластичности  $\beta$ -фазы в присутствии Al.

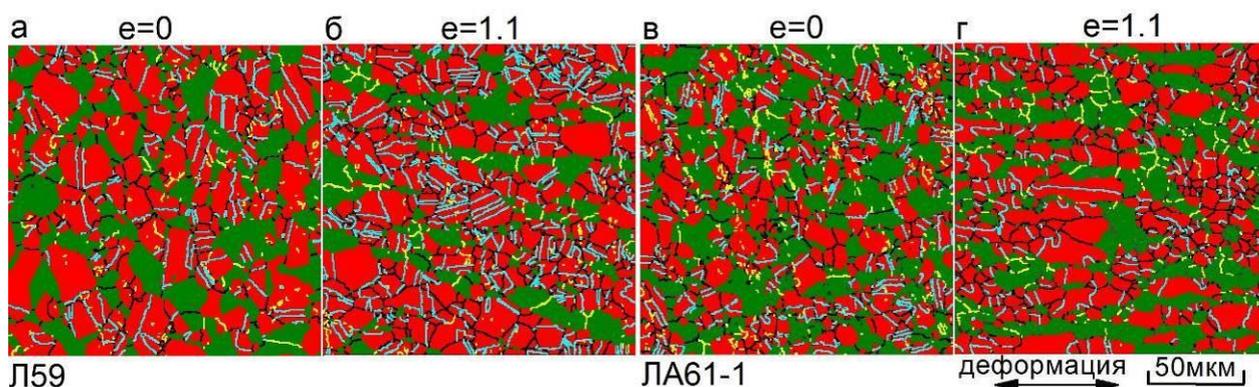
Таблица 3.5 – Таблица вкладов механизмов сверхпластической деформации на начальной и устойчивой стадии деформации

Образцы		Деформация $\epsilon$	Зернограничное скольжение (ЗГС)		Внутризеренная деформация (ВДС) $\alpha$ фазы		Максимальный угол разворота зерен, °
			$\epsilon$	Вклад ЗГС $\gamma_{ЗГС}$ , %	$\epsilon$	Вклад ВДС $\gamma_{ВДС}$ , %	
Начальная стадия	Л59	0.17	-	-	0.028±0.002	17	2
		0.30	0.06±0.03	18±10	0.096±0.003	32	10
		0.64	-	-	0.275±0.003	43	25
	ЛА61-1	0.20	0.08±0.04	42±2	0.008±0.002	4	5
		0.37	0.10±0.05	26±12	0.026±0.002	7	15
		0.67	>0.07±0.04	>11±6	0.054±0.002	8	45
Устойчивая стадия	Л59	0.7+0.24	0.18±0.09	75±32	0.005±0.002	2	5
		0.7+0.37	0.23±0.09	63±23	0.044±0.001	12	15
		0.7+0.58	0.32±0.02	56±4	0.121±0.004	21	40
	ЛА61-1	0.7+0.27	0.10±0.02	37±7	0.038±0.003	14	2
		0.7+0.55	0.11±0.09	20±16	0.105±0.002	19	7
		0.7+0.66	-	-	0.152±0.002	23	15

### 3.6 Влияние добавки алюминия на показатели сверхпластичности латуни

По результатам проведенных исследований, очевидно, что добавка алюминия улучшает показатели сверхпластичности, уменьшает пористость. Возникает вопрос природы влияния алюминия на поведение при сверхпластической деформации, так как на параметры исходной зерненной структуры добавка алюминия влияет не так значительно.

Была рассмотрена в сравнении структура образцов двойной латуни и ЛА61-1 при помощи EBSD-анализа. На EBSD-картах выявлены в основном высокоугловые границы (более 15°, черные линии) и меньшее количество малоугловых границ (менее 15°, желтые линии) до и после сверхпластической деформации (рис. 3.15). Обе фазы  $\alpha$  (красный цвет на рис. 3.15) и  $\beta$  (зеленый цвет на рис. 3.15) четко разделены, двойниковые границы наблюдаются только в  $\alpha$ -фазе (синие линии на рисунке 3.15). также в процессе деформации в  $\alpha$ -фазе наблюдаются в основном высокоугловые границы, тогда как в  $\beta$ -фазе большая доля малоугловых границ. Зерна обеих фаз не имеют определенной ориентации после отжига (рис. 3.15 а, в), но вытягиваются вдоль направления деформации (рис. 3.15 б, г) при сверхпластическом течении.



черные линии – высокоугловые границы;

желтые линии – малоугловые границы;

синие линии – двойниковые границы;

$\alpha$  – фаза - красный цвет;

$\beta$  – фаза - зеленый цвет

Рисунок 3.15 – EBSD-карты двойной латуни (а, б) и латуни с 1% Al (в, г) до (а, в) и после деформации 1.1 при 550 °С со скоростью  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (б, г). Ось растяжения горизонтальна.

На рисунке 3.16 представлен пример дислокационной ПЭМ структуры сплава ЛА61-1 в отожженном состоянии, имитирующем нагрев и выдержку перед началом сверхпластической деформации. Разницы в дислокационной структуре сплавов перед деформацией не обнаружено. Крупные двойниковые прослойки наблюдаем после отжига только в  $\alpha$ -фазе, которая хорошо идентифицируется по дифрактограммам (врезка рис. 3.16 в) как и  $\beta$ -фаза. Скопления дислокаций присутствуют в обеих фазах.

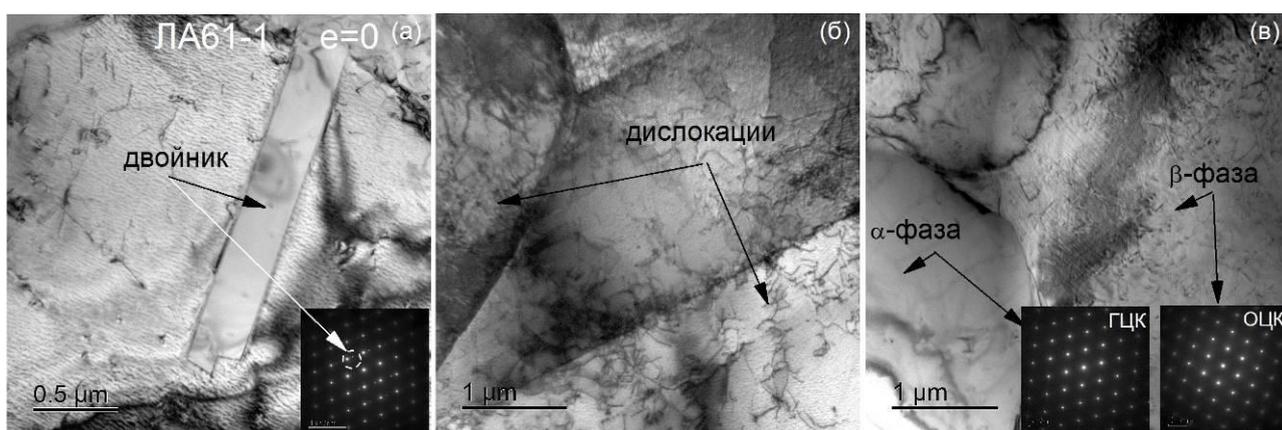


Рисунок 3.16 – Дислокационная структура сплава ЛА61-1 перед деформацией

На фотографиях, полученных в просвечивающем электронном микроскопе можно увидеть антифазные границы (рис. 3.17) в обоих сплавах до и после деформации. Доказательство, что границы на рисунке 3.17 а являются антифазными, представлено на

фотографиях, снятых с высоким расширением (рис. 3.17 б-в), хорошо различим полосатый контраст являющийся следствием упорядочения [128-130]. Так как упорядочение происходит при температуре 454 °С, то на процесс высокотемпературной деформации оно не влияет, далее в работе вторая фаза независимо от структуры обозначена как  $\beta$ -фаза. Единственное на что может оказывать влияние упорядочение – механические свойства при комнатной температуре. Известно, что упорядоченная фаза твердая, значит она будет снижать пластичность и увеличивать твердость и прочность сплава. Для изучения механических свойств образцы охлаждали в одинаковых условиях, что бы невилировать потенциальные отличия при возникновении упорядочения.

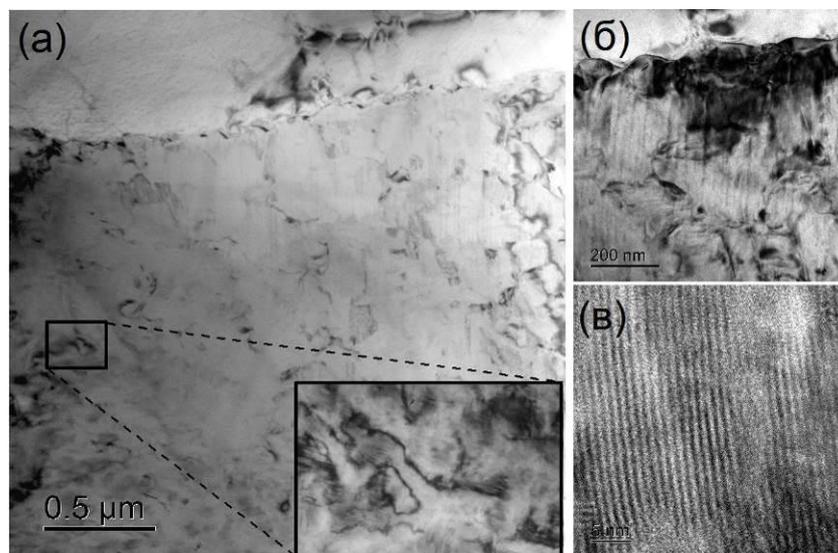


Рисунок 3.17 – Антифазные границы после отжига на примере сплава ЛА61-1

После деформации двойники можно обнаружить уже в обеих фазах, крупные двойники отжига в  $\alpha$ -фазе и мелкие двойники деформации в  $\beta$ - фазе (рис. 3.18). Дислокационная активность наблюдается также в обеих фазах, однако, можно заметить отдельные дислокации и дислокационные стенки в  $\alpha$ -фазе, которая в целом отличается более совершенной структурой и большие скопления дислокаций в  $\beta$ -фазе.

Важным отличием в структуре сплавов с алюминием и без него после деформации необходимо выделить изменения в  $\beta$ -фазе. Размер зерна  $\beta$ -фазы уменьшается при деформации до ультрамелкозернистого состояния, о чем говорят изменения в дифракционной картине и появление неоднородного контраста в структуре. При этом, размер зерен  $\beta$ -фазы в ЛА61-1 100-300 нм, что подтверждает отчетливый тип кольцевой дифракции (рис. 3.18 е), в Л59 размер зерен несколько больше - 200-600 нм, рефлекссы более разрежены (рис. 3.18 б). Разница в размере зерен в  $\beta$ -фазе в двух сплавах объясняет разницу в поведении при сверхпластической деформации.

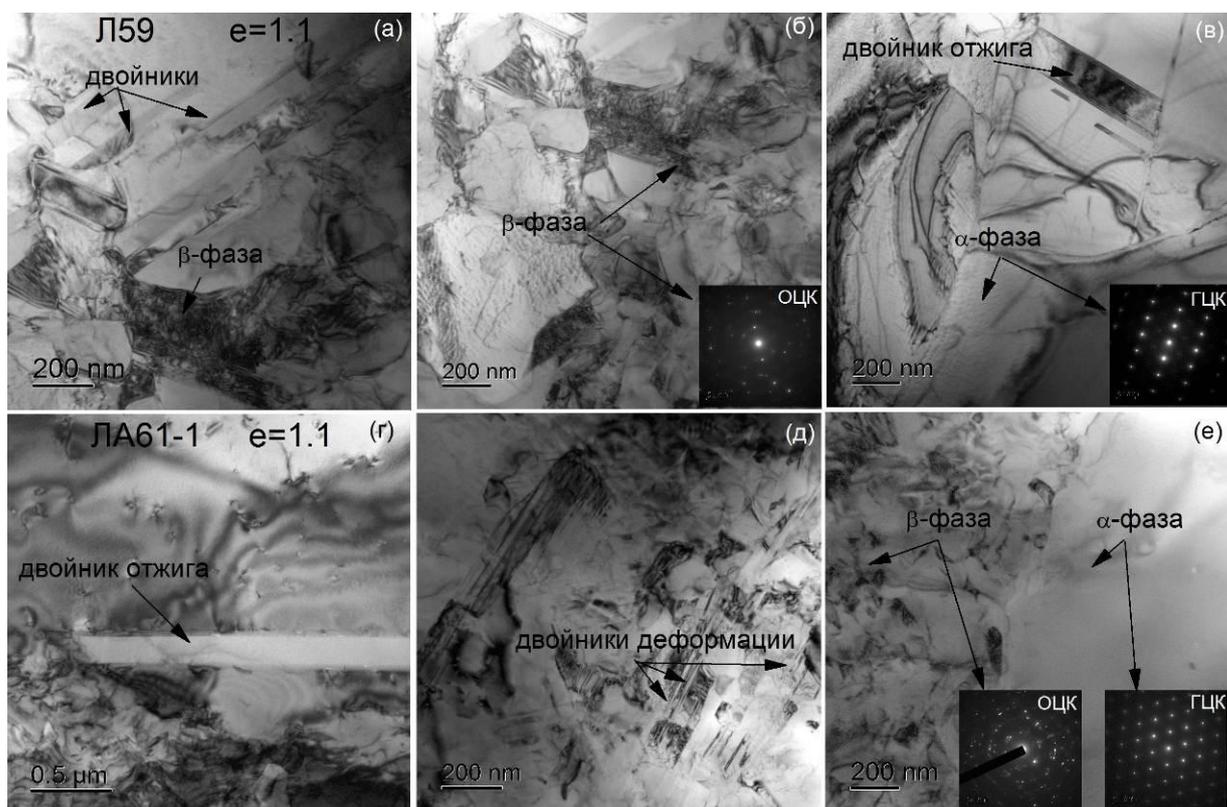


Рисунок 3.18 – Дислокационная структура в Л59 (а-в) и ЛА61-1 (г-е) после деформации 1.1

Разницу в удлинении и высоких свойствах в сплаве с добавкой алюминия вносит именно  $\beta$ -фаза. Добавка алюминия сильно влияет на вклады механизмов сверхпластической деформации, особенно на ЗГС, оценить вклад диффузионной ползучести не представляется возможным, но можно оценить влияние легирования на скорость диффузии.

Диффузионные характеристики являются одними из основных факторов, которые могут определять показатели сверхпластичности и действующие механизмы деформации. Для определения влияния алюминия на скорость диффузии на образцы сплавов была осаждена медь, образцы, покрытые слоем меди, отжигали при температуре 550 °С (методика эксперимента по Матано-Больцману описана в [41, 131]). Пример образца до эксперимента представлен на рисунке 3.19.

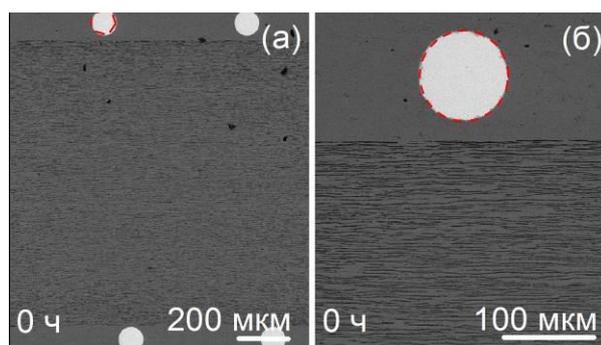


Рисунок 3.19 – Исходная поверхность образца до отжига на примере Л59

Образцы сплавов Л59 и ЛА61-1 отжигали в печи до 128 часов и через кратное 4 часам время смотрели изменение толщины  $\alpha$  и  $\alpha+\beta$  слоев. На рисунке 3.20 а-г представлен пример изменения поверхности образцов в объеме с течением времени отжига. По картам распределения меди (рис. 3.20 д-з) можно заметить, что слой чистой меди существенно уменьшается за 128 часов, граница размывается, что говорит о протекании диффузионных процессов. В двойной латуни размывание границы сильнее, чем в сплаве с алюминием.

Профиль изменения содержания цинка до отжига и после 128 ч в Л59 и ЛА61-1 представлен на рис. 3.21. До отжига в обоих сплавах четкая граница между медью и латунью, при увеличении времени отжига до 128 ч заметно, что граница размывается, атомы цинка и меди диффундируют, и слой чистой меди уменьшается. В двойной латуни диффузионные процессы протекают быстрее, так как слой  $\alpha$ -фазы после отжига больше, чем в сплаве с добавкой алюминия.

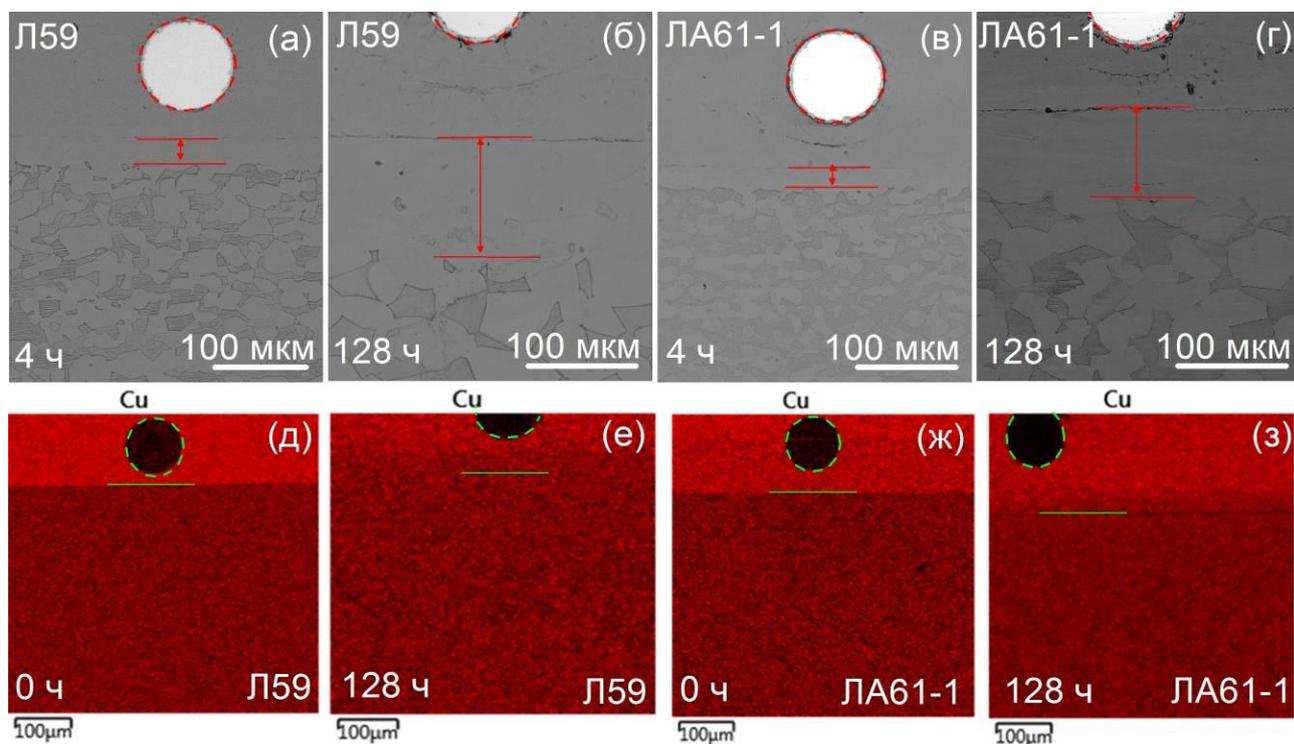


Рисунок 3.20 – Поверхность Л59 (а-б) и ЛА61-1 (в-г) после 4 ч отжига (а, в) и 128 ч (б, г) карты распределения Cu в сплаве Л59 (д-е) и ЛА61-1 (ж-з) до отжига (д, ж) и после 128 часов отжига (е, з)

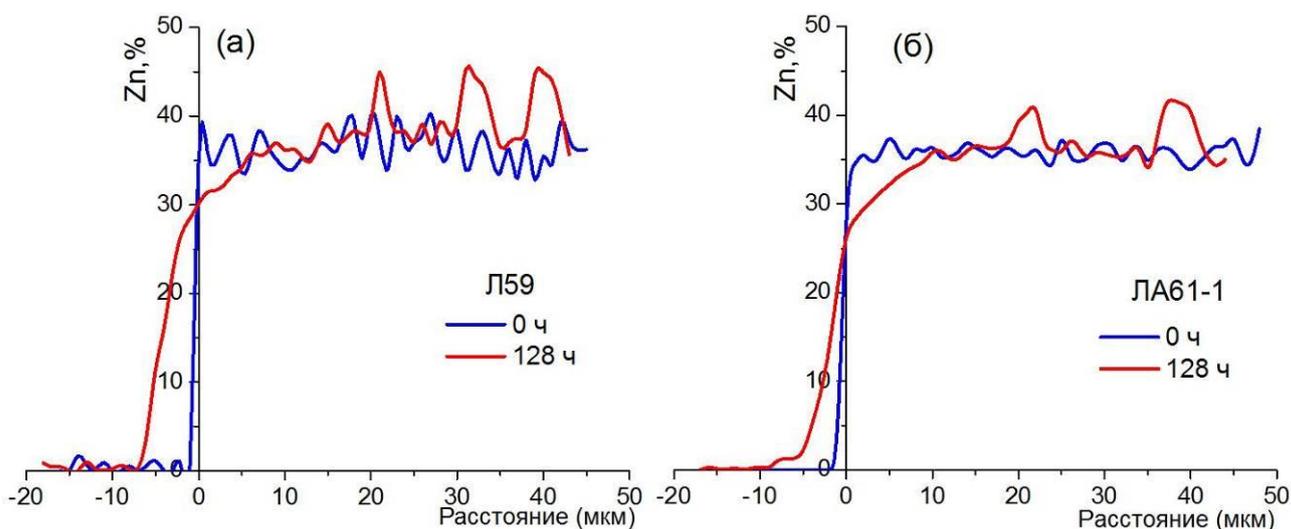


Рисунок 3.21 – Профиль изменения содержания цинка до отжига и после 128 ч в Л59 (а) и ЛА61-1 (б)

На рис. 3.22 представлен график зависимости изменения ширины слоя  $\alpha$ -фазы от времени отжига. При отжиге в образцах проходит процесс выравнивающей диффузии, где участвуют двухфазная латунь и чистая медь, цинк переходит в медь, что влечет за собой увеличение доли  $\alpha$ - фазы и уменьшение доли  $\beta$ -фазы. На начальном этапе отжига, первые 10 часов различия не очевидны, разница в скорости протекания диффузионных процессов существенна после 30 ч отжига, когда ширина  $\alpha$ -слоя в сплаве с алюминием становится меньше, чем в двойной латуни. Диффузионные процессы быстро протекают в двойной латуни Л59 и замедляются при добавке алюминия.

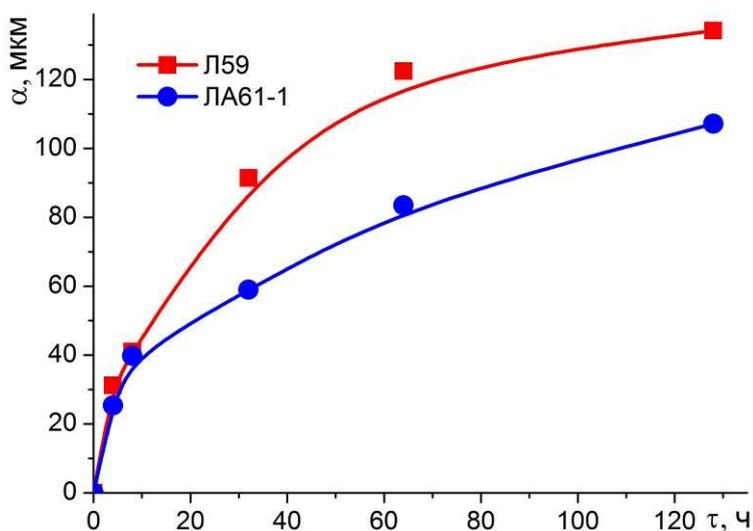


Рисунок 3.22 – Зависимость ширины слоя  $\alpha$  фазы на поверхности образца от времени отжига при температуре 550 °С

Количественно определяли скорость диффузии по графическому методу Матано-Больцмана из рисунка 3.21 по уравнению:

$$D(c) = \left(2t \frac{dc}{dx}\right)^{-1} \int_c^{c_1} x dc \quad (10);$$

где  $D$  – коэффициент диффузии;

$t$  – время отжига, ч;

$c$  – концентрация Zn, % до отжига;

$c_1$  – концентрация Zn, % после отжига 128 ч.

По расчету коэффициент диффузии в Л59 равен  $1.98 \text{ мкм}^2/\text{ч}$ , тогда как в ЛА61-1 –  $1.19 \text{ мкм}^2/\text{ч}$ . Полученный коэффициент диффузии в присутствии алюминия в полтора раза меньше, чем в двойной латуни, что согласуется с графиком на рис. 3.22 и литературными данными [41, 131].

### Выводы по разделу 3

1. Изучены характеристики структуры и особенности деформации двойной латуни и многокомпонентных латуней, легированных алюминием, железом и марганцем. Построены зависимости напряжения течения и показателя скоростной чувствительности  $m$  (для всех сплавов он составил около 0.6) от скорости деформации, проведены испытания с постоянной скоростью деформации в диапазоне температур  $525 - 600 \text{ }^\circ\text{C}$ .

2. Выявлено, что при температуре  $550 \text{ }^\circ\text{C}$  оптимальной скоростью деформации для всех сплавов является  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , которая обеспечивает устойчивое течение с относительным удлинением в двойной латуни до 300 %, в легированных до 500 %. Проанализированы структурные параметры образцов в исходном состоянии и после сверхпластической деформации, показано, что размер зерен обеих фаз после разрушения не превышает 10 мкм.

3. Анализ структуры выявил наличие пористости в сплавах после деформации, при этом с увеличением добавки алюминия объемная доля пор уменьшается с 5% до 1%. Легирование железом, несмотря на формирование более мелкого зерна в многокомпонентных латунях, увеличивает пористость, по сравнению со сплавами легированными алюминием возможно из-за зарождения пор на включениях железистых частиц.

4. Анализом эволюции поверхности с нанесенными на нее маркерными царапинами и маркерными сетками в процессе сверхпластической деформации проанализированы механизмы сверхпластической деформации двойной латуни и латуни с добавкой 1% алюминия. Показано, что вклад зернограничного скольжения в общее удлинение при легировании алюминием уменьшается с  $\approx 70\%$  до  $\approx 30\%$  на устойчивой стадии течения. Вклад внутриверной деформации, посчитанный в  $\alpha$ -фазе, на начальном этапе деформации увеличивается с 17 % до 43 % в Л59, с 4 % до 8 % в ЛА61-1, тогда как на устойчивой стадии составляет около 20 % в обоих сплавах.

5. Исследована эволюция структуры во время отжига в течение 4-128 ч при температуре 550 °С образцов двойной латуни и латуни с 1% Al с нанесенным на поверхность слоем чистой меди. Показано, что алюминий, образуя твердые растворы на основе  $\alpha$  и  $\beta$ -фаз, изменяет диффузионные характеристики фаз, уменьшая эффективные коэффициенты диффузии цинка.

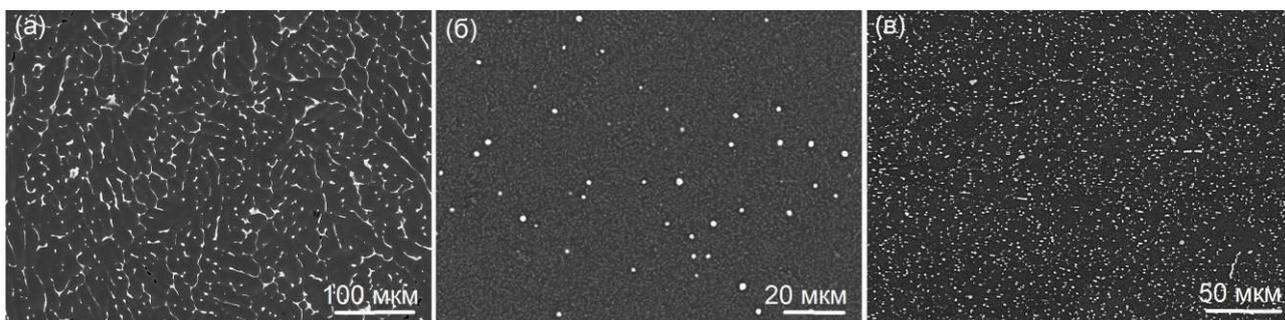
6. Исследованием ПЭМ-структуры образцов до и после 200% сверхпластической деформации при температуре 550 °С и скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  показано, что в процессе деформации в  $\beta$ -фазе происходит динамическая рекристаллизация и формируется ультрамелкозернистая структура. При этом, в присутствии алюминия размер зерен  $\beta$ -фазы не превышает 300 нм, а без алюминия более чем в два раза больше. Таким образом, добавка алюминия приводит к замедлению скорости диффузии цинка и, по всей видимости, уменьшает динамический рост зерен  $\beta$ -фазы, что в результате приводит к облегчению деформации  $\beta$ -фазы и как следствие большему удлинению и меньшей пористости в сплаве с алюминием.

## 4 Сплавы с исходной перед СПД рекристаллизованной структурой матричного типа на основе алюминия

### 4.1 Сплав AA7475 системы Al-Zn-Mg-Cu

#### 4.1.1 Получение исходной структуры

В литом состоянии (рис. 4.1 а) структура исследуемого сплава является достаточно неоднородной, вследствие дендритной ликвации, и представлена в виде алюминиевого твердого раствора и неравновснной фазы эвтектического происхождения  $MgZn_2$ . В процессе гомогенизационного отжига наблюдается выравнивание состава твердого раствора, выделение дисперсных частиц фазы  $Al_{18}Mg_2Cr$  и практически полное растворение эвтектической фазы  $MgZn_2$  (рис. 4.1 б). Гетерогенизационный отжиг и последующая обработка давлением (прокатка до листа толщиной 1 мм) приводят к выделению фазы  $MgZn_2$  в виде более компактных частиц размером около 0.8 мкм (рис. 4.1 в), данная технология была разработана ранее авторами [132].



а – литое состояние;

б – гомогенизированное состояние;

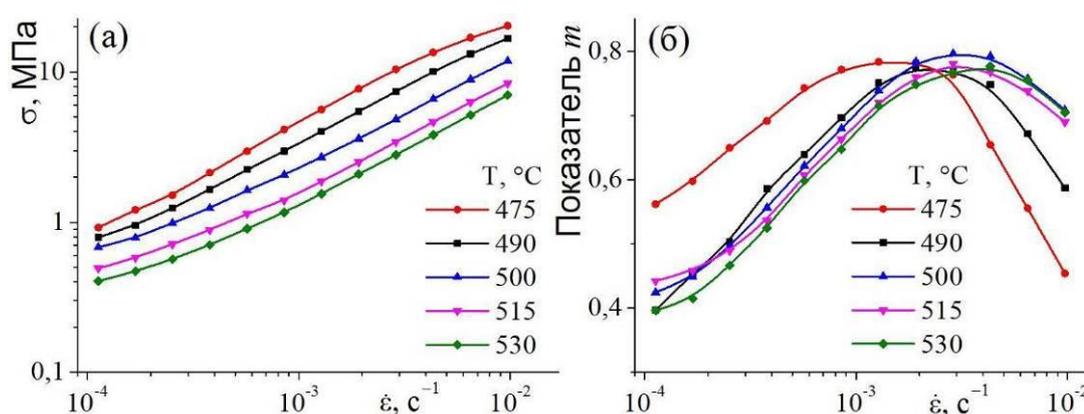
в – после гетерогенизации с последующей холодной деформацией.

Рисунок 4.1 – Микроструктура сплава AA7475 до и после термообработки

Перед проведением испытаний все образцы подвергли высокоскоростному отжигу в селитре в течение 5 мин при 500 °С, целью которого являлось получение рекристаллизованной мелкозернистой структуры. Зеренная структура образцов после отжига представляет собой рекристаллизованные зерна, средний размер которых  $(5.0 \pm 0.2)$  мкм.

#### 4.1.2 Определение показателей сверхпластичности и эффективной энергии активации сверхпластической деформации

Испытания со ступенчатым повышением скорости были проведены для определения показателей сверхпластичности. Построены зависимости напряжения течения и показателя скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации (рис. 4.2). Испытания были проведены в диапазоне температур 475– 530 °С с шагом 15 °С. Сигмоидальная форма кривых типична для сверхпластичных материалов, кривые можно разделить на три области. Изучаемый диапазон скоростей принадлежит второй области и соответствует максимальным значениям показателя  $m$ . Скоростная зависимость показателя  $m$  позволяет определить оптимальную скорость для сверхпластической деформации. В результате значение оптимальной скорости, при которой показатель  $m$  достигает максимума, составило примерно  $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при всех исследованных температурах (рис. 4.2 б).



а – зависимость напряжения течения  $\sigma$  от скорости деформации  $\dot{\epsilon}$  ;

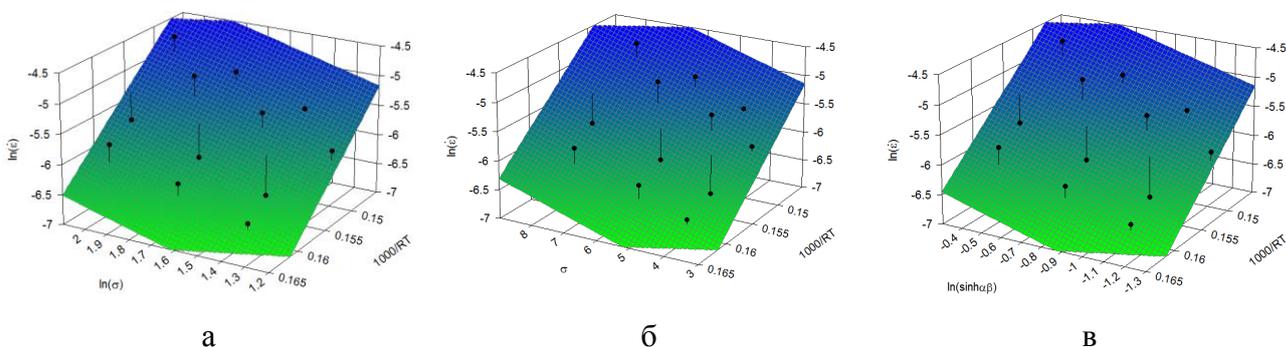
б – зависимость показателя скоростной чувствительности ( $m$ ) от скорости деформации  $\dot{\epsilon}$  .

Рисунок 4.2 – Определение параметров СПД в интервале температур 475 - 530 °С

Значения напряжения из второй области используются для оценки эффективной энергии активации сверхпластической деформации. Эффективная энергия активации, определенная по степенному, экспоненциальному и гиперболическому законам составила  $(113 \pm 28)$ ;  $(112 \pm 29)$ ;  $(113 \pm 28)$  кДж/моль (рис. 4.3).

Эффективная энергия активации сверхпластической деформации составляет 113 кДж/ моль, что ниже энергии активации самодиффузии (142 кДж / моль [111]) и выше энергии активации зернограницной самодиффузии (84 кДж / моль [111]) чистого алюминия. Полученные значения эффективной энергии активации ниже рассчитанных в [113] 141-172 кДж / моль. Эффективная энергия активации предполагает зернограницное скольжение

как основной механизм сверхпластической деформации [36]. Более высокие значения эффективной энергии активации можно объяснить влиянием легирующих элементов и дисперсоидов на диффузионные параметры алюминия, что было отмечено в [105].



а

б

в

а – определение энергии активации по степенному закону;

б – определение энергии активации по экспоненциальному закону;

в – определение энергии активации по гиперболическому закону.

Рисунок 4.3 – Определение энергии активации СПД в сплаве AA7475

Для определения оптимальной температуры испытания, при которой относительное удлинение сплава наибольшее, образцы деформировали с постоянной скоростью, выбранной по результатам скачковых испытаний ( $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ). Полученная зависимость напряжения течения от скорости деформации представлена на рисунке 4.4. Напряжение течения возрастает до деформации 0.7-0.8 при всех температурах, затем изменений не происходит, напряжение не меняется вплоть до разрушения. Значение напряжения на устойчивой стадии закономерно уменьшается от 12 до 3 МПа при увеличении температуры. В результате максимальное значение относительного удлинения, равное 1.61 (400 %), было получено при температуре 500 °С.

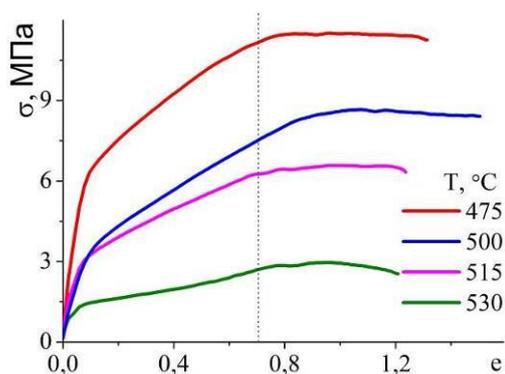


Рисунок 4.4 – Кривые растяжения сплава AA7475 в координатах напряжение течения ( $\sigma$ ) - степень деформации ( $\epsilon$ ) в диапазоне температур 475-530 °С

#### 4.1.3 Исследование структурных изменений во время сверхпластической деформации

Зеренную структуру изучали на образцах после деформации при температуре 500 °С и скорости деформации  $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Степень деформации составила:

$$e = 0.41 \text{ (50 \%)},$$

$$e = 0.69 \text{ (100 \%)},$$

$$e = 1.10 \text{ (200 \%)},$$

$$e = 1.31 \text{ (270 \%)}$$

$$e = 1.61 \text{ (400 \%)}.$$

Средний размер зерна измеряли в продольном ( $L$ , синяя кривая на рис. 4.5) и поперечном ( $t$ , красная кривая на рис. 4.5) направлениях к оси деформации методом случайных секущих. Средний размер зерна  $d$ , как результат анализа EBSD, показан на рисунке 4.5 черной пунктирной линией. Результаты анализа размера зерна методом случайных секущих и EBSD-анализу согласуются. Перед началом деформации структура в образцах представлена равноосными зернами со средним размером  $4.5 \pm 0,1 \text{ мкм}$  (рис. 4.5, рис. 4.6 а). Во время деформации размер зерна увеличивается до 5.5 мкм в поперечном направлении ( $t$  на рис. 4.5) и значительно вырастает до 9.0 мкм в продольном направлении ( $L$ ). В результате зерна вытягиваются вдоль направления деформации (рис. 4.6): коэффициент формы ( $\eta$ ) составляет 1.10 до деформации и 1.61 после деформации (рис. 4.5). Интенсивный рост зерна происходит до деформации 0.69 (100 %) в обоих направлениях, далее размер зерна практически не меняется. Коэффициент формы согласуется с данными в работах Рабиновича и Трифонова [30] и Шина и др. [31] для сплавов аналогичного состава и показывает, что деформация на первой стадии (до устойчивого течения) может быть получена за счет удлинения зерен.

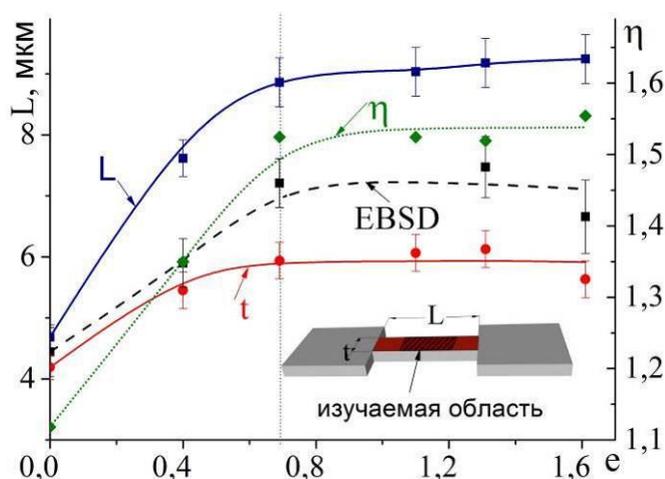
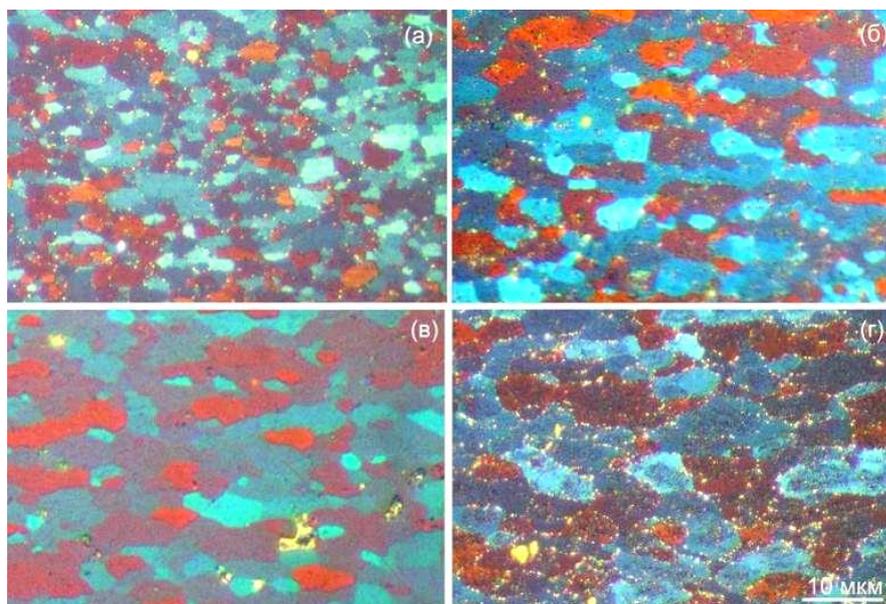


Рисунок 4.5 – Зависимость среднего размера зерна от степени деформации в продольном ( $L$ ) и поперечном ( $t$ ) направлении, EBSD-анализа и изменение коэффициента формы  $\eta$



- а – исходная структура;  
 б - после 50 % деформации;  
 в - после 100 % деформации;  
 г - после 350 % деформации.

Рисунок 4.6 – Структура сплава AA7475 после СПД

Структура сплава в процессе деформации также представлена на EBSD-картах (рис. 4.7). Построены полюсные фигуры, в отожженном состоянии наблюдается ярковыраженная текстура. С увеличением степени деформации текстура размывается. Такое размывание текстуры при сверхпластической деформации обычно ассоциируется с вращением зерен при зернограницном скольжении. По картам EBSD средний угол разориентировки зерен составляет  $45^\circ$  до начала деформации и не меняется при деформации. Количество малоугловых границ (МУГ, зеленые границы на рис. 4.7) с разориентировкой менее  $15^\circ$  составляет 5.5 % до деформации; затем увеличивается до 9.4 % при 1.10; при увеличении степени деформации, уже перед разрывом (деформация 1.61) количество малоугловых границ уменьшается до 4.0 %.

Известно, что для сверхпластической деформации исследуемого сплава характерно сильное развитие пористости. В условиях сверхпластичности пористость образуется в процессе зернограницного скольжения у тройных стыков зерен, а так же вблизи крупных включений второй фазы. Зарождение пор является результатом зернограницного скольжения. Объемная доля пор экспоненциально возрастает с увеличением степени деформации (рис. 4.8). Пористость увеличивается в 5 раз на устойчивой стадии деформации: от 0.3 % при деформации от 0.41 до 4.5 % при деформации 1.61. Наибольший объем пор наблюдается на установившейся стадии.

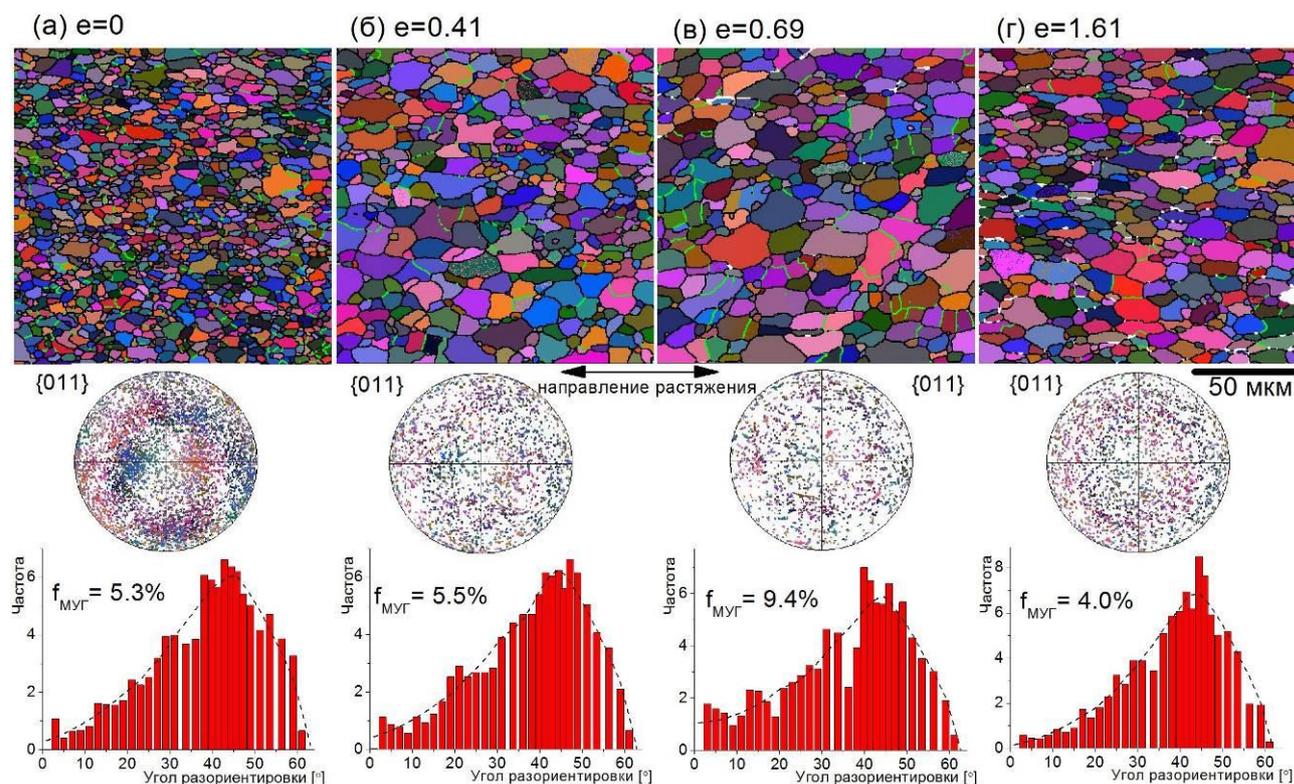


Рисунок 4.7 – EBSD-карты AA7475, изменение текстуры и разориентировки зерен в процессе деформации

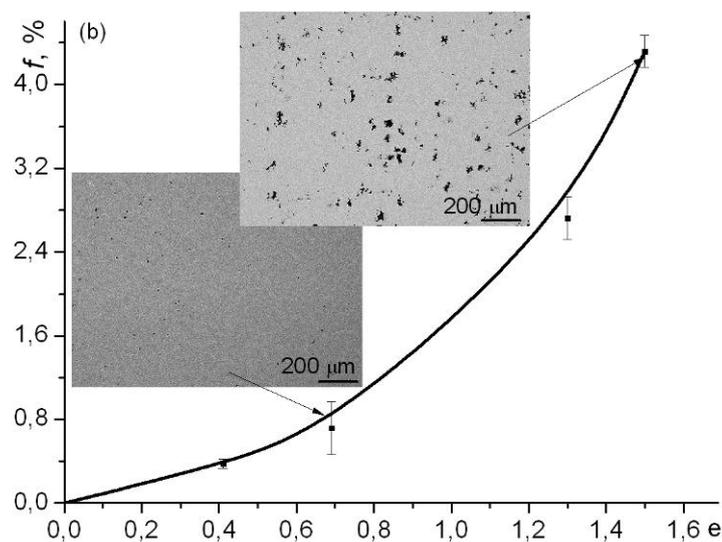


Рисунок 4.8 – Пористость в образце на разных стадиях деформации

В исследуемом сплаве в просвечивающем микроскопе (рис. 4.9) наблюдается высокая плотность Cr-содержащих дисперсоидов. Средний размер частиц составляет  $(42 \pm 3)$  нм. Примечательно, что частицы имеют почти одинаковый размер в теле зерна и на границах до сверхпластической деформации, а при деформациях выше 0.69 размеры частиц вблизи границ вырастают до 100 нм.

Перед сверхпластической деформацией дислокаций в зернах не наблюдается, с увеличением степени деформации появляются дислокации в теле зерна, некоторые дислокации выстраиваются в стенки уже при деформации 0.69. На стадии устойчивого течения (деформация больше 0.69) плотность дислокаций сильно возрастает, в теле зерен видны скопления, также происходит выстраивание дислокаций в стенки. Дислокационная активность указывает на динамический процесс полигонизации при сверхпластической деформации (см. стрелки на рис. 4.9).

Уже на ранней стадии деформации появляются зоны свободные от выделений (ЗСВ) около границ зерен. При увеличении степени деформации таких зон становится все больше, зоны становятся шире. Такие же зоны свободные от выделений наблюдались в аналогичном сплаве AA7075 Шином [31].

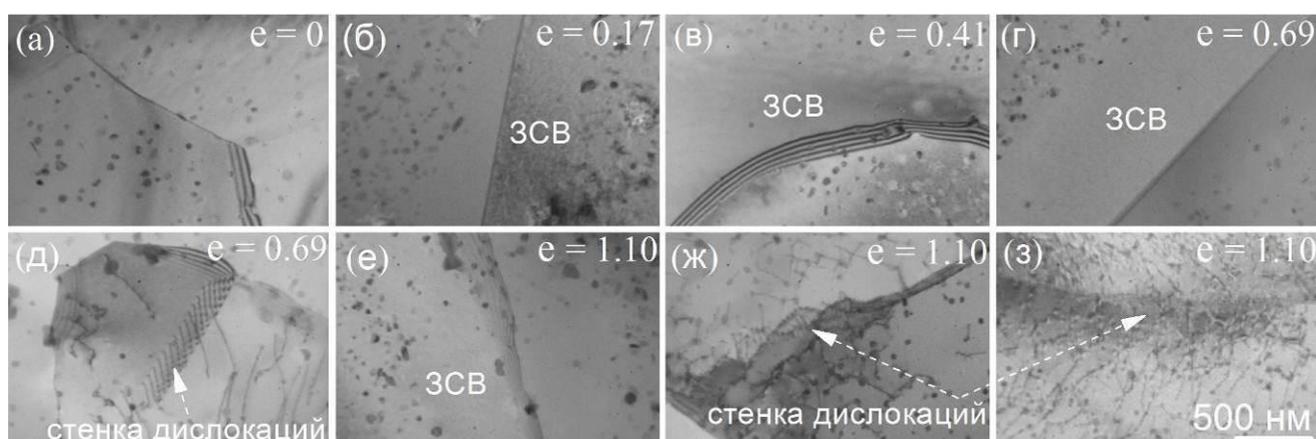


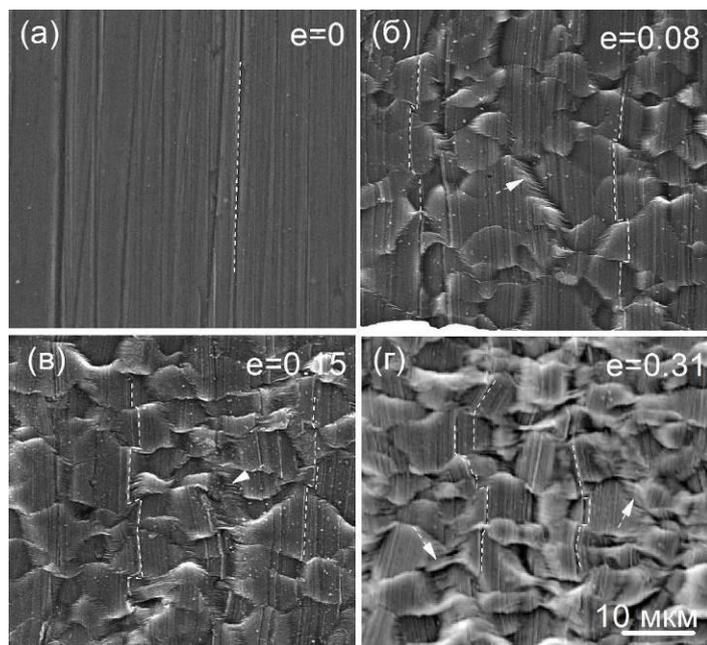
Рисунок 4.9 – Эволюция дислокационной структуры сплава AA7475 в процессе деформации

#### 4.1.4 Определение вкладов механизмов сверхпластической деформации

Вклад зернограничного скольжения был оценен по смещениям линий сетки и маркерных царапин по межзеренным границам, а также путем измерения угла разворота зерен для образца без предварительной деформации и образца, находящегося на стадии устойчивого течения.

На рисунке 4.10 представлена динамика изменения структуры поверхности исходного образца с нанесенными царапинами при двойной последовательной деформации от 0.08 до 0.31. Смещения царапин по границам зерен наблюдаются уже на первых ступенях деформации, а при увеличении степени деформации смещения происходят на большую величину. Кроме того, во время деформации прослеживается разворот и смена соседей зерен, что говорит о действии зернограничного скольжения. Вклад зернограничного скольжения,

посчитанный по смещениям царапин, практически не менялся во время деформации и составил в среднем 35 % (таблица 4.1). Посчитанные складчатые области вносят основной вклад в деформацию образцов (более 50 %), наличие таких областей говорит о действии диффузионной и внутризеренной дислокационной ползучести (таблица 4.1). Разворот зерен увеличивается с увеличением степени деформации, что говорит о действии зернограничного скольжения.



а – исходная поверхность образца с нанесенными царапинами;  
 б – смещение царапин после деформации 0.08;  
 в – смещения царапин после деформации 0.15;  
 г – смещения царапин после деформации 0.31.

Рисунок 4.10 – Поверхность образца с маркерными царапинами

Таблица 4.1 – Вклад ЗГС, складчатых областей и разворот зерен, посчитанный по маркерным царапинам

Деформация	ЗГС		Складчатые области		Максимальный угол разворота, °
	ЗГС	Вклад ЗГС, $\gamma_{ЗГС}$ , %	Деформация	Вклад складок, %	
0.08	0.02±0.01	29±14	0.04±0.01	52±15	3
0.15	0.07±0.01	45±7	0.10±0.04	65±25	8
0.31	0.11±0.02	34±6	0.15±0.07	49±22	17

Для более точного определения не только вклада ЗГС, но и возможности определения ВДС, были нанесены маркерные сетки, на образец без предварительной деформации и на

образец, после предварительной деформации 0.69 для исследования механизмов на стадии устойчивого течения.

Уже при первой деформации на изначально недеформированном образце появляются смещения линий маркерных сеток (рис. 4.11). С увеличением степени деформации значения смещений увеличиваются, появляются широкие складчатые области (стрелки на рис. 4.11). Некоторые зерна разворачиваются вдоль направления растяжения, тело зерен остается практически недеформированным, маркерная сетка не размывается внутри центральной части тела зерна.

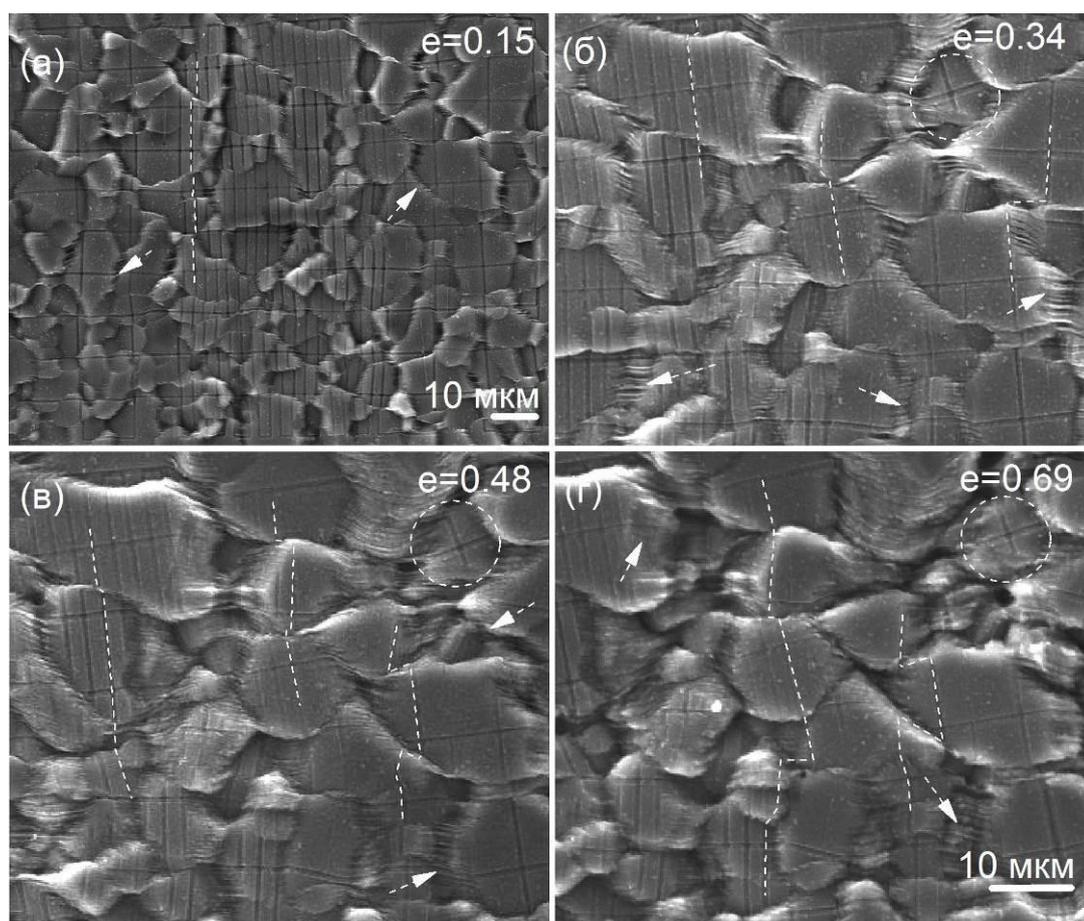


Рисунок 4.11 – Смещения линий маркерной сетки в процессе последовательной деформации исходного образца

При последовательной деформации образца на стадии устойчивого течения, наблюдаются значительные смещения линий сетки и развороты зерен (рис. 4.12). Наблюдается значительная приграничная деформации и увеличение размывания границ зерен при больших степенях деформации.

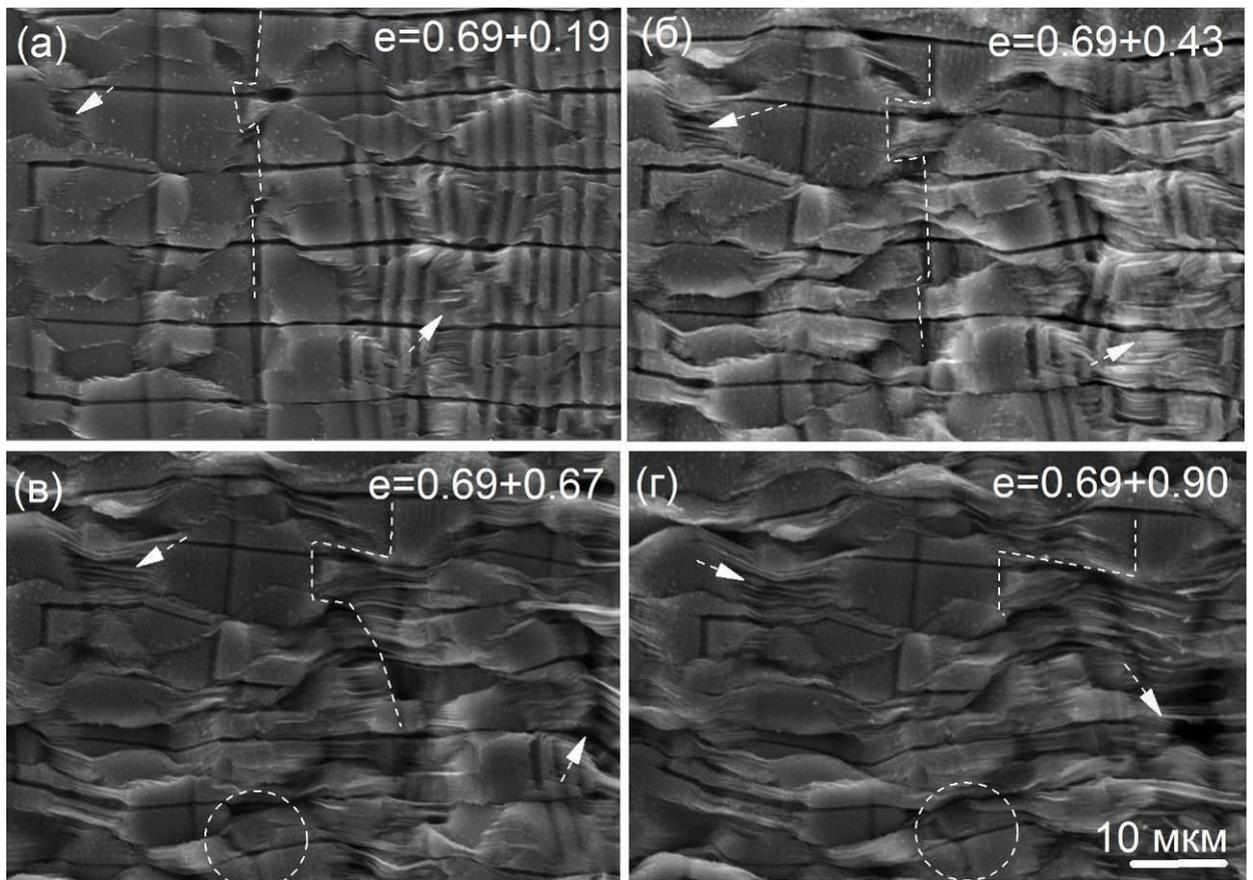


Рисунок 4.12 – Смещения линий сетки в процессе последовательной деформации образца после установившейся стадии

С увеличением деформации в образцах происходит смена соседних зерен, зерна разворачиваются вдоль оси растяжения, появляются широкие складчатые зоны, происходит деление некоторых зерен, появляется рельеф поверхности (рис. 4.13). Рельеф поверхности образца изменяется в связи с выходом зерен из его объема, как и на образце без деформации в исходном состоянии (рис. 4.13 г, е-з).

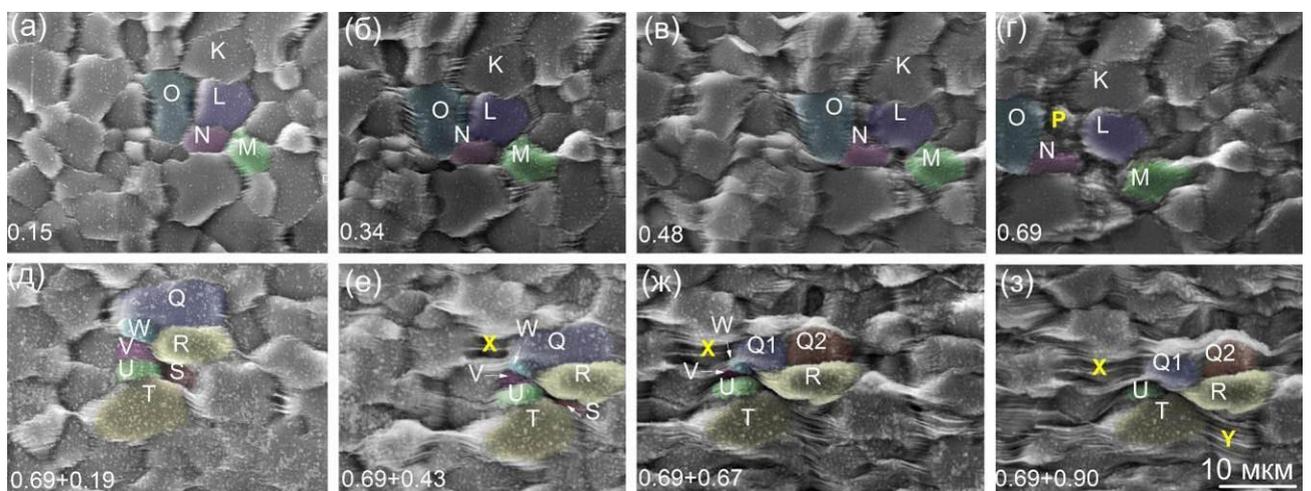


Рисунок 4.13 – Изменение зеренной структуры в процессе деформации

На рисунке 4.14 показана эволюция зерен с мелкой сеткой при деформации и схемы, иллюстрирующие изменения положения и формы зерен. Исходная часть зерен с линиями сетки отмечена серым цветом, а вновь образовавшиеся «полосчатые» участки или зоны обозначены белым на схемах на рис. 4.14. «Полосчатые» зоны образуются в основном вблизи границ зерен на обоих образцах. Такие зоны параллельны основному оси растяжения. Доля «полосчатых» зон увеличивается с увеличением степени деформации (таблица 4.2). Вклад таких зон в общую деформацию составляет приблизительно 50-60 % и 30-40 % на первой и устойчивой стадиях деформации соответственно.

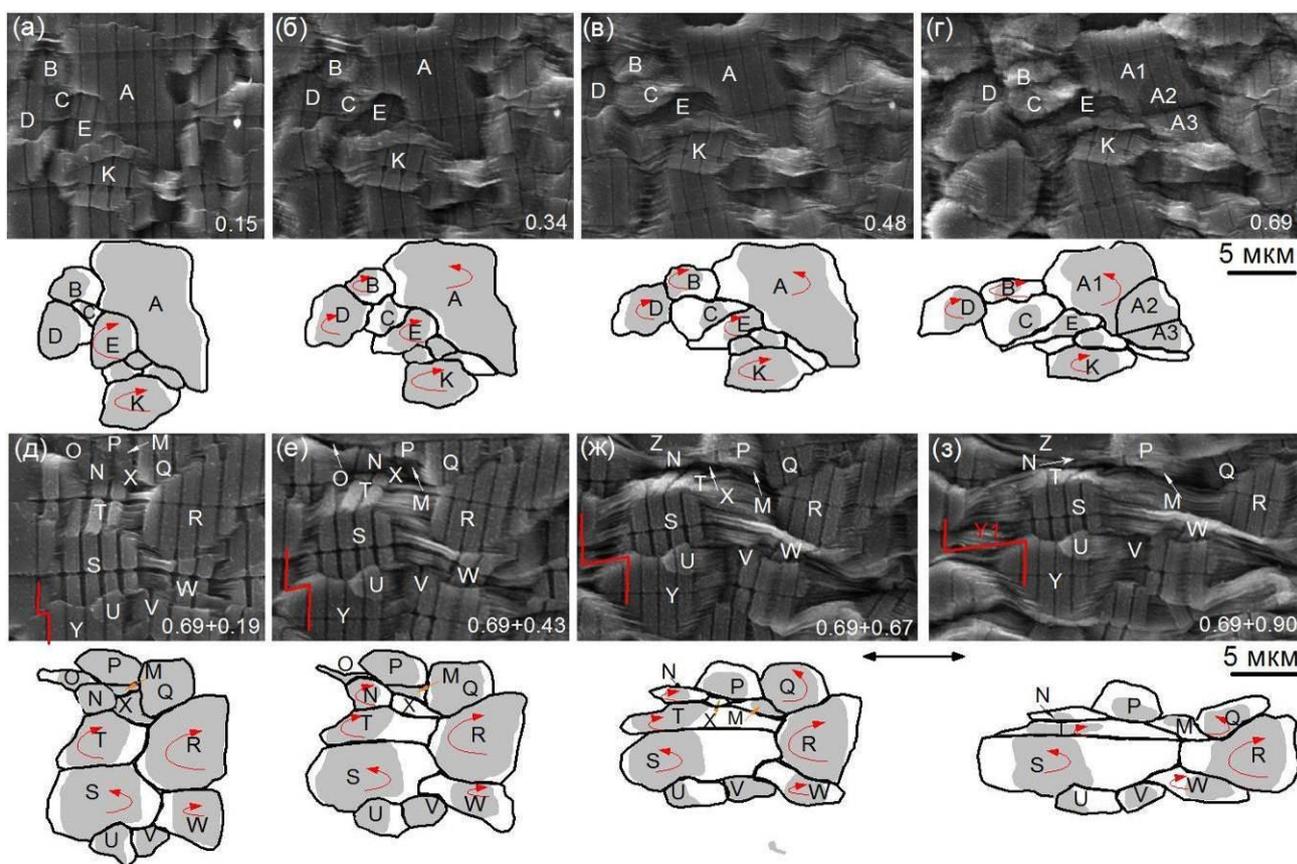


Рисунок 4.14 – Эволюция зеренной структуры с мелкой маркерной сеткой и схемы изменения положения зерен

Исходные поперечные линии сетки ориентированы под углом  $90^\circ$  к направлению деформации. Сравнение между исходным положением линий сетки перед деформацией и после деформации позволяет определить направление вращения зерен и угол поворота зерна. Направление вращения зерен показано на рисунке 4.14. Угол вращения зерна определяется как отклонение линий внутри зерен от вертикали после деформации. Угол вращения зерна накапливается с увеличением деформации до максимального  $45^\circ$  при деформации (0.69 +

0.90) (таблица 4.2). Таким образом, ЗГС наблюдается на обеих стадиях, хотя есть некоторые различия в характере топографии поверхности между начальной и устойчивой стадиями.

Зерна в основном сохраняют свои очертания во время деформации на начальной стадии и все зерна можно найти на поверхности. Происходит смена соседей зерен на устойчивой стадии более интенсивно по сравнению с начальной стадией. На поверхности образцов после большой деформации можно заметить появление новых зерен, которые поднимаются на поверхность из объема образцов. Некоторые зерна с линиями сетки наоборот исчезают с поверхности, уходя вглубь или растворяясь. Новые границы зерен появляются внутри зерен на устойчивой стадии с деформацией 0.69, чего не удастся обнаружить на начальной стадии деформации.

Таблица 4.2 - Вклады механизмов после сверхпластической деформации при температуре 500 °С и скорости деформации  $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Образец	Деформация $\epsilon$ образца	ЗГС		Полосчатые области		ВДС		
		$\epsilon$	Вклад $\gamma_{GBS}$ , %	$\epsilon$	Вклад, %	Расстояние между маркерами, мкм	$\epsilon$	Вклад, %
Начальная стадия	0.15	0.04±0.01	26±7	0.09±0.03	57±20	0.22±0.01	-	-
	0.34	0.12±0.02	35±6	0.19±0.03	56±9			
	0.48	0.18±0.01	38±2	0.25±0.05	51±10			
	0.69	0.41±0.03	59±4	0.26±0.08	38±16			
Устойчивая стадия	0.69+0.19	0.11±0.02	58±3	0.08±0.02	41±3	0.25±0.01	0.12±0.04	14±5
	0.69+0.43	0.25±0.02	58±2	0.17±0.03	40±3			
	0.69+0.67	>0.21	>31	0.29±0.05	44±4			
	0.69+0.90	>0.21	>23	0.33±0.06	37±4			

Большие смещения линий сетки наблюдаются при деформации 0.69 (граница между начальной и устойчивой стадиями) и большими деформациями. ЗГС составляет около 30-40 % в начале деформации и достигает 60 % на устойчивой стадии (таблица 4.2). Следует отметить, что правильное измерение смещений затруднено при больших деформациях, так как линии сетки исчезают в широких полосчатых зонах. Так, вклад ЗГС составил более 20-30 % при больших деформациях 0.69+0.67 и 0.69+0.90.

Линии мелкой сетки в основном сохраняют свою изначальную форму и положение в центре зерен, серое место в схемах на рисунке 4.14. Расстояние между линиями

параллельной поперечной сетки до деформации составляет  $(2.2 \pm 0,1)$  мкм, и среднее расстояние после деформации также составляет  $(2.2 \pm 0,1)$  мкм. Расстояние между линиями тонкой поперечной сетки не изменяется в пределах ошибок до деформации 1.36  $(0.69 + 0.67)$ . Внутриверенная деформация происходила только при большой деформации 1,59  $(0.69 + 0.90)$ , когда расстояние между линиями тонкой сетки увеличилось до  $(2.5 \pm 0,1)$  мкм.

Исследование методом FIB-разреза приповерхностных слоев можно проанализировать микроструктуру в объеме. Наиболее важное значение для понимания структурных особенностей имеет изучение полосчатых участков. Примеры вырезанных участков, которые были в образце после деформации 1.59  $(0.69 + 0.90)$  в областях между зернами *Z* и *W* (1 и 2) и зернами *P* и *R* (3) (одно и то же место образца показано на рис. 4.15 а) показаны на рисунке 4.15.

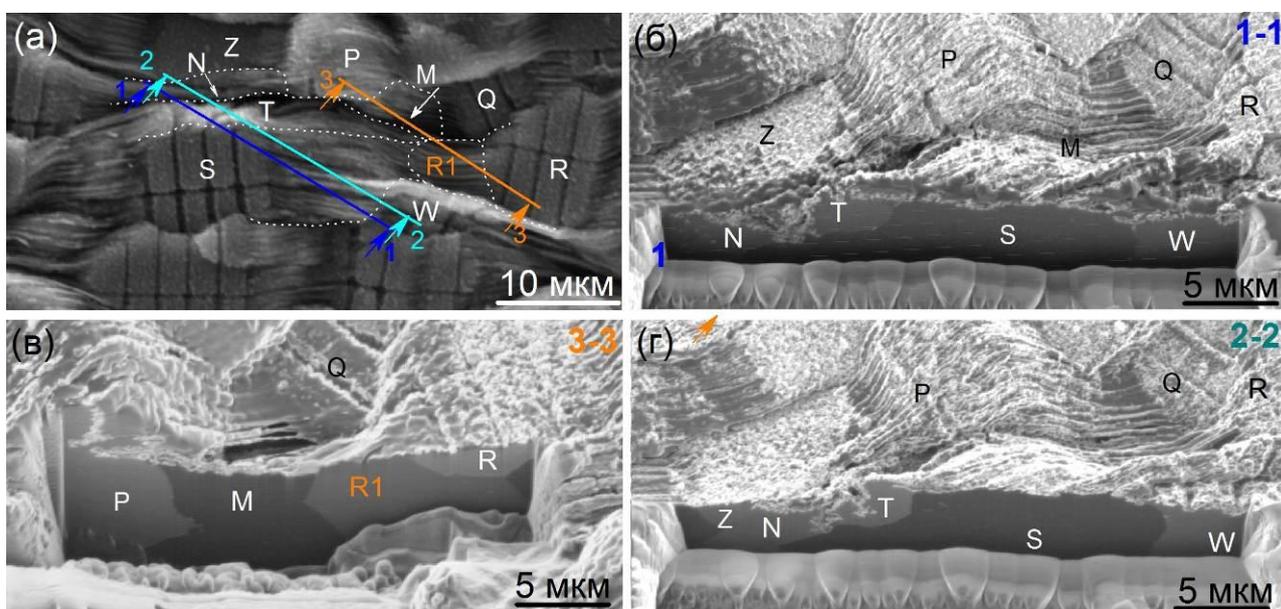


Рисунок 4.15 - Изображение структуры поверхности после деформации 1.59 во вторичных электронах до FIB-разрезов (а) и изображения FIB разрезов 1-1 (б) и 2-2 (в) между зернами *Z* и *W* и 3-3 между зернами *P* и *R* (г).

На рисунке 4.15 б-г видно, что слой оксида покрывает всю поверхность образца. Оксидный слой сильно растягивается, и появляются складки между сильно деформированными зернами *N* и *T* (рисунок 4.15 б и г). На рисинке 4.15 б из-за каналирования видны границы зерен между зернами *N*, *T*, *S* и *W*, а в *S*-зерне видно, что нет границы между недеформированной частью зерна и широкой полосчатой зоной. Напротив, полосчатая зона вблизи зерна *R* принадлежит отдельному зерну *R<sub>1</sub>*. Наблюдается четкий контраст между зерном *R* и поперечно-полосчатой зоной *R<sub>1</sub>*. Зерно *R<sub>1</sub>*, возможно,

образовалось на поверхности во время деформации от 1.36 до деформации 1.59, когда появилась дополнительная «полосчатая» зона.

#### Выводы по разделу 4.1

1. Исследованы показатели сверхпластичности сплава AA7475 и зеренная структура после отжига и сверхпластической деформации в интервале температур (485-515) °С со скоростью деформации  $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Значение оптимальной скорости деформации, соответствующее максимальной скоростной чувствительности, составило  $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , максимальное относительное удлинение при температуре 500 °С составляет  $350 \pm 10\%$ .

2. Рассчитанная эффективная энергия активации сверхпластической деформации составила 113 кДж/моль, что ниже, чем энергия активации самодиффузии чистого алюминия (142 кДж/моль), но выше значения по границам зерен (84 кДж/моль).

3. Установлено, что в процессе сверхпластической деформации до 0.69 наблюдается деформационное упрочнение, сопровождаемое ростом зерна, как в продольном, так и в поперечном направлении, и удлинением зерна вдоль направления растяжения. При увеличении степени деформации до 1.61 величина напряжения течения на кривых деформации и средний размер зерна практически не меняются.

4. Анализом структуры в просвечивающем электронном микроскопе после разных степеней деформации показано, что на начальной стадии деформации до 0.69 дислокационная активность практически отсутствует при этом появляются зоны свободные от выделений, а при увеличении степени деформации наблюдали зоны свободные от выделений и повышение дислокационной активности, формирование дислокационных стенок и субзерен.

5. Проанализирована эволюция структуры поверхности с нанесенными маркерными сетками на обеих стадиях деформации – начальной и устойчивой. Показано, что вклад зернограницного скольжения зерен составляет 30-40% на начальной стадии и увеличивается до 50-60% на устойчивой стадии деформации. При этом, на начальной стадии деформации наблюдается образование типичных для сверхпластичных материалов «полосчатых» зон на поверхности образца, смена соседей зерен и их вращение, при незначительной внутризеренной деформации. На устойчивой стадии деформации происходит появление зерен на поверхности и их исчезновение, при этом деформация тела зерна увеличивается, вклад внутризеренной деформации достигает 14%.

## 4.2 Сплавы системы Al-Mg

### 4.2.1 Влияние хрома на эволюцию зеренной структуры и механизмов сверхпластической деформации в сплавах типа AA5083

#### 4.2.1.1 Исследование исходной зеренной структуры, показателей сверхпластичности и эффективной энергии активации

Для изучения влияния хрома выбраны сплавы Al5Mg (Al-4.9Mg-0.6Mn) и Al5MgCr (AA5083) (Al-4.9Mg-0.6Mn-0.2Cr) (таблица 2.2 п.2.1.2). Слитки получали литьем, затем проводили термообработку и обработку давлением до получения листа 1 мм толщиной. Сравнение полученных структур обоих сплавов представлено на рис. 4.16. В литом состоянии заметна неоднородность структуры, обусловленная дендритной ликвацией (рис. 4.16 а). После гомогенизационного отжига эта неоднородность устраняется (рис. 4.16 б). Выделяются дисперсные частицы из-за распада пересыщенного раствора. Появляется неоднородность, связанная с повышенной травимостью зон, образованных алюминиды марганца/марганца и хрома. После горячей прокатки зерна вытягиваются вдоль направления прокатки (рис. 4.16 в). После холодной деформации видна однородная структура с дисперсными частицами в обоих сплавах (рис. 4.16 г). В сплаве с хромом частицы более равномерно распределены (рис. 4.16 д), более равноосные и дисперсные (рис.4.16 е), чем в сплаве без добавки хрома.

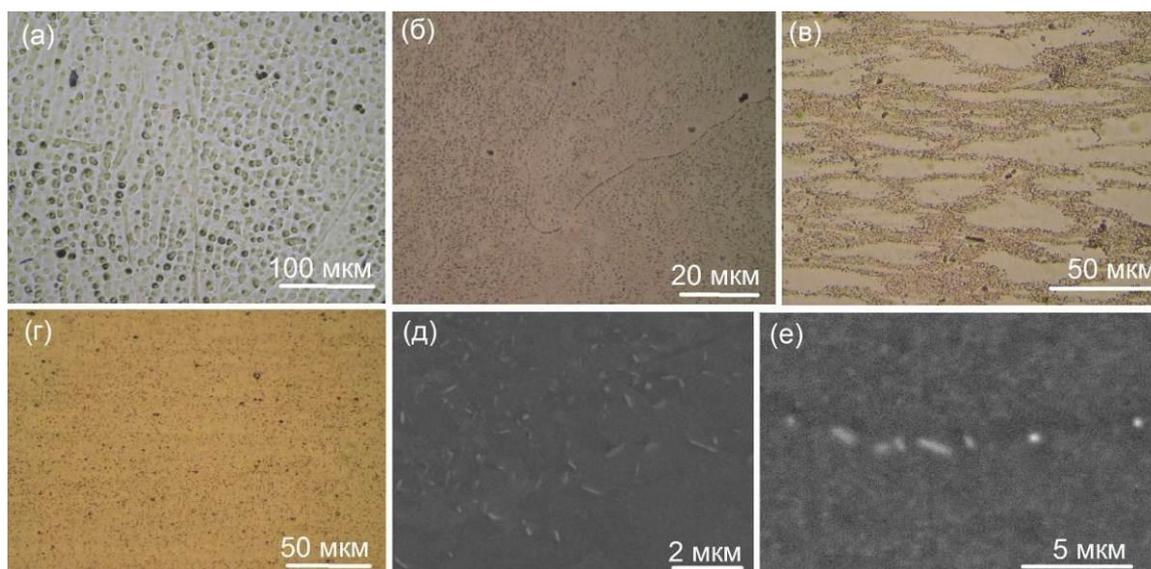


Рисунок 4.16 – Пример структуры, характерный обоим сплавам, в литом состоянии (а) и после гомогенизационного отжига (б), после прокатки в горячую (в) и в холодную (г), дисперсные частицы в сплавах Al5MgCr (д) и Al5Mg (е) после прокатки

Был проведен термоанализ слитков в начале работы для выбора температуры деформации. Определена температура солидуса для обоих сплавов (рис. 4.17), которая составила примерно 575 °С.

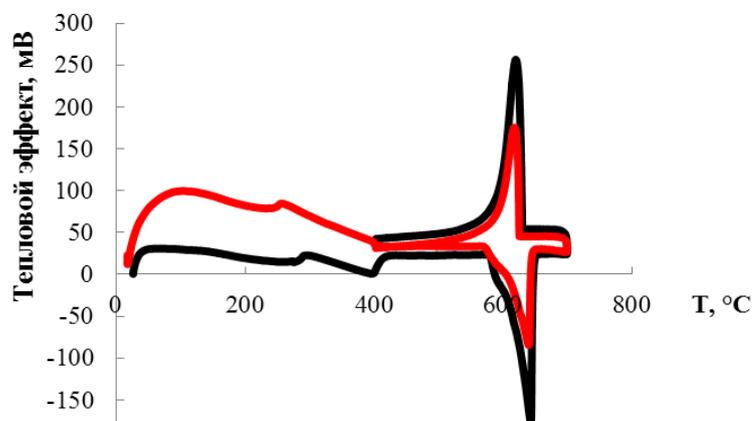


Рисунок 4.17 – Термоанализ сплавов Al5Mg (черная линия) и Al5MgCr (красная линия)

В работе были выбраны температуры от 0.88 от  $T_{пл}$  до 0.98 от  $T_{пл}$  для выбора оптимальной для изучения механизмов СПД. Испытания со ступенчатым изменением скорости деформации проводили при температурах 500 – 560 °С с шагом 10 °С для обоих сплавов. На рисунке 4.18 приведена экспериментальная зависимость напряжения течения от скорости деформации для обоих сплавов. По этим данным построили полулогарифмическую скоростную зависимость показателя скоростной чувствительности  $m$ , показанную на рисунке 4.19.

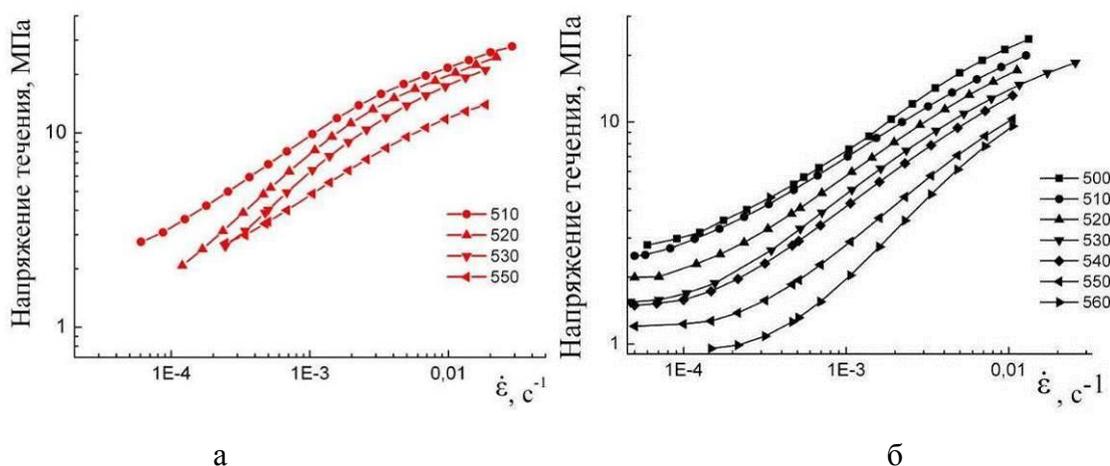


Рисунок 4.18 – Зависимость напряжения течения от скорости деформации для сплавов Al5Mg (а) и Al5MgCr (б) в интервале температур

В сплаве Al5Mg напряжение течения несколько превышает значения, полученные в сплаве Al5MgCr. По графикам зависимости показателя скоростной чувствительности определена оптимальная скорость СПД для сплава Al5Mg –  $5.4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , для сплава Al5MgCr –  $2.3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Для сравнения удобно взять скорость деформации –  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Данная скорость приближена к максимумам показателя  $m$  для обоих сплавов, обеспечивая тем самым наилучшие свойства для сравнения и исследования структурных особенностей и механизмов сверхпластичности.

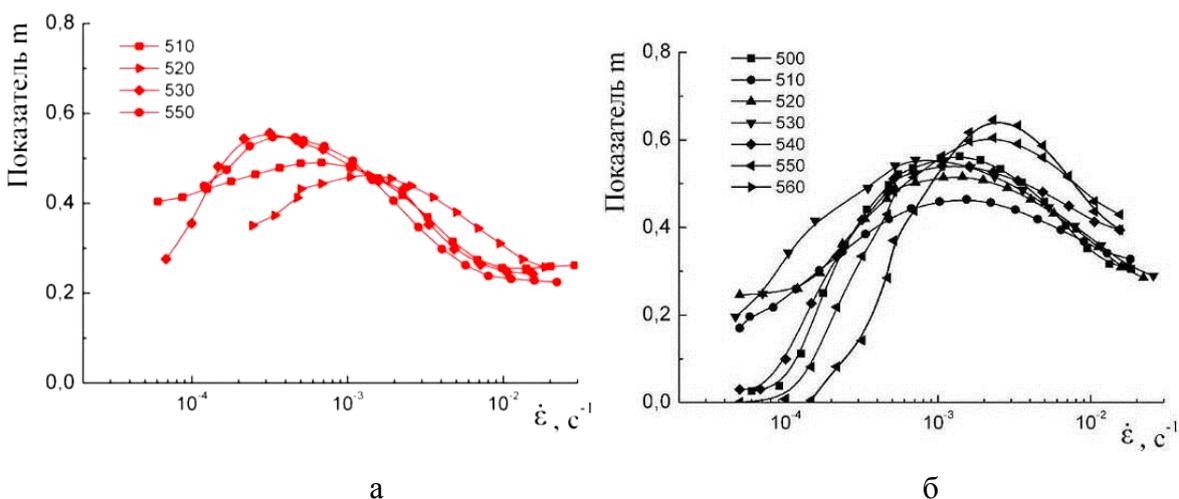


Рисунок 4.19 – Зависимость показателя  $m$  от скорости деформации для сплавов Al5Mg (а) и Al5MgCr (б) в интервале температур

По данным испытаний со ступенчатым изменением скорости и из анализа литературы для испытаний при постоянной скорости деформации была выбрана температура –550 °С. Были проведены испытания с постоянной скоростью деформации равной  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  до разрыва образцов и построены графики зависимости напряжения от степени деформации (рис. 4.20).

Напряжение для обоих сплавов не больше 10 МПа. При температуре 550 °С напряжение в сплаве с добавкой хрома меньше, чем в сплаве без нее, удлинение в Al5Mg не больше 1.1, тогда так в Al5MgCr составляет 1.4 (300 %). При этой температуре в сплавах видна стадия устойчивого течения, когда напряжение слабо зависит от степени деформации. Благодаря добавке хрома в полтора раза возрастает относительное удлинение и в два раза уменьшается величина напряжения.

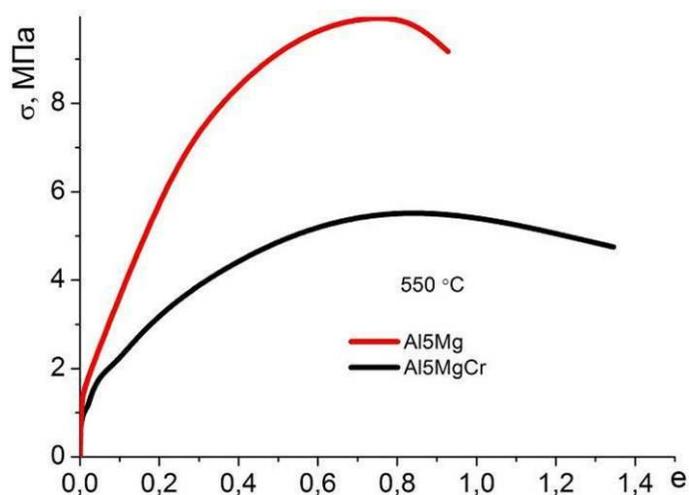


Рисунок 4.20– Зависимость напряжения от степени деформации со скоростью  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при температуре  $550 \text{ }^\circ\text{C}$

Значения эффективной энергии активации деформации посчитанные через параметр Зинера-Холомона представлены в таблице 4.3, значения не сильно различаются при использовании разных моделей расчета и перекрываются в пределах доверительного интервала. Полученные значения несколько выше, чем значение для самодиффузии по телу зерен чистого алюминия ( $142 \text{ кДж / моль [111]}$ ), что можно объяснить влиянием на диффузионные характеристики сплава легирующих элементов и частиц второй фазы. Эффективная энергия активации сверхпластической деформации сплава с хромом больше, чем в сплаве без хрома.

Таблица 4.3 – Эффективная энергия активации сплавов

Сплав	Степенное уравнение			Экспоненциальное уравнение			Уравнение гиперболического синуса		
	$\ln A_1$	$n_1$	Q	$\ln A_2$	$\beta$	Q	$\ln A_3$	$n_2$	Q
Al5Mg	15	1.6	$166 \pm 9$	17.9	0.3	$178 \pm 12$	19	1.2	$172 \pm 9$
Al5MgCr	22	1.8	$209 \pm 10$	20.8	0.4	$198 \pm 9$	24	1.4	$207 \pm 8$

#### 4.2.1.2 Исследование структуры образцов после различных степеней деформации

Сплав с хромом имеет более мелкозернистую структуру после рекристаллизационного отжига при  $550 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 20 минут по сравнению со сплавом без хрома (рис. 4.21–4.22). По результатам анализа в световом микроскопе размер исходного зерна в сплаве без хрома равен ( $12.2 \pm 0.5$ ) мкм в продольном направлении и ( $8.3 \pm 0.3$ ) мкм в поперечном, а в сплаве с хромом ( $9.3 \pm 0.5$ ) мкм в продольном направлении и ( $6.1 \pm 0.2$ ) мкм в поперечном. После 100 % СПД среднее значение размера зерна в сплаве без хрома достигает ( $16.1 \pm 0.5$ ) мкм, а в сплаве

с хромом ( $11.2 \pm 0.4$ ) мкм. Более мелкое, равноосное и стабильное при повышенных температурах зерно в сплаве с хромом обуславливает его лучшие показатели сверхпластичности.

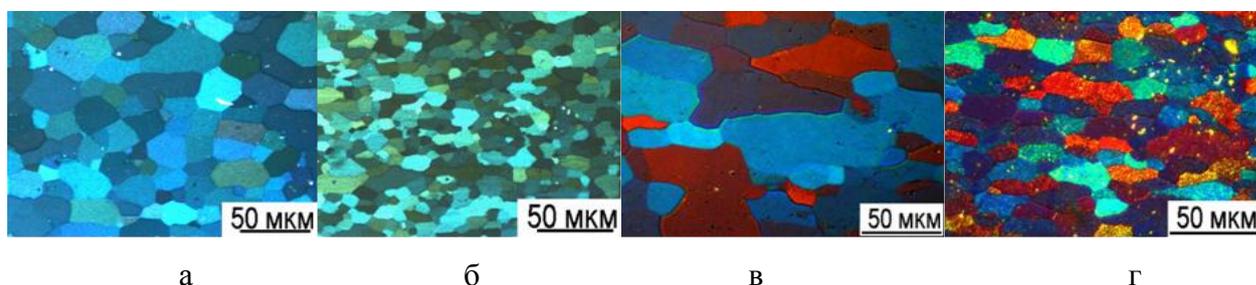


Рисунок 4.21 – Структура сплавов Al5Mg (а, в) и Al5MgCr (б, г) после 20 минут отжига при температуре 550 °С (а, б) и после 100 % сверхпластической деформации (в, г) (направление прокатки и ось растяжения при СПД горизонтальны)

На рисунке 4.22 представлена динамика изменения размера зерна в сплавах во время отжига и в процессе СПД при температуре 550 °С и скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , шаг деформации 50 %. Средний размер зерна в сплаве Al5Mg непрерывно растет во время деформации вдоль и поперек направления растяжения (рис. 4.22 а), во время отжига зерно интенсивнее растет поперек направления прокатки.

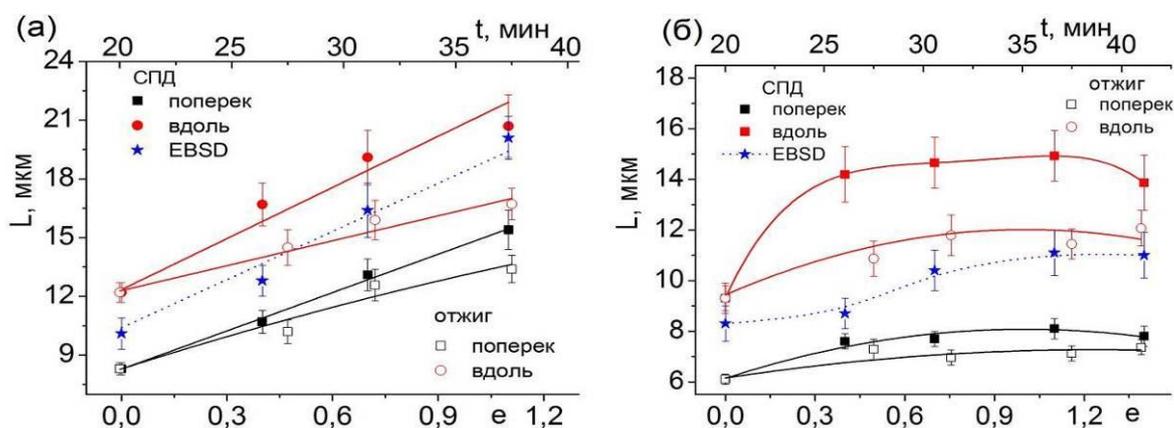


Рисунок 4.22 – Эволюция среднего размера зерна от степени деформации и времени отжига в Al5Mg (а) и Al5MgCr (б) при 550 °С

В сплаве Al5MgCr за первые 0.4 (50 %) деформации размер зерна увеличивается в продольном направлении, при этом почти нет поперечного роста. Далее до 1.4 удлинения рост зерна в направлении оси деформации прекращается. При длительном времени выдержки при отжиге зерно парактически не растет (рис. 4.22 б). Слабый рост зерна в сплаве

с хромом при отжиге позволяет сделать вывод о стабильной структуре и меньшей склонности к динамическому росту, по сравнению со сплавом без хрома.

Увеличение размера зерна в сплаве Al5Mg идет более интенсивно, чем в сплаве Al5MgCr. В присутствии хрома средний размер зерна мало меняется при отжиге по всем направлениям измерений, и также мало меняется при измерении поперек направления прокатки во время сверхпластической деформации. Таким образом, добавка 0.2 % Cr в сплав стабилизирует рекристаллизованное зерно и при отжиге, и при сверхпластической деформации благодаря сдерживанию границ зерен частицами дисперсоидов.

Изучали зеренную структуру сплавов до и после СПД в сканирующем микроскопе с EBSD-приставкой (рис. 4.22-4.23). Получили данные об изменении размера зерна в процессе СПД, сравнили с размером зерна, посчитанным после оксидирования (пунктир на рис. 4.22). Средний размер зерна, полученный двумя способами, совпадает в сплаве без хрома в пределах ошибки. Небольшие различия в размере зерна, полученном разными методами, могут быть связаны также с появлением мелких зерен во время СПД, которые не выявляет оксидирование, но выявляет EBSD анализ, имеющий большую разрешающую способность. EBSD-анализ подтверждает предыдущие данные о большей стабильности зерна в сплаве с добавкой хрома.

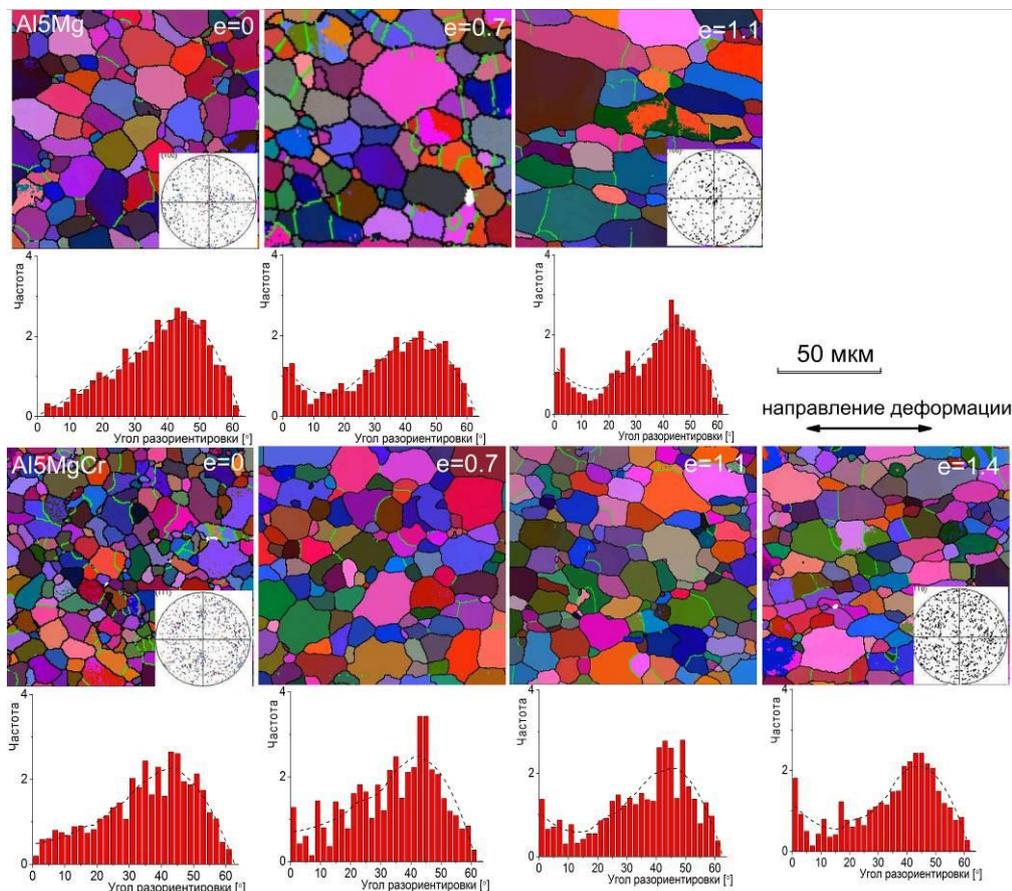


Рисунок 4.23 – EBSD-карты зеренной структуры образцов до и после СПД

На рисунке 4.23 представлены EBSD-карты, где высокоугловые границы, обозначены черным цветом, а малоугловые границы – зеленым цветом. Видно, что с увеличением степени сверхпластической деформации в обоих сплавах зерна вытягиваются вдоль направления растяжения. При увеличении степени СПД появляется все большее количество субграниц, направленных под углом  $45^\circ - 90^\circ$  к оси деформации. Количество доли субзерен в сплаве Al5Mg 15 %, остается постоянным в процессе деформации. В Al5MgCr меняется – с 17 % до 34 %. Появление субграниц также подтверждается анализом дислокационной структуры. Заметно, что при одинаковой степени сверхпластической деформации в сплаве с добавкой хрома количество малоугловых границ больше, чем в сплаве без хрома. Появление малоугловых границ в зернах говорит о прохождении динамической полигонизации. Полюсные фигуры, построенные по данным EBSD-анализа не выявили острой текстуры в обоих сплавах. Динамика изменения разориентировки зерен в процессе СПД не меняется в обоих сплавах – основной угол разориентировки  $45^\circ$ .

#### 4.2.1.3 Анализ структуры при помощи просвечивающей электронной микроскопии

В исходных образцах и образцах после СПД анализировали дислокационную структуру в просвечивающем микроскопе (рис. 4.24). В сплаве Al5Mg средний размер частиц равен  $(85.3 \pm 1.8)$  нм, в сплаве Al5MgCr –  $(37.8 \pm 7.2)$  нм.

Видно, что в исходных образцах плотность дислокаций мала, дислокации расположены хаотично, в некоторых случаях дислокации скапливаются вокруг частиц. После 0.7 деформации количество дислокаций увеличивается, в сплаве без хрома дислокации начинают выстраиваться в «стенки», в сплаве с хромом они только «задерживаются» на частицах. После 1.1 СПД в сплаве Al5MgCr значительно увеличивается плотность дислокаций, идет интенсивное выстраивание в дислокационные стенки, что говорит о протекании процессов полигонизации и возможности появления субзерен. В сплаве Al5Mg при 200 % (1.1) большая плотность дислокаций, хаотично распределенных по всему объему зерен. В сплаве Al5Mg после 100 % (0.7) СПД, а в сплаве Al5MgCr после 200 % (1.1) развивается пористость в образцах.

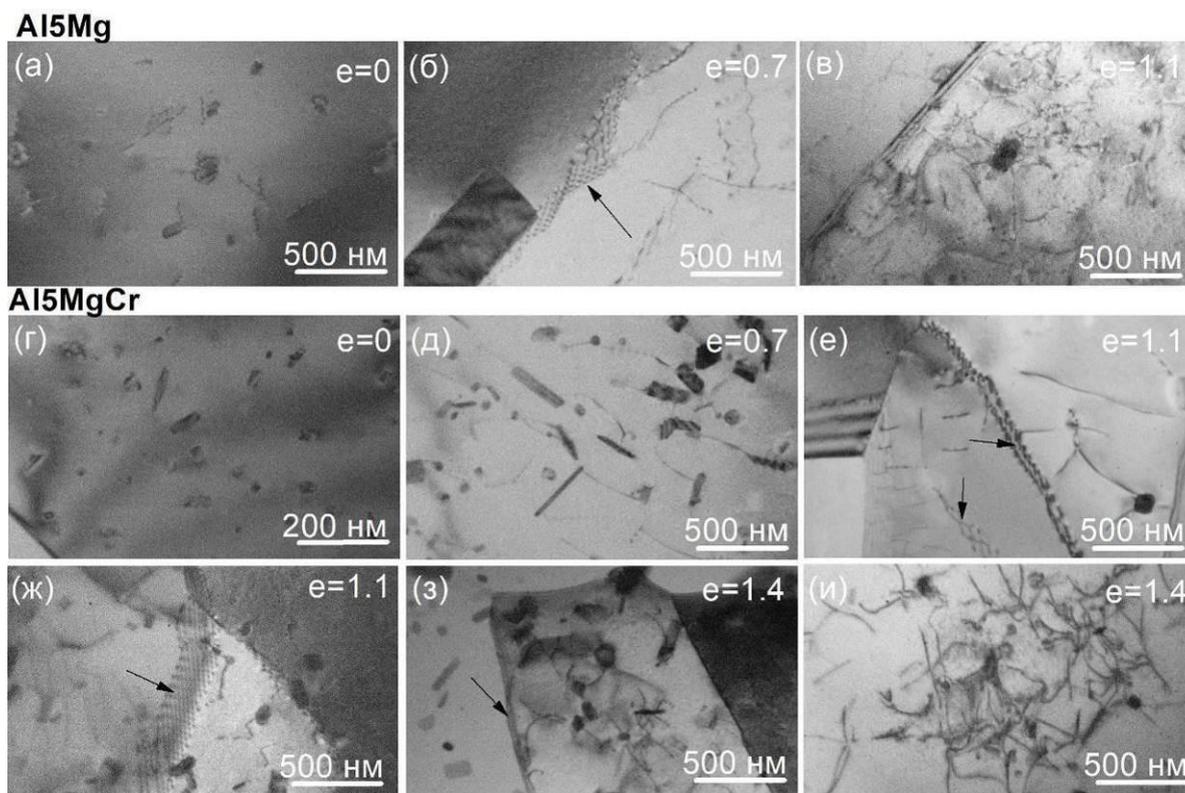


Рисунок 4.24– Дислокационная структура в процессе деформации

#### 4.2.1.4 Исследование механизмов СПД при помощи маркерных царапин

Для изучения механизмов сверхпластической деформации на полированную поверхность наносили параллельные поперечные царапины, для рассмотрения динамики структурных изменений, рассматривали области около маркера. Исходные поверхности и поверхности после деформации были сфотографированы во всех экспериментах в световом и в сканирующем электронном микроскопах. Пример исходных маркеров и поверхность после деформации представлены на рисунке 4.25. По маркеру определяли истинную деформацию образцов во всех экспериментах. Из двух вариантов алмазной пасты для сканирующего электронного микроскопа оптимальными оказались царапины, нанесенные трехмикронной алмазной пастой, так как они не размывались после деформации.

На рисунке 4.25 представлена поверхность Al5Mg и Al5MgCr после небольшой деформации 0.1-0.5. Уже после небольшой деформации на поверхности образцов возникает характерный рельеф вдоль границ зерен, однако в сплаве с добавкой хрома рельеф практически незаметен, тогда как в сплаве без хрома рельеф существенен, в световом микроскопе сложно поймать фокус. Проявление рельефа ярко выражено на снимках в световом микроскопе в виде широких, темных полос на границах зерен.

Выявленная зеренная структура на поверхности совпадает с размером зерна в объеме, что видно на примере сплава Al5Mg (рис. 4.25 г-д). В сплаве Al5Mg после отжига 550 °С 20 минут средний размер зерна ( $10.3 \pm 0.5$ ) мкм, после деформации 0.1 – ( $11.9 \pm 0.3$ ) мкм. Можно сделать вывод, что деформация при СПД в обоих сплавах локализована у границ зерен. Деформация идет однородно во всей рабочей части образцов.

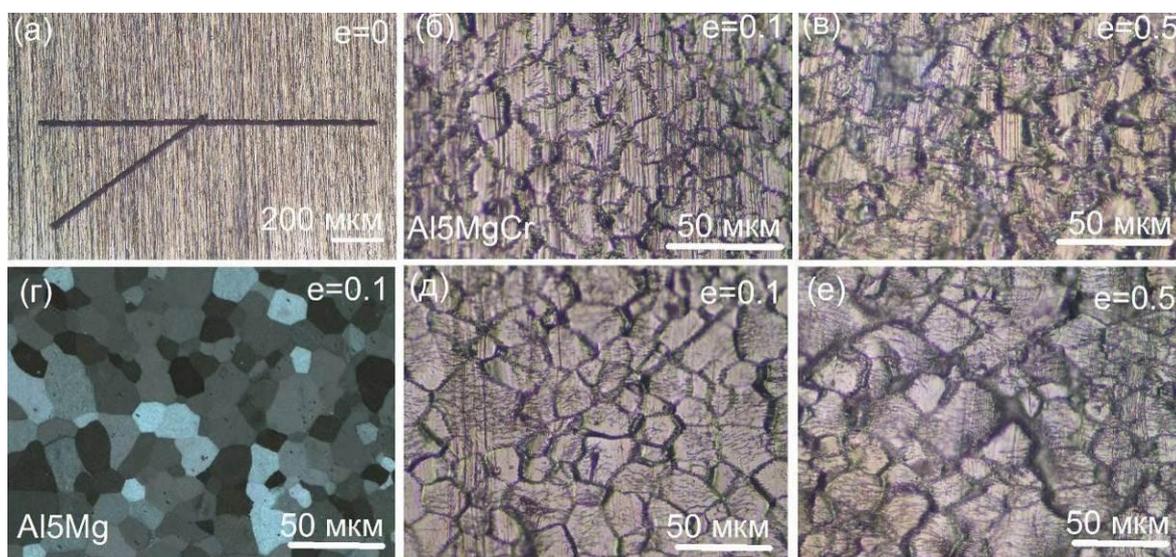


Рисунок 4.25 – Пример макро-маркера в исходных образцах (а) и после деформации 0,1 (б, д) и 0,5 (в, е) в световом микроскопе в прямом свете и в поляризованном (г) в сплавах Al5MgCr (б, в) и Al5Mg (г-е)

В образцах оценивали вклад ЗГС в общую деформацию по смещениям поперечных царапин в СЭМ, пример представлен на рисунках 4.26-4.27. Смещения царапин в сплаве без добавки хрома и развороты зерен заметны уже на первых ступенях деформации, в сплаве с хромом при малых степенях деформации царапины только изгибаются. При увеличении степени деформации количество смещений увеличивается, царапины смещаются на большую величину.

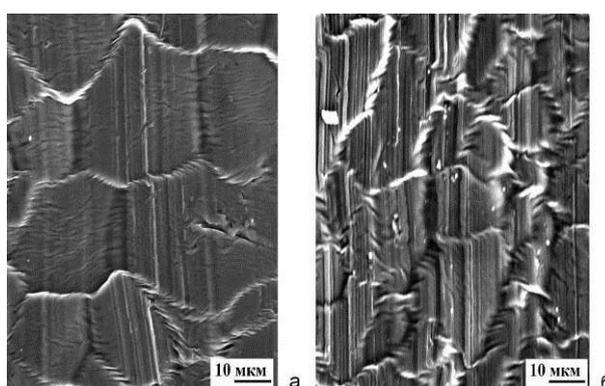


Рисунок 4.26 – Смещения царапин в сплавах Al5Mg (а) и Al5MgCr (б) после 0,14

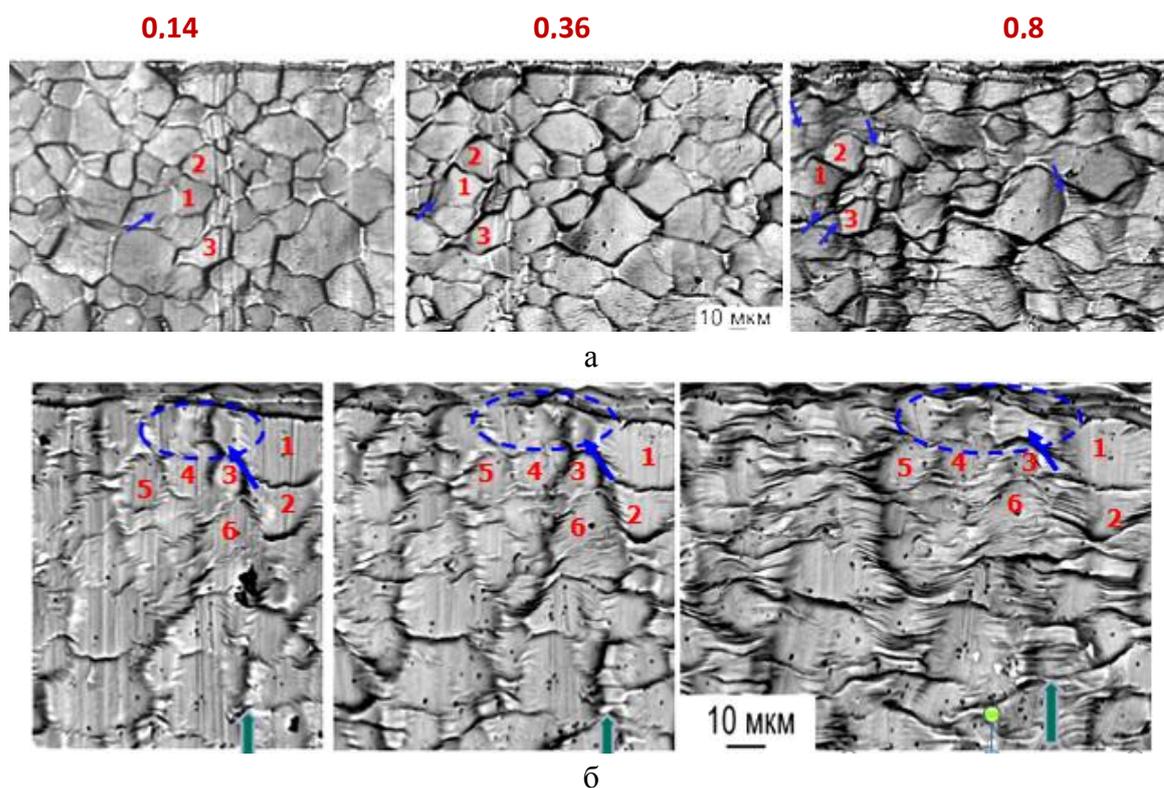


Рисунок 4.27 – Изменение структуры поверхности сплавов Al5Mg (а) и Al5MgCr (б) во время последовательной сверхпластической деформации 0.14; 0.36; 0.8 со скоростью  $10^{-3} \text{ c}^{-1}$  при температуре  $550 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Деформация в обоих сплавах локализуется около границ зерен, что проявляется складках оксида на поверхности. Однако в сплаве без хрома уже после деформации 0.36 наблюдается складчатый рельеф и в теле зерен, что приводит к некоторому размытию царапин, в сплаве с хромом такого рельефа не наблюдали даже после 0.8 накопленной деформации, тело зерна оставалось гладким.

В сплаве без хрома (рис. 4.27 а) наблюдается вытягивание зерен, слабое смещение по границам и развороты зерен. При этом деформация происходит во всем объеме зерна, о чем свидетельствует появление множества складок оксида на поверхности и исчезновение мелких царапин внутри зерен. На поверхности образцов наблюдали так же появление новых границ зерен в процессе деформации.

В сплаве с хромом (рис. 4.27 б) деформация локализуется вдоль границ, где формируется большое число складок на поверхности, при этом маркерные царапины сохраняются на поверхности образца, исчезая только в сильно деформированных участках в области границ зерен. Т.е. здесь не наблюдаем деформации всего зерна. После 0.8 накопленной деформации мы наблюдали очень широкие складчатые области (стрелки на рис. 4.27), а так же появление в отдельных участках новых границ зерен.

Был посчитан относительный вклад ЗГС (рис. 4.28). В сплаве Al5Mg вклад ЗГС составил 26 %, а в сплаве Al5MgCr – 14 % после первых 0.14. В процессе деформации доля вклада ЗГС в общую деформацию уменьшается. После 0.8 она составила менее 5 %, однако, такое уменьшение вклада ЗГС может быть следствием существенных размытий царапин в приграничном объеме, когда трудно проследить эволюцию царапины.

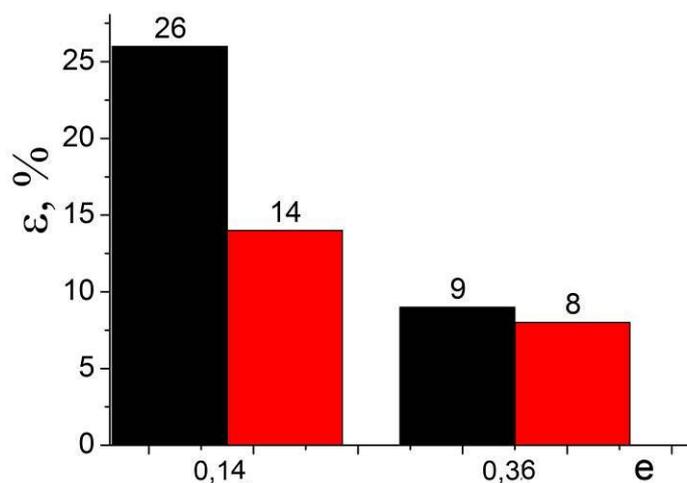


Рисунок 4.28 – Вклад ЗГС в общую деформацию: красный столбец – Al5Mg, черный – Al5MgCr

Для сравнения влияния скорости и определения зависимости вкладов механизмов сверхпластической деформации проводили испытания при дополнительной скорости деформации, соответствующей максимальным значениям скоростной чувствительности для каждого из сплавов - в сплаве Al5Mg  $5.4 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ , в сплаве Al5MgCr –  $2.3 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ .

Поверхности после деформации 0,14 при оптимальных скоростях представлены на рис. 4.29. При скорости  $5.4 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  поверхность сплавов сильно различается, складки в сплаве без хрома расположены под углом  $45^\circ$  к оси деформации, возможен большой вклад диффузионной ползучести, в сплаве с хромом поверхность аналогичная как при других скоростях, возможен большой вклад дислокационной ползучести. Видно, что при скорости  $2.3 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  складчатые области в обоих сплавах расположены по границам зерен.

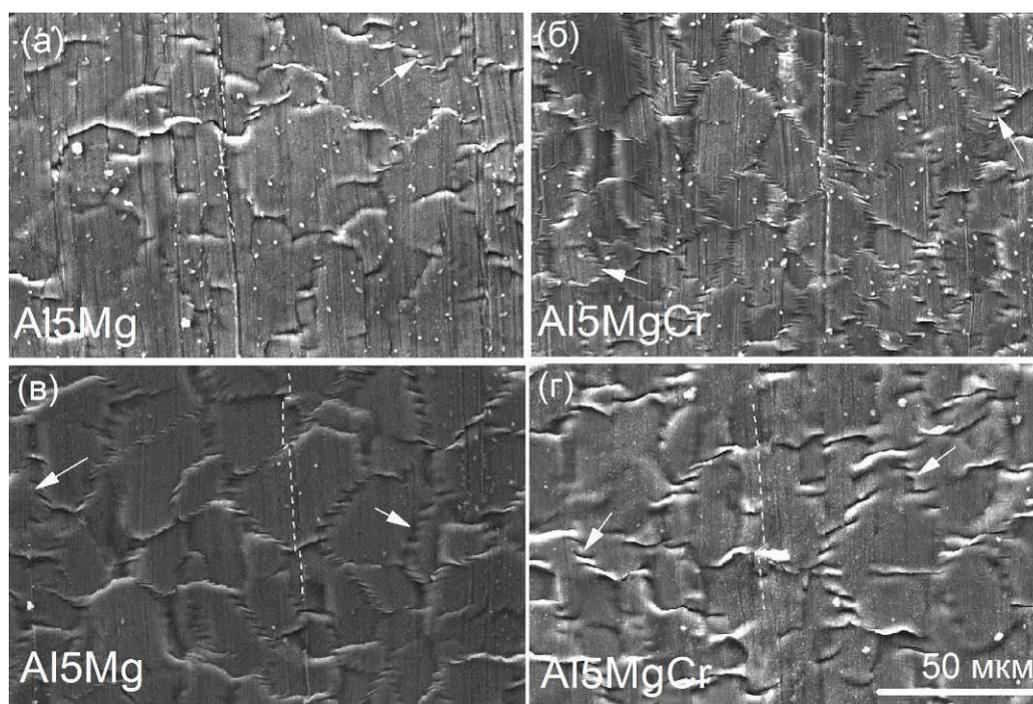


Рисунок 4.29 – Рельеф поверхности сплавов Al5Mg (а, в) и Al5MgCr (б, г) при скоростях  $5.4 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  (а-б) и  $2.3 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (в-г) после 0.14

В таблице 4.4 приведена сравнительная характеристика вклада ЗГС, посчитанного по смещению маркерных царапин после деформации 0.14 при разных скоростях при температуре 550 °С для сплавов. Заметно, что при всех скоростях вклад ЗГС в пределах ошибки одинаковый. Несколько большие значения наблюдали в сплаве без хрома при пониженных скоростях деформации. Следовательно, скорость деформации не влияет на вклад зернограницного скольжения на начальной стадии деформации.

Таблица 4.4 – Сравнительная таблица вклада ЗГС при разных скоростях

Деформация за счет ЗГС по смещениям царапин после 0.14	Скорость деформации, $\text{c}^{-1}$					
	$5.4 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$		$1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$		$2.3 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$	
	Al5Mg	Al5MgCr	Al5Mg	Al5MgCr	Al5Mg	Al5MgCr
	0.026±0.008	0.019±0.008	0.035±0.018	0.018±0.008	0.017±0.005	0.020±0.005

#### 4.2.1.5 Исследования механизмов СПД при помощи маркерной сеточки

Исследование механизмов СПД проводили после нанесения маркерной сетки при помощи ФИП метода на образцах сплавов Al5Mg и Al5MgCr при температуре 550 °С и скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ . Проводили последовательную деформацию на 11 % (0.07), 36 % (0.31), 46 % (0.37).

В СЭМ снимали панораму поверхности образцов с маркерной сеткой и затем рассчитывали вклады механизмов СПД по смещению царапин. Поверхность образцов, полученная в сканирующем микроскопе во вторичных электронах, представлена на рисунке 4.30. Смещения царапин в Al5Mg заметны уже на первых ступенях деформации, в сплаве с хромом при малых степенях деформации царапины только изгибаются. С увеличением деформации смещения царапин увеличиваются в обоих сплавах, появляются широкие складчатые зоны, происходит разворот зерен. В обоих сплавах происходит деление зерен (пример зерно А на рис. 4.30 а-в) или вовлечение новых границ зерен в процесс ЗГС, что позволяет обнаружить границы.

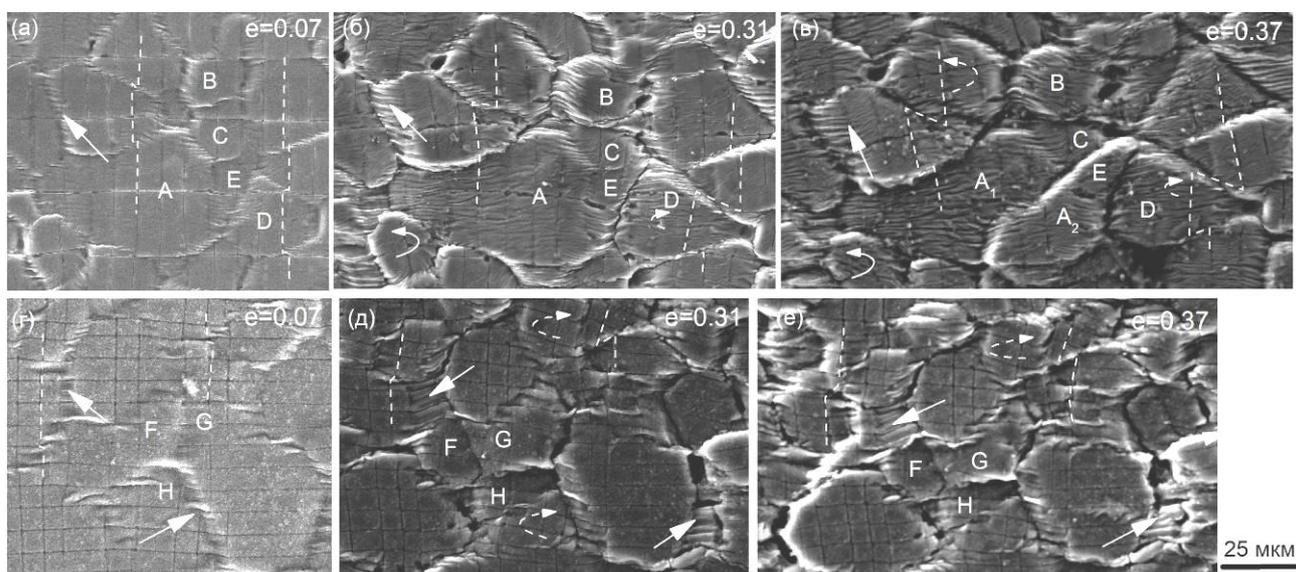


Рисунок 4.30 – Изменение поверхности с маркерными сетками во время деформации в сплаве Al5Mg (а-в) и Al5MgCr (г-е)

Вклад ЗГС включается в себя смещение и разворот зерен. В сплаве Al5MgCr вклад ЗГС по смещениям линий (таблица 4.5) составляет примерно 10 % после первых 0.07 (11 %) деформации и процессе деформации доля вклада в общую деформацию в пределах ошибки не меняется. В сплаве без хрома вклад ЗГС составил 43 % после 0,07 деформации, а при последующей деформации уменьшается до 24 %. Уменьшение вклада ЗГС можно связать с динамическим ростом зерна и вовлечением в деформацию внутризеренной деформации в более крупнозернистом материале. Таким образом, вклад ВДС наиболее существенен в сплаве без хрома, что заметно в размытии маркеров в теле зерна, а с хромом такого размытия нет, расстояние между маркерами меняется слабо. Данные значения близки с посчитанным вкладом ЗГС, найденным по маркерным царапинам, которые были нанесены алмазной

пастой. Разворот зерен в сплаве Al5Mg растёт от 14 % при 0.07 до 38 % при 0.37 (46 %), а в сплаве с добавкой хрома остается на уровне 30 %.

Таблица 4.5 – Сводная таблица измеренных вкладов механизмов СПД

Сплав	Деформация	ЗГС по смещениям линий сетки		Внутризеренная деформация по изменению сетки		ДП по ЗСВ
		$\epsilon$	$\gamma_{ЗГС}, \%$	$\epsilon$	$\gamma_{ВДС}, \%$	
Al5Mg	0.07	0.03±0.01	43	0.03±0.03	43	–
	0.31	0.05±0.01	16	0.12±0.03	39	–
	0.37	0.09±0.01	18	0.15±0.04	41	–
Al5MgCr	0.07	0.01±0.01	14	0.02±0.01	28	–
	0.31	0.03±0.01	10	0.06±0.03	20	–
	0.37	0.03±0.01	8	0.09±0.04	24	0.22±0.04/60%

Диффузионную ползучесть возможно оценить по формированию и эволюции зон свободных от выделений (рис. 4.31). В сплаве без добавки хрома зон свободных от выделений не обнаруживается из-за меньшей плотности дисперсных частиц маргацовистой фазы, когда как в сплаве с добавкой хрома видны широкие зоны свободные от выделений. Чаще всего ЗСВ образуются на поперечных границах и в тройных стыках зерен, что говорит о протекании диффузионных процессов, как аккомодационного механизма ЗГС. Доля ЗСВ увеличивается при увеличении степени деформации, по расчетам вклад ДП тоже увеличивается с увеличением деформации.

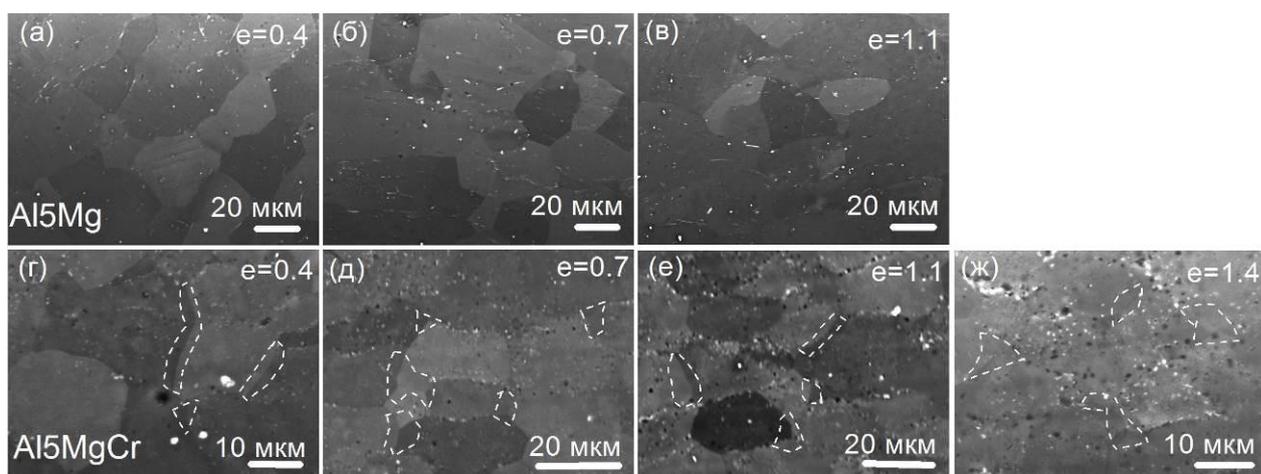


Рисунок 4.31 – Изменение структуры в СЭМ в процессе деформации сплавов Al5Mg (а-в) и Al5MgCr (г-ж)

Вклад ЗГС, посчитанный разными способами, практически совпадает в пределах ошибки. Суммарно посчитанные вклады на начальном этапе деформации составляют 100 % в пределах ошибки, однако с увеличением степени деформации сумма вкладов ВДС и ЗГС уменьшается, это возможно объяснить вкладом роста зерна за счет миграции границ зерен в удлинение при деформации и увеличением роли диффузионной ползучести и приграничной дислокационной ползучести, когда их точное определение затруднено.

#### 4.2.1.6 Использование ионного микроскопа

Для исследования поверхности образцов и приповерхностных слоев использовали ФИП микроскоп. В ФИПе на поверхности образца сплава Al5Mg появляется зубчатый рельеф вдоль границ зерен (рис. 4.32 а), который менее заметен в сплаве с хромом (рис. 4.32 в). В сканирующем микроскопе таких границ не наблюдали. Зубчатые границы проходят по складкам оксида, вероятно, это места разрушения оксида над границей зерна при деформации – начало образования складок оксида.

Методом ионного травления (FIB) была проанализирована структура в зонах широких складчатых областей. Видно, что складчатость совпадает с существованием рельефа (рис. 4.32 б, г). Складчатая область, обозначенная с двух сторон границей, принадлежит одному зерну. Под складчатой областью проходит граница зерна (рис. 4. 32 б, г) и наблюдаются зоны свободные от выделений. При EDS-сканировании в таких зонах наблюдается отсутствие марганца.

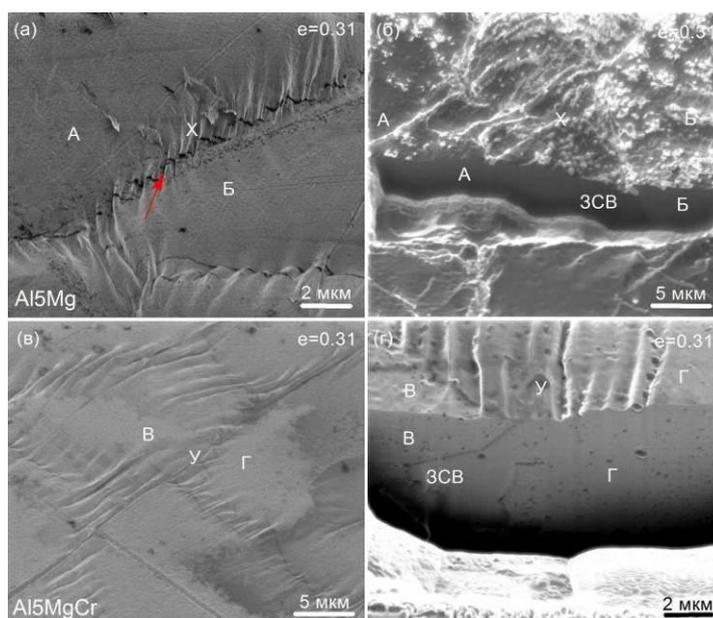


Рисунок 4.33 – Поверхность сплавов Al5Mg (а) и Al5MgCr (в) и приповерхностный слой после ФИП разреза Al5Mg (б) и Al5MgCr (г) (ФИП микроскоп)

#### 4.2.2 Сравнение изменения эволюции структуры и механизмов сверхпластической деформации в сплавах с разным содержанием магния

Для сравнения изменения структуры в процессе деформации и вклада механизмов сверхпластической деформации в зависимости от содержания магния были выбраны сплавы Al5MgCr, Al6MgCr, Al8MgCr (Al-4.9%Mg-0.6%Mn-0.2Cr, Al-6.8%Mg-0.6%Mn-0.2Cr, Al-7.6%Mg-0.6%Mn-0.2Cr, таблица 2.2 п.2.1.2). Исходная литая структура аналогична для всех сплавов, отличие в содержании магния. На рисунке 4.34 представлен пример литой структуры для сплава Al5MgCr. В литом состоянии структура всех сплавов представлена твердым раствором на основе алюминия и неравновесной эвтектикой (Al + Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>) (рис. 4.34 а). Кроме того, наблюдали частицы фаз кристаллизационного происхождения (светлые включения на рис. 4.34 а и б), содержащие марганец, железо и хром, размерами не более 1.5 мкм и объемной долей менее 2%. После гомогенизационного отжига (рис. 4.34 б) происходит растворение неравновесной структурной составляющей, выравнивание состава твердого раствора (рис. 4.34 в и г) и выделение дисперсных хромомарганцовистых частиц фазы Al<sub>6</sub>(Mn,Cr) [70].

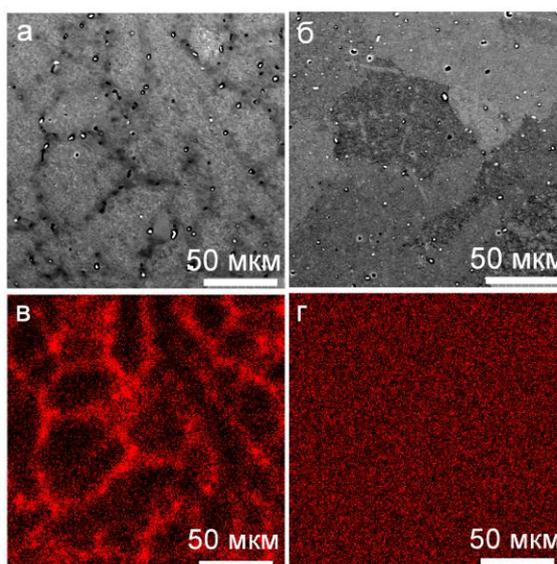


Рисунок 4.34 – Микроструктура сплавов на примере Al5MgCr в литом (а), гомогенизированном (б) состояниях (СЭМ), распределение Mg в литом (в) и гомогенизированном состояниях (г)

Для определения показателей сверхпластичности для всех сплавов проводили испытания со скачковым повышением скорости. Графики зависимости напряжения и

показателя скоростной чувствительности  $m$  в сплаве Al5MgCr представляют собой кривые с типичной для сверхпластичных сплавов формой (4.18-4.19).

В интервале сверхпластичности также построены графики для сплава Al6MgCr (рис. 4.35). Величина напряжения снижается с увеличением температуры с 480 до 520 °С, и наиболее существенно снижается при 540 °С. Наибольшая скоростная чувствительность наблюдается при температурах 520 и 540 °С в интервале скоростей  $8 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  до  $2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ .

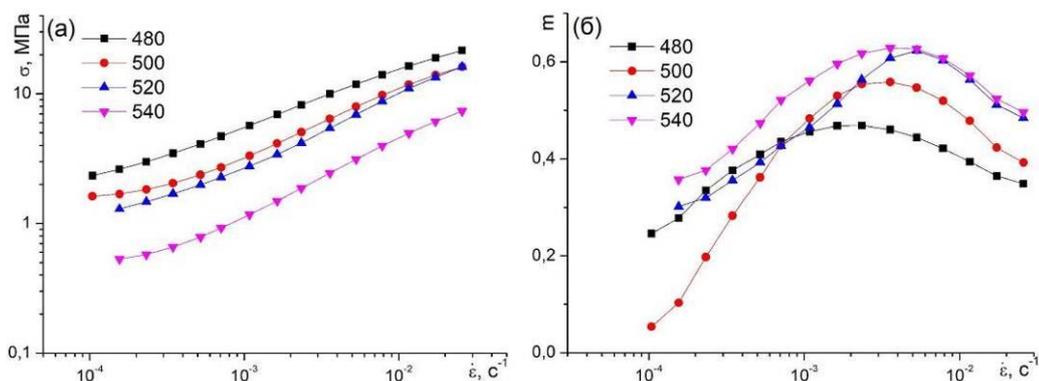


Рисунок 4.35 – Зависимость напряжения (а) и показателя скоростной чувствительности  $m$  (б) от скорости деформации в сплаве Al6MgCr в интервале температур

Аналогично сплавам Al5MgCr и Al6MgCr были проведены испытания со скачковым повышением скорости в интервале температур для сплава Al8MgCr, также были построены графики зависимости напряжения и показателя  $m$  от скорости деформации (рис. 4.36). Для сплава характерен более узкий скоростной интервал сверхпластичности. Наилучшие свойства должны достигаться при температуре (510 - 520) °С в интервале скоростей деформации  $(2 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-2}) \text{ с}^{-1}$  с максимальной скоростной чувствительностью при  $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

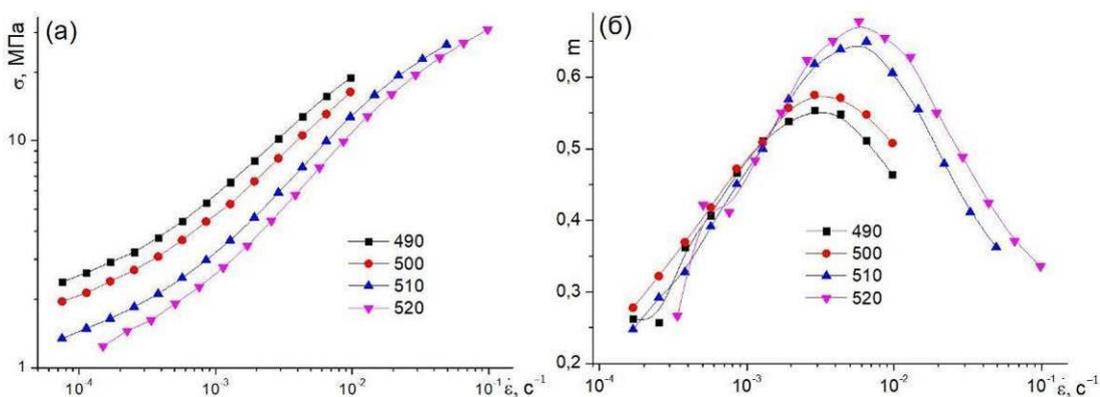


Рисунок 4.36 – Зависимость напряжения (а) и показателя скоростной чувствительности  $m$  (б) от скорости деформации в сплаве Al8MgCr

Эффективная энергия активации была определена по степенному, экспоненциальному и гиперболическому законам (см. Главу 1 п.1.5) и представлена в таблице 4.6. Уравнение (3) имеет вид степенной функции и используется обычно для моделирования горячей деформации при более низких значениях напряжения, чем экспоненциальная зависимость (4), а уравнение гиперболического синуса (5) может быть использовано во всем диапазоне напряжений. Для вычисления энергии активации была использована только линейная часть кривых напряжение-скорость деформации.

Таблица 4.6 – Эффективная энергия активации сплавов Al5MgCr, Al6MgCr и Al8MgCr

Сплав	Q, кДж/моль		
	Степенное уравнение	Экспоненциальное уравнение	Уравнение гиперболического синуса
Al5MgCr	209±10	198±9	207±8
Al6MgCr	206±23	179±19	205±25
Al8MgCr	253±17	247±24	248±19

В нашем случае в пределах ошибки определения величина эффективной энергии активации одинакова при использовании разных моделей ее определения и составляет примерно 200 кДж/моль в Al5MgCr и Al6MgCr, а в сплаве Al8MgCr энергия активации еще больше и составляет примерно 250 кДж/моль. Все значения существенно выше, чем энергия активации самодиффузии чистого алюминия – 142 кДж/моль [111]. Повышенное значение энергии активации по сравнению с энергие активации самодиффузии по телу зерен чистого алюминия можно объяснить замедлением диффузии из-за искажения решетки атомами магния при образовании твердого раствора, взаимодействия дислокаций с примесными атомами и частицами хромомарганцовистой фазы, способных препятствовать как перемещению дислокаций, так и зернограничному скольжению. Высокое значение энергии активации может быть косвенным признаком механизма как диффузионной, так и дислокационной ползучести, и поскольку при  $T > 0.5T_{пл}$  возможен диффузионный механизм движения дислокаций.

Структура образцов после рекристаллизационного отжига в течение 20 мин при одной гомологической температуре  $0,97T_{пл}$  представлена на рисунке 4.37. Средний размер зерна в продольно поперечной плоскости усредненный по двум направлениям в сплаве Al5MgCr при температуре 550С составляет  $(7.7 \pm 0.5)$  мкм (рис. 4.37 а), в сплаве Al6MgCr при температуре 520 °С –  $(6.5 \pm 0.3)$  мкм (рис. 4.37 б), в сплаве Al8MgCr при температуре 510 °С –  $(6.9 \pm 0.4)$  мкм (рис. 4.37 в). Во всех сплавах исходная структура микрозеренная, с увеличением содержания магния от 4.9 до 6.8% приводит к уменьшению среднего размера

зерна при одинаковой технологии получения заготовок. Дальнейшее увеличение содержания магния с 6.8 до 7.6 % практически не сказывается на среднем размере зерна.

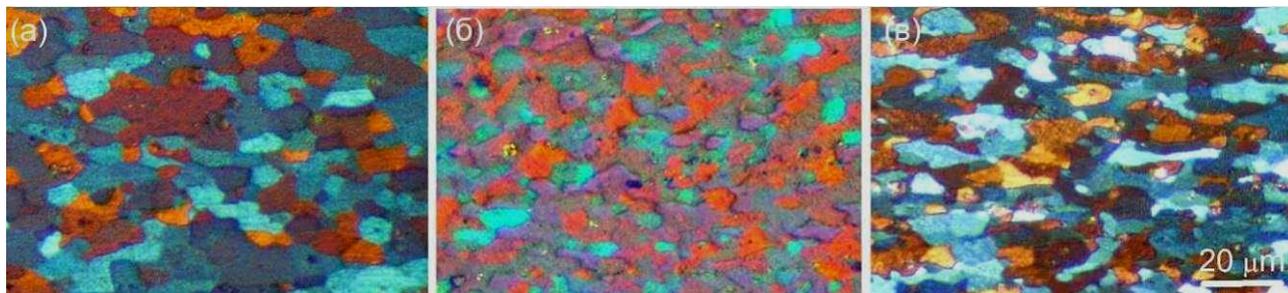


Рисунок 4.37 – Размер зерна после отжига при разных температурах в течение 20 мин в сплавах Al5MgCr (а), Al6MgCr (б), Al8MgCr (в)

В просвечивающем электронном микроскопе получили фотографии структуры сплавов до деформации, после отжига перед началом деформации (рис. 4.38). Дисперсные частицы имеют средний размер около 40 нм (с разбросом по размерам от 9 до 113 нм, и равную объемную долю - около 4%, оценка без учета толщины фольги, рис. 4.38). Дислокаций практически нет ни в теле зерен, ни вблизи их границ.

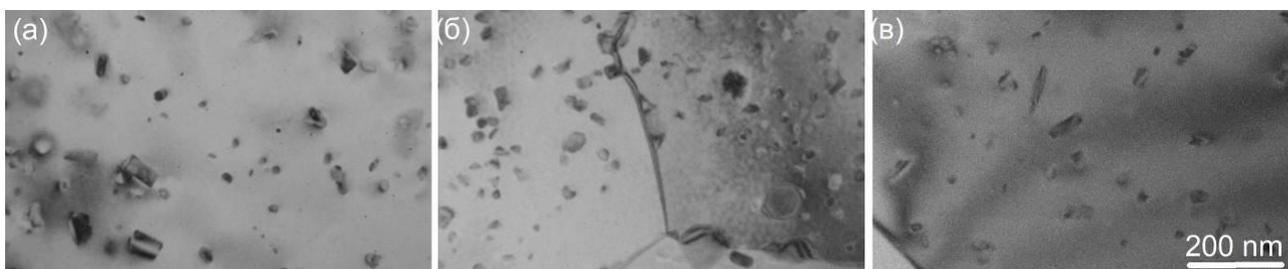


Рисунок 4.38 – Частицы после отжига при температурах 550 °C (а), 520 °C (б), 510 °C (в) в течение 20 мин в сплавах Al5MgCr (а), Al6MgCr (б), Al8MgCr (в)

На рисунке 4.39 показаны сравнительные зависимости напряжения и показателя  $m$  от скорости деформации. В зависимости от количества магния форма кривой напряжение-скорость не значительно меняется. Показатель  $m$  достаточно высокий для всех сплавов, с увеличением содержания магния благодаря более мелкозернистой структуре показатель скоростной чувствительности растет, его максимум сдвигается в сторону больших скоростей.

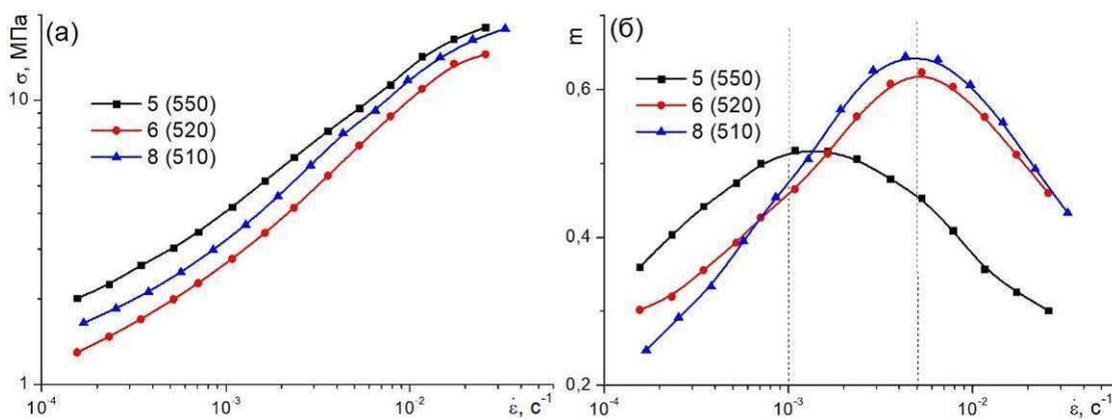


Рисунок 4.39 – Зависимость напряжения и показателя скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации в сплавах Al5MgCr (5), Al6MgCr (6), Al8MgCr (8)

Были выбраны температуры и оптимальные скорости деформации: для сплава Al5MgCr – 550 °C и 1·10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>, для Al6MgCr – 520 °C и 5·10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>, для Al8MgCr выбраны – 510 °C и 5·10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>. По результату испытаний с постоянной скоростью деформации были построены зависимости напряжения от степени деформации (рис. 4.40 а). Относительное удлинение до разрушения составило 300±10% ( $\epsilon=1.4$ ), 350±8% ( $\epsilon=1.6$ ) и 430±20% ( $\epsilon=1.7$ ) соответственно. Напряжение течения закономерно зависит от размера зерна, так как определяется еще и составом твердого раствора и абсолютным значением температуры и скорости деформации.

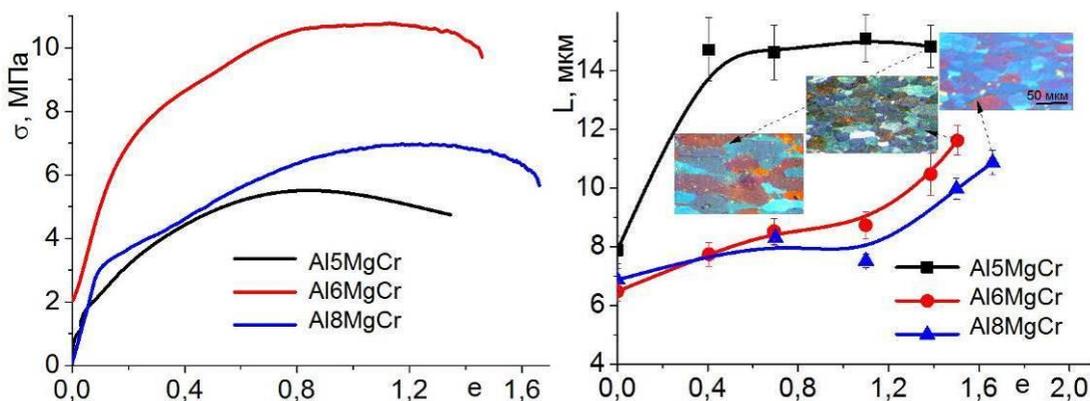


Рисунок 4.40 – Зависимость напряжения (а) и изменение размера зерна (б) от степени деформации в сплавах Al5MgCr, Al6MgCr и Al8MgCr

Изменения зеренной структуры изучали до разрыва, зеренная структура образцов после деформации приведена на рисунке 4.40 б. Во время СПД зерно в сплавах Al6MgCr и Al8MgCr ведет себя практически одинаково, размер зерна увеличивается слабо до деформации 1.1, а затем перед разрушением происходит более интенсивный динамический

рост зерен. Напомним, что в сплаве Al5MgCr исходный размер зерна больше, и его рост наблюдается до деформации 0.7, а затем средний размер зерна не меняется.

Во всех сплавах можно выделить несколько стадий дислокационной активности (рис. 4.41): в начале деформации плотность дислокаций мала, затем дислокации начинают задерживаться на частицах и при увеличении степени деформации выстраиваются в стенки.

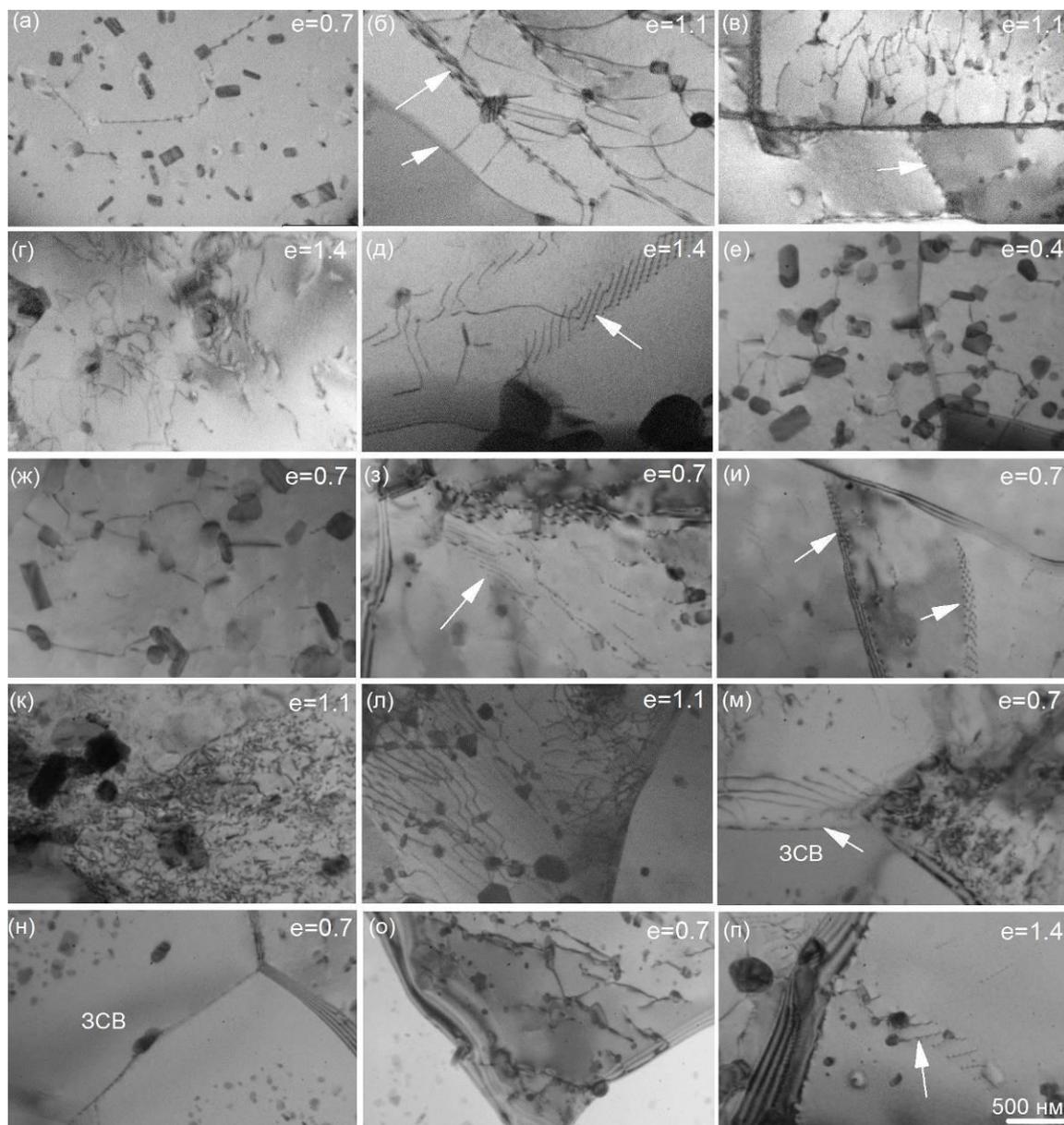


Рисунок 4.41 – Эволюция дислокационной структуры в процессе деформации в сплавах Al5MgCr (а-д), Al6MgCr (е-л) и Al8MgCr (м-п)

Во всех сплавах перед разрушением обнаружена большая плотность дислокаций, их беспорядочные скопления (рис. 4.41 г, к). Обратим внимание, что в сплаве Al5MgCr с 4.9%Mg (рис. 4.41 а) дислокации только задерживаются на частицах при деформации 0.7, тогда как в сплаве Al6MgCr с содержанием 6.8%Mg при этой же степени деформации они

начинают выстраиваться в стенки, образуя малоглобые границы (рис. 4.41 з, и), а в сплаве Al8MgCr с 7.6 % Mg при 0.7 (рис. 4.41 м) уже видны не только стенки, но и скопления, сплетения дислокаций, плотность дислокаций существенна уже при небольшой деформации.

Из чего можно сделать вывод, что во всех сплавах идут процессы полигонизации и с увеличением количества магния в сплавах дислокационная активность возрастает, и наблюдается при меньшей степени деформации. Плотность дислокации значительно увеличивается во время СПД во всех сплавах, высокая дислокационная активность может сказываться на форме зерна, увеличивая продольный размер зерна, особенно после деформации 1,1. В то же время, в ПЭМ (рис. 4.41 м, н) и СЭМ (рис. 4.42) можно увидеть ЗСВ, наличие таких зон говорит о другом возможном механизме удлинения зерна – диффузионной ползучести.

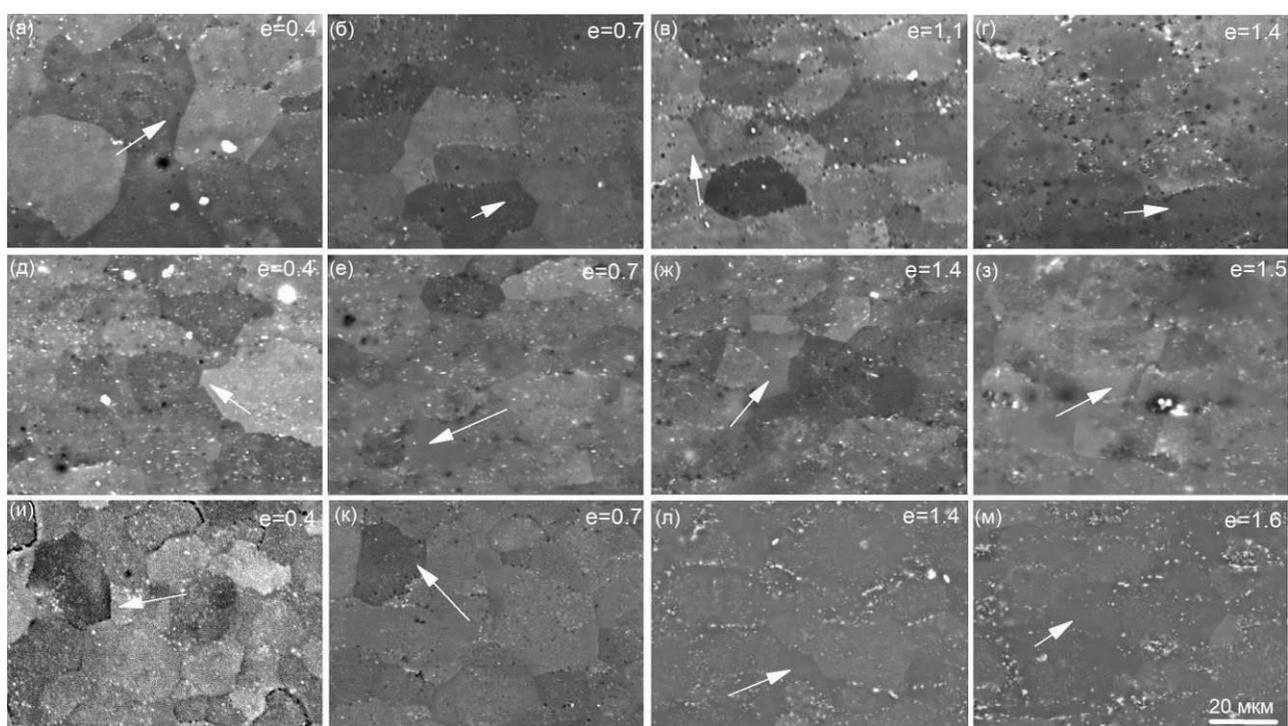


Рисунок 4.42 – Образование зон свободных от выделений в процессе деформации в сплавах Al5MgCr (а-г), Al6MgCr (д-з) и Al8MgCr (и-м)

После СПД в структуре наблюдаются широкие зоны свободные от выделений, как на поперечных границах зерен, так и в тройных стыках зерен (рис. 4.42). На рисунке 4.42 стрелками обозначены наиболее яркие примеры ЗСВ. Вклад диффузионной ползучести, определенный по зонам свободным от выделений, расположенным на поперечных границах, составляет около 60% до деформации 0.5 и около 20-30% при увеличении степени деформации. Таким образом, можно полагать, что диффузионная ползучесть значительна

при деформациях до 0.5, а дислокационная ползучесть значительна при более высоких деформациях.

В процессе деформации в сплавах появляется пористость, объемная доля пор незначительно растет во время деформации и существенно увеличивается непосредственно перед разрывом (рис. 4.43). Наиболее часто зарождение пор происходит на тройных стыках зерен. Для всех сплавов значение объемной доли пор не превышает 0.25% до деформации 1.0, из чего можно сделать вывод, что количество магния слабо влияет на порообразование. Резкий рост пористости наблюдается перед разрушением (до 2.5% в сплавах с 6.8-7.6% Mg).

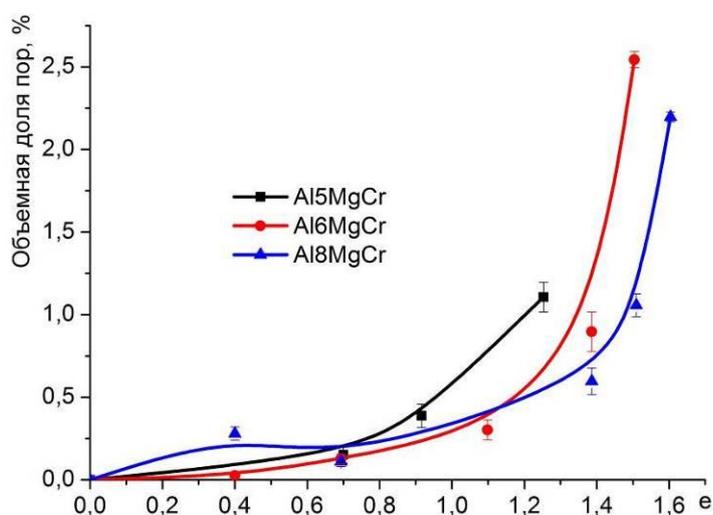


Рисунок 4.43 – Изменение объемной доли пор в процессе деформации

Для изучения механизмов сверхпластической деформации в работе использовали маркерную сетку, нанесенную на поверхность образцов. Было выбрано три сетки с разными параметрами шага (рис. 4.44), имперически была выбрана глубина сеток – 0.2 мкм (сетки меньшей глубины трудно определить уже после первой ступени деформации, большей глубины сетки оказывают существенное влияние на процесс деформации так как она локализуется в области линий сетки; глубина указана для кремния).

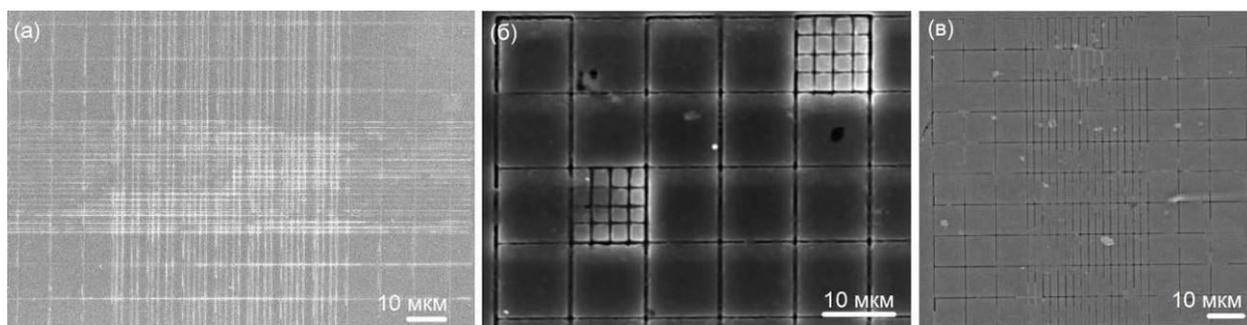


Рисунок 4.44 – Пример исходных маркерных сеток для изучения вкладов механизмов сверхпластической деформации в сплавах Al5MgCr (а), Al6MgCr (б) и Al8MgCr (в)

Механизмы сверхпластической деформации изучены на начальной (рис. 4.45) и устойчивой (рис. 4.46) стадиях деформации образцов сплавов Al5MgCr, Al6MgCr, Al8MgCr.

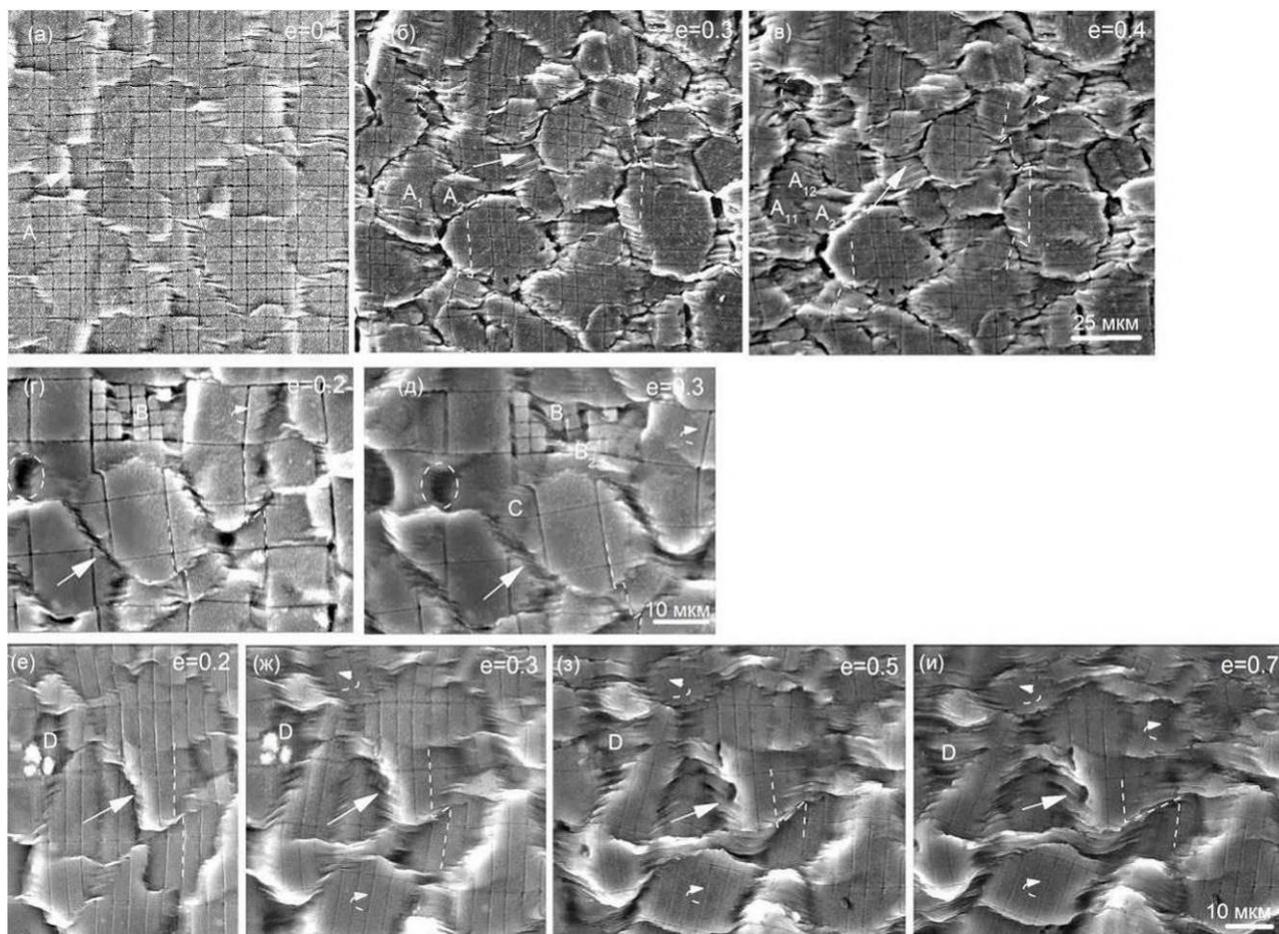


Рисунок 4.45 – Пример эволюции маркерных сеток для изучения вкладов механизмов сверхпластической деформации в сплавах Al5MgCr (а-в), Al6MgCr (г-д) и Al8MgCr (е-и)

На рисунке 4.45 показано изменение поверхности с маркерной сеткой в процессе деформации. Во всех сплавах происходят смещения линий сеток, что говорит о действии зернограничного скольжения. В сплаве Al5MgCr смещения наименьшие. При увеличении степени деформации также во всех сплавах происходит деление зерен (зерно А и В) и развороты (обозначены пунктирными стрелками на рис. 4.45). При движении зерен образуются поры, размер которых также увеличивается при увеличении степени деформации (выделенные области на рис. 4.45). В процессе деформации уже на начальном этапе вдоль границ зерен появляются складчатые области (складки оксидной пленки [56]), ориентированные вдоль оси растяжения и свидетельствующие о локализации деформации в приграничных областях. Ширина таких зон растет с увеличением степени деформации. Как уже было отмечено, такие складчатые зоны могут быть связаны с действием дислокационного и диффузионного механизмов, как аккомодационных при ЗГС. В сплаве

Al8MgCr видно как зерно D деформируется полностью, все тело зерна становится складчатым. После деформации 0.10 наблюдается в основном изгиб линий сетки, а смещения линий и развороты зерен заметны после больших степеней деформаций. Угол разворота зерен увеличивается с увеличением деформации и доходит до  $23^\circ$  при 0.7, а доля развернувшихся зерен составляет около 30 %. Отметим, что разворот зерен может быть следствием как аккомодации зернограничного скольжения [41], так и диффузионной ползучести [56].

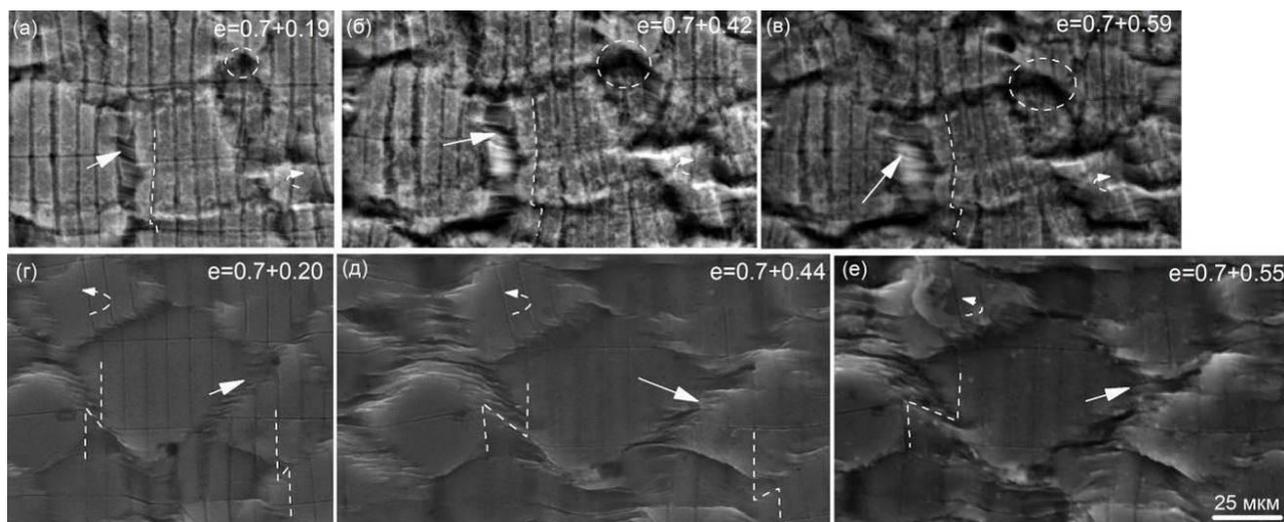


Рисунок 4.46 – Пример эволюции маркерных сеток на образце с предварительной деформацией 0.7 для изучения вкладов механизмов сверхпластической деформации в сплавах Al6MgCr (а-в) и Al8MgCr (г-е)

На поверхности образцов с исходной деформацией 0.7 (рис. 4.46) видны все те же складчатые области и развороты зерен. Основная деформация локализована в области растущих складчатых зон.

Посчитаны вклады механизмов сверхпластической деформации в сплавах (рис. 4.47).

На начальной стадии деформации во всех магналиях с хромом, а соответственно и с более стабильной зеренной структурой, значительную роль играет диффузионная ползучесть. В структуре деформированных образцов наблюдали широкие зоны свободные от выделений, как на поперечных границах зерен, так и в тройных стыках зерен. На поверхности, в местах ЗСВ, образуются полосчатые зоны. Вклад диффузионной ползучести, определенный как по зонам свободным от выделения в объеме образцов (рис. 4.47 в), так и по полосчатым зонам на поверхности (рис. 4.47 г), составил 60-80% на начальной стадии деформации. С увеличением степени деформации до 0.7-0.8 и более роль диффузионной ползучести снижается – вклад уменьшается до 20-40%.

При этом, усиливается деформация тела зерна (рис. 4.47 б), дислокационная активность, и, как результат, вклад дислокационного скольжения возрастает с 10-15% до 20-35%. Наибольший вклад около 35% выявлен в сплаве с Al6MgCr на стадии устойчивого течения, тогда как в сплаве Al5MgCr внутризеренная деформация не превышает 27%, а в сплаве Al8MgCr – менее 20%. Общая сумма всех рассчитанных вкладов действующих механизмов приближается к 100% в пределах ошибки.

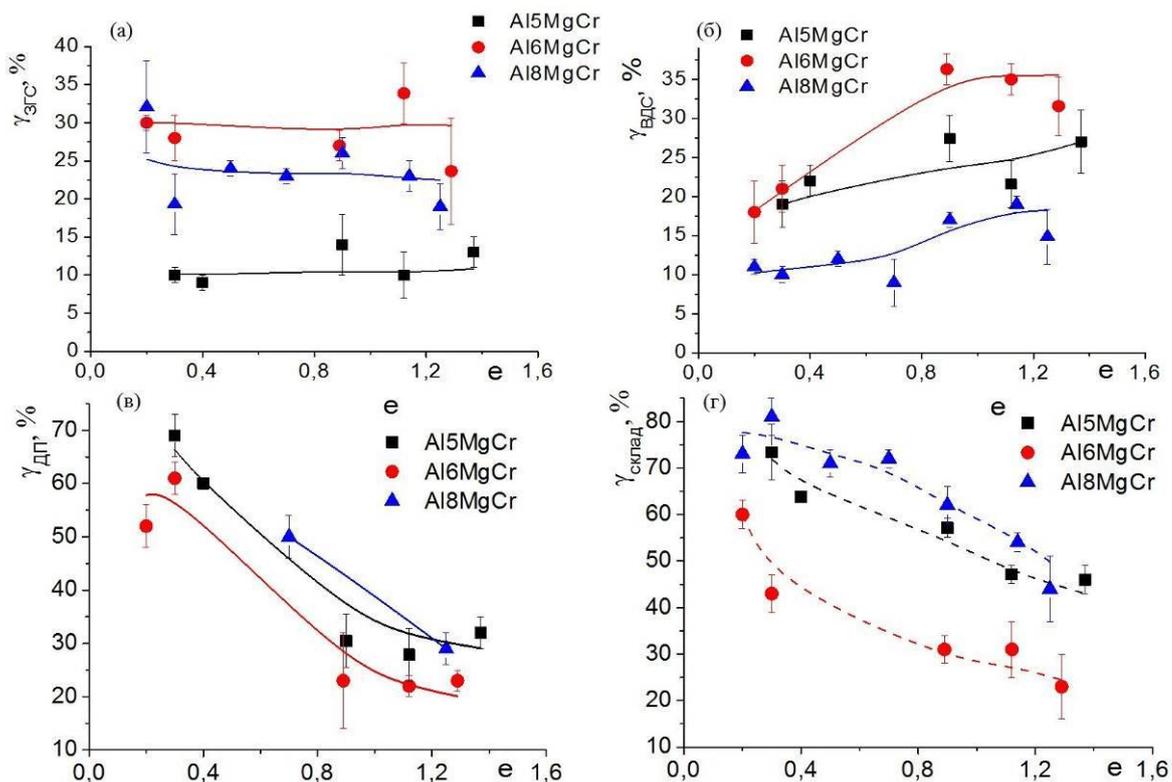


Рисунок 4.47 – Вклад зернограницного скольжения (а), внутризеренной деформации (б), диффузионной ползучести (в) в сплавах Al5MgCr, Al6MgCr, Al8MgCr

Таким образом, диффузионная ползучесть доминирует на начальном этапе деформации, а на установившейся стадии ее вклад несколько уменьшается, а вклад ВДС увеличивается во всех сплавах. Одной из возможных причин может быть рост мелкой фракции частиц фазы Al<sub>6</sub>(Mn,Cr), которые уже не так эффективно сдерживают границы зерен и наблюдается динамический рост зерна.

Вклад ЗГС не меняется с увеличением степени деформации, наименьший в сплаве Al5MgCr, в остальных на уровне 20-30 % (рис. 4.47 а). Разница в значениях ЗГС возможна из-за разницы исходного среднего зерна в сплавах. В сплаве Al5MgCr наибольший размер зерна и вклад ЗГС наименьший, тогда как в остальных со сходным размером зерна значение одинаково в пределах ошибки. Важно определить зависимость вклада ЗГС от размера зерна.

#### 4.2.3 Влияние размера зерна на вклад зернограничного скольжения на примере сплава AA5083

Для определения влияния размера зерна на вклад зернограничного скольжения был получен сплав Al5MgCr\*. Сплав Al5MgCr и сплав Al5MgCr\* отличаются технологией получения мелкозернистой структуры.

В сплаве Al5MgCr\* вместо промежуточного отжига проводили гетерогенизационный при температуре ниже сольвуса в течение 30 часов.

Микроструктура образцов, полученных по технологии 1 (сплав Al5MgCr), представлена алюминиевым твердым раствором и частицами второй фазы, предположительно Al<sub>6</sub>(Mn,Cr) (светлые частицы, рис. 4.48 а). Средний размер таких частиц в холоднокатаном состоянии около 50 нм. В структуре образцов, полученных с использованием гетерогенизационного отжига по технологии 2 (сплав Al5MgCr\*), дополнительно выявляется β-фаза (темные частицы, рис. 4.48 б) с размером частиц от 0.1 до 0.7 мкм.

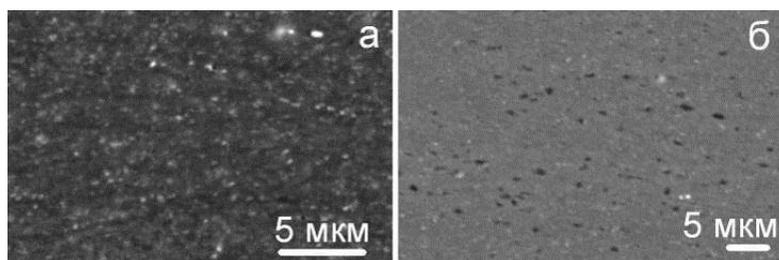


Рисунок 4.48 – Частицы второй фазы Al<sub>6</sub>(Mn,Cr) (а); β-фазы после гетерогенизации (б)

Рекристаллизационный отжиг листов при температуре 550 °С в течение 20 минут, имитирующий нагрев до температуры сверхпластической деформации, позволяет получить микрозернистую структуру в заготовках с размером зерна менее 10 мкм (рис. 4.49). Средний размер рекристаллизованных зерен вдоль и поперек направления прокатки составил (9.3±0.5) мкм и (6.1±0.2) мкм (в среднем 7.7 мкм) для образцов по технологии 1 и (6.5±0.4) мкм и (4.7±0.3) мкм (в среднем 5.5 мкм) по технологии 2. По всей видимости, наличие частиц β-фазы при холодной прокатке стимулирует зарождение новых зерен во время рекристаллизации, что, в результате, обеспечивает более мелкое зерно. Отметим, что средний размер зерна, полученный по технологии 1, соответствует среднему размеру зерна промышленного сверхпластичного листа сплава AA5083.

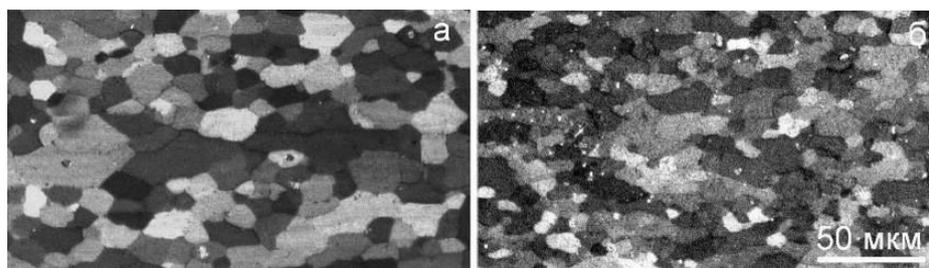


Рисунок 4.49 – Микроструктура сплава Al5MgCr по технологии 1 (а) и Al5MgCr\* по технологии 2 (б) после отжига при температуре 550 °С в течение 20 минут

ПЭМ структура сплавов после отжига (рис. 4.50) представлена частицами менее 100 мкм и малой плотностью дислокаций. В сплаве Al5MgCr\* плотность дислокаций выше, дислокации задерживаются на частицах даже в отожженном состоянии.

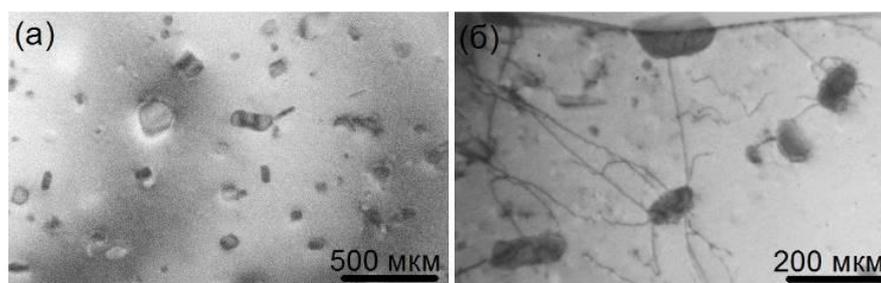


Рисунок 4.50 – Дислокационная структура сплава Al5MgCr по технологии 1 (а) и Al5MgCr\* по технологии 2 (б) после отжига при температуре 550 °С в течение 20 минут

По результатам испытаний со скачковым повышением скорости построены зависимости напряжения течения и показателя скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации (рис. 4.51). Образцы, полученные по технологии 2, показывают, в целом, более низкие напряжения течения (рис. 4.51 а) и более высокие значения оптимальной скорости деформации, соответствующей максимуму коэффициента скоростной чувствительности  $m$  (рис. 4.51 б). Температура 550 °С обеспечивает наибольшие значения оптимальной скорости деформации для обеих технологий, поэтому испытания с постоянной скоростью деформации проводили при этой температуре.

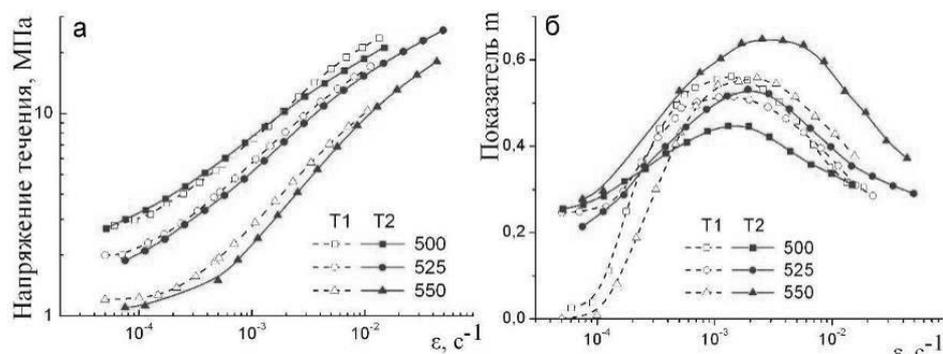


Рисунок 4.51 – Зависимость напряжения течения (а) и показателя скоростной чувствительности  $m$  (б) от скорости деформации в интервале температур 500 – 550 °С

Среднее значение относительного удлинения до разрушения при скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  составило 400 % у образцов, полученных по технологии 1 и 650 % по технологии 2 (рис. 4.52). При повышении скорости деформации относительное удлинение снижается. При использовании технологии 2 с гетерогенизацией 250 – 300 % достигается при скоростях  $(5 - 8) \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ . Тогда как образцы, полученные по технологии 1 не сверхпластичны уже при скорости  $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , их удлинение менее 180 % не смотря на достаточно высокий  $m$ . Таким образом, использование в технологической цепочке гетерогенизации позволяет увеличить скорость деформации более чем в пять раз.

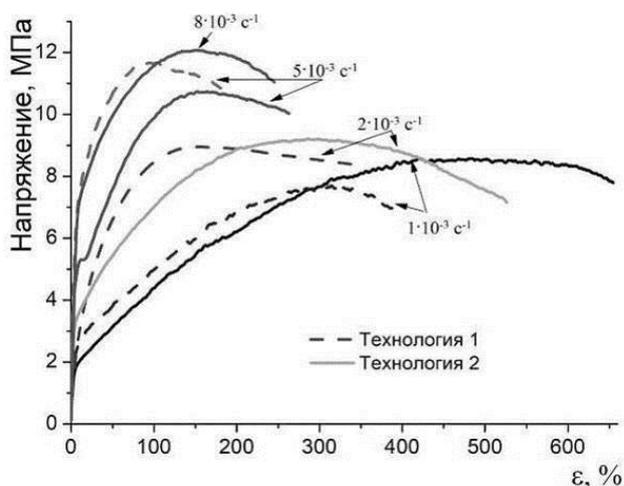


Рисунок 4.52 – Зависимость напряжения от деформации при температуре 550 °С

Во время сверхпластической деформации размер зерна увеличивается, зерна вытягиваются вдоль оси растяжения (рис. 4.53). В образцах с более крупным исходным зерном, полученным по технологии 1, зерно вдоль и поперек направления прокатки растёт только в первые 50 % (0,7), а далее размер зерна не меняется. В образцах, полученных по

технологии 2, рост зерна в продольном направлении продолжается до 300 % (1,4) деформации, и только затем прекращается (рис. 4.53).

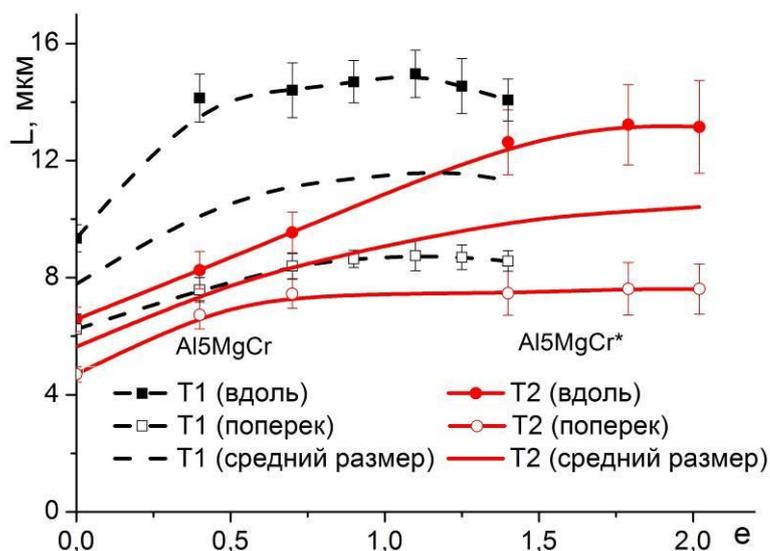


Рисунок 4.53 – Зависимость размера зерна вдоль, поперек направления прокатки и среднего значения от степени деформации при температуре 550 °С, скорость  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Зеренная структура образцов перед разрушением (300 % (1.4) для технологии 1 и 600 % (2.02) для технологии 2) приведена на рисунке 4.54. Несмотря на более интенсивный динамический рост зерен, вызванный, вероятно, более сильной неравновесностью мелкозернистой структуры, образцы, полученные по технологии 2, сохраняют мелкое зерно вплоть до разрушения, в среднем 9 мкм против 11 мкм при стандартной технологии без гетерогенизации (рис. 4.53-4.54).

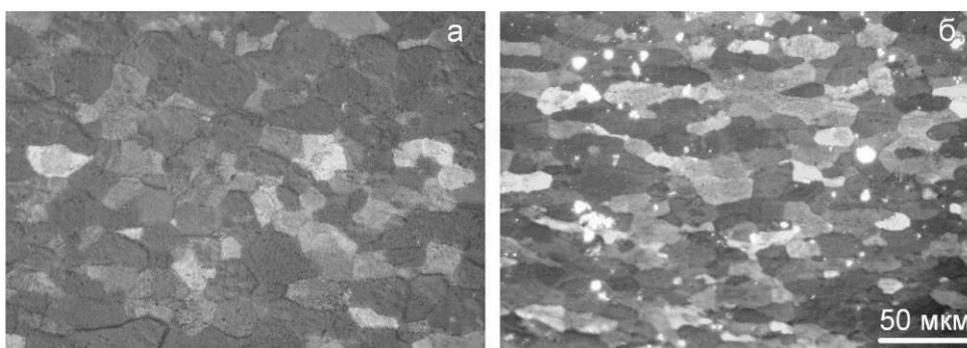


Рисунок 4.54 – Зеренная структура образцов Al5MgCr по технологии 1 (а) и Al5MgCr\* по технологии 2 (б) после деформации перед разрушением (300 % (1.4) и 600 % (2.02)) при температуре 550 °С и скорости  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Плотность дислокаций в обоих сплавах мала до деформации 0.69, затем в сплаве Al5MgCr, полученном по технологии 1, дислокации начинают выстраиваться в стенки, вплоть до разрушения, однако тело зерен практически свободно от дислокаций (рис. 4.55). В сплаве Al5MgCr \* с увеличением степени деформации плотность дислокаций существенно увеличивается, дислокации в теле зерен и только при деформации 1.4 начинают выстраиваться в стенки, соответственно процесс полигонизации замедлен.

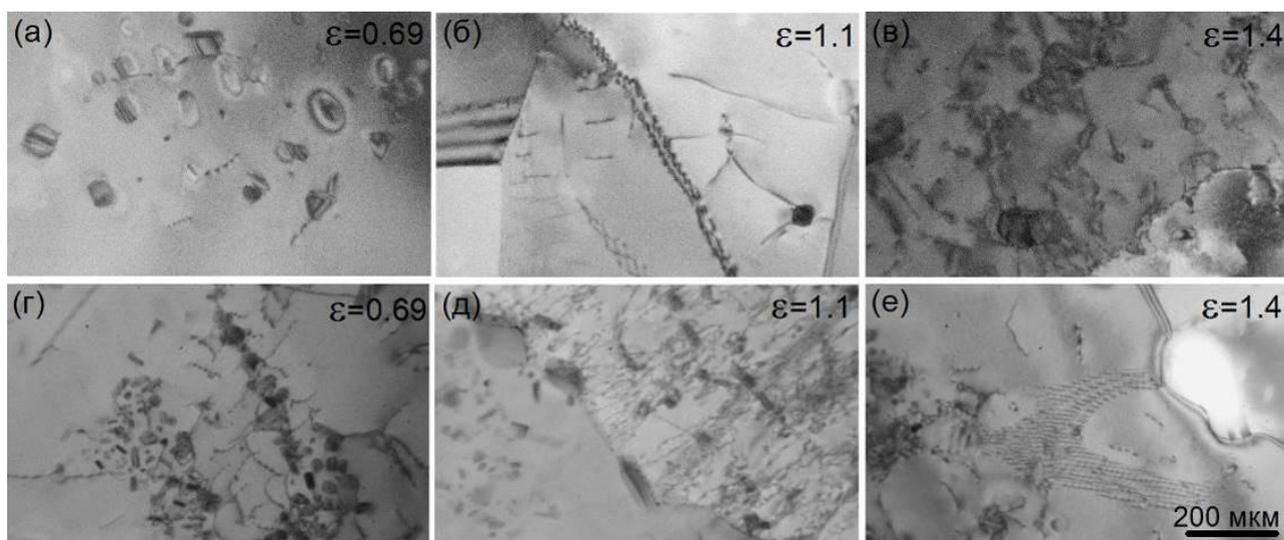


Рисунок 4.55 – Дислокационная структура в процессе деформации в сплаве Al5MgCr по технологии 1 (а-в) и Al5MgCr \* по технологии 2 (г-е) при температуре 550 °C и скорости  $1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Известно, что сверхпластическая деформация может сопровождаться интенсивным порообразованием [134-136], что может существенно снизить конечные свойства в изделиях, получаемых методом сверхпластической формовки, поэтому пористость важный показатель для сверхпластичных сплавов. Изменение объемной доли пор в процессе деформации сравнивали для образцов, полученных по обеим технологиям. Как видно из рисунка 4.56 в образцах по технологии 1 объемная доля пор увеличивается до 1.1 % при увеличении степени деформации до 300 % (1.4). Более мелкое зерно, полученное по технологии 2, обеспечивает более низкие значения пористости: менее 0.6 % при деформации до 500 % (1.8). Это может быть результатом лучшей аккомодации ЗГС благодаря более развитой удельной поверхности границ зерен.

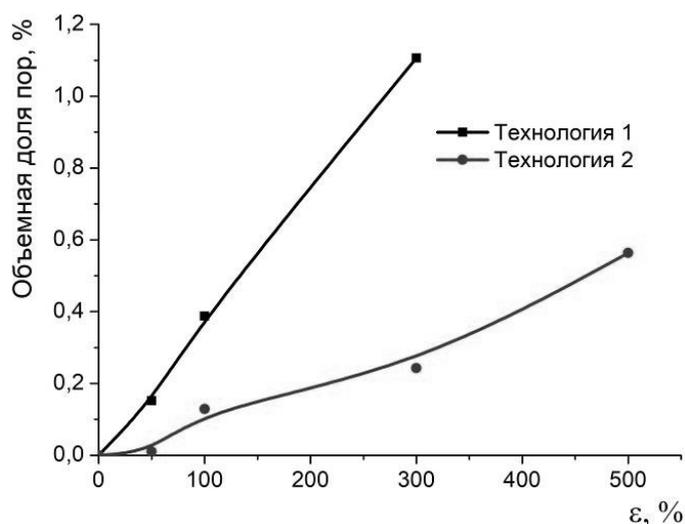


Рисунок 4.56 – Развитие пористости после сверхпластической деформации со скоростью  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при температуре  $550 \text{ }^\circ\text{C}$

Структурный анализ показал, что более мелкое зерно обеспечивает лучшие свойства в сплаве. При одной и той же скорости деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  достигаются большие удлинения, также сплав остается сверхпластичным и при увеличении скорости деформации в пять раз. После деформации по технологии 2 (сплав  $\text{Al5MgCr}^*$ ) значение объемной доли пор практически в два раза меньше. Важно определить меняются ли механизмы сверхпластической деформации при уменьшении размера зерна. На рисунке 4.57 рассмотрено изменение поверхности с маркерными царапинами при последовательной деформации.

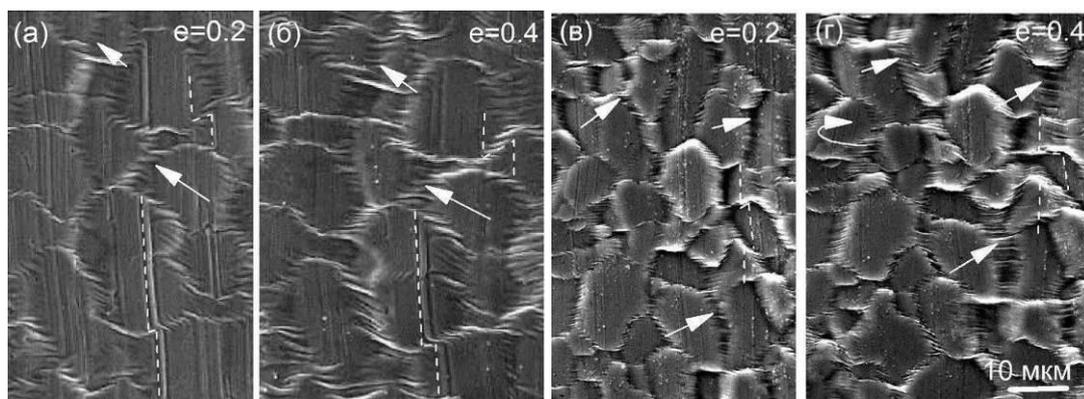


Рисунок 4.57 – Поверхность с маркерными царапинами сплава  $\text{Al5MgCr}$  (а-б) и  $\text{Al5MgCr}^*$  (в-г) после сверхпластической деформации со скоростью  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при температуре  $550 \text{ }^\circ\text{C}$

Смещение царапин указывает нам на влияние зернограничного скольжения на деформацию образцов. По смещению царапин оценен вклад ЗГС в общую деформацию (таблица 4.7), для сплава  $\text{Al5MgCr}$  - 12-14% а для более мелкозернистого сплава  $\text{Al5MgCr}^*$

несколько выше - 19-23%. В не зависимости от размера зерна царапины хорошо видны на обеих ступенях деформации, что говорит о слабо развитой внутризеренной деформации. Однако в обоих сплавах с увеличением степени деформации появляются и заметно увеличиваются складчатые зоны, что предположительно говорит о развитии диффузионной ползучести. Складчатые зоны шире в сплаве Al5MgCr\*, что логично объясняется более легким прохождением диффузионных процессов при более мелком зерне.

Таблица 4.7 – Сравнительная таблица вклада ЗГС

Сплав	Деформация			
	0,2		0,4	
	Значение	Вклад	Значение	Вклад
Al5MgCr	0.028±0.019	14±9	0.050±0.016	12±4
Al5MgCr*	0.046±0.020	24±10	0.076±0.013	20±4

С увеличением концентрации магния, а соответственно с уменьшением размера зерна, вклад ЗГС увеличивается с 10% в сплаве Al5MgCr до 20-30% в сплавах Al6MgCr и Al8MgCr (рис. 4.58). Отметим, что в сплаве Al5MgCr\* с более мелкозернистой структурой вклад ЗГС, правда определенный по маркерным царапинам, составил те же 25%. Можно сделать вывод, что вклад ЗГС зависит от размера зерна и не зависит от степени деформации.

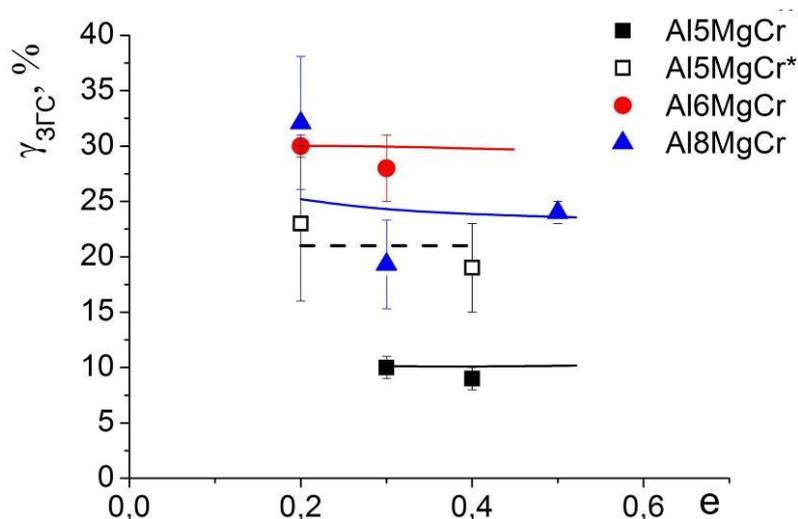


Рисунок 4.58 – Вклад зернограницного скольжения в сплавах Al-Mg-Mn-Cr

## Выводы по разделу 4.2

1. Установлено, что добавка хрома в результате образования более мелких дисперсоидов фазы  $Al_6(Mn,Cr)$  взамен  $Al_6Mn$  и большей их объемной доли, стабилизирует зеренную структуру и как следствие улучшает характеристики сверхпластичности сплава, обеспечивая повышенный показатель скоростной чувствительности  $m$ , большее относительное удлинение и пониженное напряжение течения при повышении почти на порядок скорости проявления сверхпластичности в сплаве  $Al-4.9Mg-0.6Mn-0.2Cr$  (AA5083) по сравнению с аналогичным сплавом без хрома  $Al-4.9Mg-0.6Mn$ .

2. Использование в технологии получения листа гетерогенизационного отжига в сплаве AA5083 позволяет улучшить показатели сверхпластичности, повысить оптимальную скорость деформации в два раза, дает возможность достичь в два раза большего удлинения при повышенных скоростях деформации, что имеет высокую практическую значимость.

3. Эволюция зеренной и дислокационной структуры изучена при температуре  $550\text{ }^\circ\text{C}$  и скоростях деформации в интервале  $1 \cdot 10^{-3}\text{ c}^{-1}$ . Показано, что в сплаве с хромом в процессе сверхпластической деформации до 50 % происходит вытягивание зерен в направлении деформации, далее размер зерна практически не меняется, в сплаве без хрома зерно непрерывно растет в обоих направлениях, при этом доля малоугловых границ увеличивается в процессе деформации в обоих сплавах. Дислокационная активность наблюдается при деформации 0.7, в сплаве без хрома дислокации начинают выстраиваться в стенки, с увеличением степени деформации до 1.1 наблюдаются стенки из дислокаций в сплаве с хромом.

4. Проведено сравнение эволюции структуры поверхности с нанесенными маркерными сетками и маркерными царапинами сплавов типа AA5083 с хромом и без него при температуре  $550\text{ }^\circ\text{C}$  и скоростях деформации в интервале  $(0.54 - 2.3) \cdot 10^{-3}\text{ c}^{-1}$ . Вклад зернограничного скольжения, определенный по смещению маркерных царапин или линий сетки, в сплаве с добавкой хрома составляет  $\sim 10\%$ , а в сплаве без добавки хрома достигает 20-40 %. При этом, в сплаве без добавки хрома вклад внутризеренной деформации в 2 раза больше, чем в сплаве с добавкой хрома. В сплаве с добавкой хрома из-за высокой плотности дисперсоидов ярко выражены зоны свободные от выделений, являющиеся следствием диффузионной ползучести, вклад которой в общую деформацию достигает 60 %.

5. Выявлено, что при использовании маркерных царапин и маркерных сеток доля вкладов в пределах доверительных интервалов совпадает, можно сделать вывод о сходимости результатов и предпочтительном использовании сеток, позволяющих

анализировать внутризеренную деформацию. Определена оптимальная глубина линий маркера и геометрия сетки.

6. Исследовано влияние увеличения содержания магния с 4.9 до 7.6 масс. % в сплавах системы Al-Mg-0.6Mn-0.2Cr на эволюцию зеренной, дислокационной структуры и структуры поверхности с нанесенными маркерными сетками в процессе деформации при температуре  $0.97T_{пл}$  и скорости деформации  $(1-5) \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

7. Сплавы с 6.8-7.6%Mg демонстрируют более высокую стабильность зеренной структуры, чем сплав с 4.9%Mg при деформации до 1.1. Динамический рост зерна в сплавах ускоряется перед разрушением при деформации 1.5-1.6, что сопровождается существенным ростом пористости с ~0.5% при деформации 1.1 до ~2.5% перед разрушением. С увеличением содержания магния возрастает дислокационная активность при одинаковых степенях сверхпластической степенях деформации.

8. В процессе сверхпластической деформации в структуре всех сплавов образуются зоны свободные от выделения, при этом вклад диффузионной ползучести в общую деформацию, определенный по объемной доле таких зон, уменьшается с 60-70% до 20-30% на начальной стадии деформации и далее, на установившейся стадии, практически не меняется. При этом на поверхности образцов образуются полосчатые зоны, вклад которых в общую деформацию уменьшается с увеличением степени деформации и коррелирует с вкладом диффузионной ползучести.

9. Показано, что вклад зернограничного скольжения не зависит от степени деформации и увеличивается с уменьшением размера зерна, в сплаве AA5083 и исходным средним размером зерна 7.7 мкм вклад составил 10 %, в сплавах с размером зерна 5.5-6.9 мкм вклад составил 20-30 %. Вклад внутризеренной деформации увеличивается с увеличением степени деформации для всех сплавов с 10-20 % на начальной стадии деформации до 20-35 % на установившейся.

#### Выводы по разделу 4

1. Исследованы показатели сверхпластичности и эволюция структуры и механизмов сверхпластической деформации в сплавах с матричным типом структуры, содержащих частицы дисперсоидов – в сплаве AA7475 системы Al-Zn-Mg-Cu и в сплавах типа AA5083 системы Al-Mg-Mn с добавкой хрома или без нее и разным содержанием магния.

2. Показано, что в сплаве AA7475 эффективная энергия активации составила 113 кДж/моль, а в сплавах системы Al-Mg-Mn более 200 кДж/моль. Учитывая, что энергия

активации самодиффузии чистого алюминия по телу зерен составляет 142 кДж/моль, а по границам зерен 84 кДж/моль, можно предполагать, что в сплаве AA7475 доминирует зернограницное скольжение, контролируемое зернограницной диффузией, а в «магналиях» процесс деформации контролируется диффузией по телу зерен.

3. В AA7475 доля пор растет экспоненциально с увеличением степени деформации до 4.5%, против замедленного роста при малой деформации и развитием пористости до 2.5 % непосредственно перед разрушением в «магналиях».

4. В сплаве AA7475 выявлены признаки зернограницного скольжения, сопровождаемого скольжением смежных зерен вдоль границ зерен, сменой соседних зерен, вращением зерен с сохранением исходной формы тела зерен, появлением и исчезновением зерен на поверхности образца, что типично для зернограницного скольжения по модели Речингера. Разворот зерен заметен во всех сплавах, однако, в AA7475 угол разворота достигает 45°, а в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr - 30°, при этом признаков смены соседей зерен, появления и исчезновения зерен на поверхности образца не выявлено.

5. Вклад зернограницного скольжения в сплавах типа Al-Mg-Mn-Cr слабо зависит от скорости деформации в исследованном интервале деформаций и составляет 10-30% в зависимости от размера зерна, а в сплаве AA7475 достигает 60%. Сплавы Al-Mg отличаются низким значением ЗГС, что коррелирует с низкой пористостью после деформации, тогда как в AA7475 значительное зернограницное скольжение и сильно развитое порообразование.

6. Во всех сплавах при деформации появляются широкие «полосчатые» зоны. Анализ приповерхностной структуры в области таких зон обнаруживает, что зоны часто принадлежат телу соседних с ними зерен и в них наблюдаются зоны свободные от выделений, а в сплаве AA7475 под полосчатыми областями выявляются и зоны свободные от выделений и целые зерна, отделенные от соседей границами.

7. Вклад диффузионной ползучести в общую деформацию в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr, определенный по доле зон свободных от выделений, уменьшается с 60-70% до 20-30% с увеличением степени деформации до 1.2-1.4. Зоны свободные от выделений выявлены анализом в просвечивающем электронном микроскопе в сплаве 7475 на ранних стадиях деформации ( $\epsilon=0.17$ ), определить при этом вклад диффузионной ползучести по ним не удалось из-за недостаточного количества статистических данных.

8. Сплавы разных систем показывают существенные различия внутризеренной деформации. В сплаве AA7475 внутризеренной деформации не наблюдали почти до разрушения, а перед разрушением вклад внутризеренной деформации составил всего 14%. В сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr внутризеренная деформация наблюдается в процессе всего сверхпластического течения и ее вклад достигает 20-35%. При этом анализ дислокационной

структуры выявляет увеличение дислокационной активности при сверхпластической деформации, что свидетельствует о важной роли дислокационной аккомодации, которая вероятно локализуется на периферии зерен в областях полосчатых зон, особенно в сплаве AA7475.

## 5 Сплавы с исходной перед СПД нерекристаллизованной/частично рекристаллизованной структурой матричного типа на основе алюминия

### 5.1 Исходная структура и показатели сверхпластичности

Выбраны сплавы с нерекристаллизованной (Al7Zn – Al-7.0 %Zn-2.8 %Mg-0.1 %Sc-0.1 %Zr) и частично рекристаллизованной (Al7ZnFeNi – Al-6.9 %Zn-2.7 %Mg-0.7 %Fe-1.0 %Ni-0.1 %Sc-0.1 %Zr и Al4ZnNi – Al-3.8 %Zn-4.2 %Mg-0.7 %Cu-3.0 %Ni-0.3 %Zr) структурой для изучения поведения при сверхпластической деформации. Для численного изучения высокоскоростной сверхпластичности был взят сплав Al4ZnNi. Литая структура сплавов Al7ZnFeNi и Al4ZnNi качественно одинакова, пример представлен на рис. 5.1а, в структуре содержатся частицы эвтектического происхождения равновесной фазы богатые Ni или Ni и Fe и неравновесная фаза богатая Zn и Mg и твердый раствор на основе алюминия. В сплаве Al7Zn без Fe и Ni отсутствует и равновесная эвтектическая фаза.

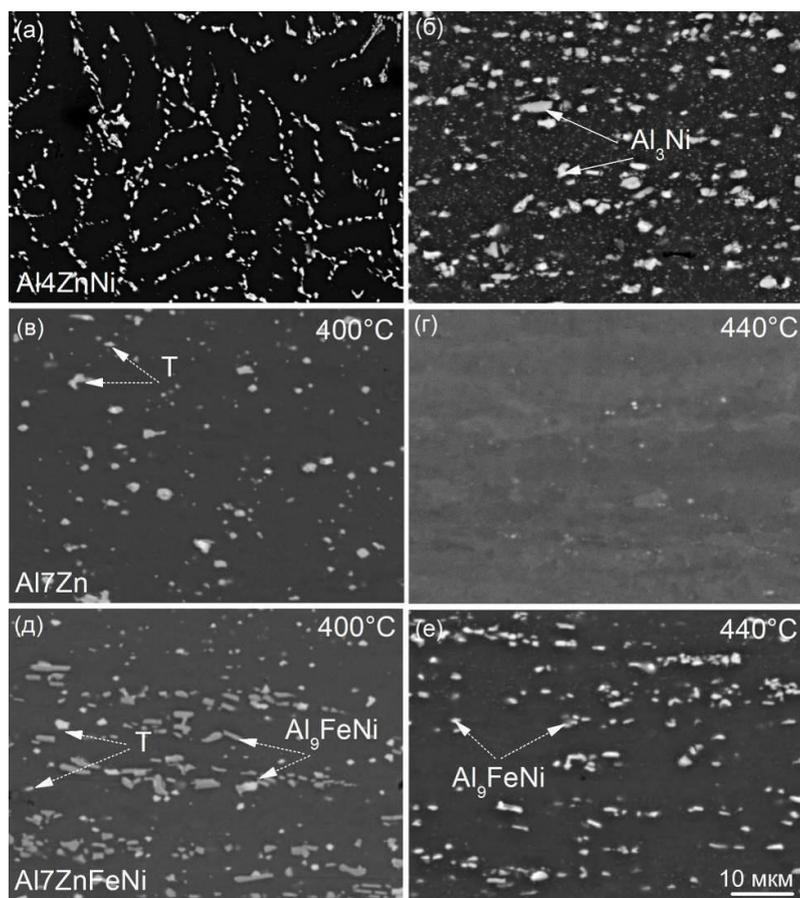


Рисунок 5.1 – Микроструктуры сплавов Al4ZnNi (а-б), Al7Zn (в-г) и Al7ZnFeNi (д-е) в литом состоянии (а), после отжига в течение 20 минут при температурах 400 °С (в, д) и 440 °С (б,г,е)

Микроструктура сплавов (Al7Zn и Al7ZnFeNi) после отжига в течение 20 минут при температурах 400 °С и 440°С представлена на рис. 5.1б-е. Температура растворения T(Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>) фазы посчитана в программе ThermoCalc (TALL5) и составляет 434 °С для сплавов. Сплавы содержат T (Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>)–фазу при 400 °С (объемная доля составляет  $f \approx 0.03$ ), при температуре 420 °С ( $f \approx 0.015$ ) она также сохраняется, средний размер частиц составляет  $0.8 \pm 0.1$  мкм. При 440 °С (рис. 5.1 б, г,е) и более высоких температурах частицы T-фазы растворяются. Соответственно, при температуре 440 °С структура сплавов как и их состав отличается только наличием или отсутствием эвтектических частиц Al<sub>9</sub>FeNi фазы со средним размером от 0.4 мкм до 2.1 мкм и объемной долей  $0.085 \pm 0.005$  или около 10% частиц Al<sub>3</sub>Ni фазы со средним размером 3 мкм и мелкие частицы с цирконием.

Зеренная структура после 20-минутного отжига в интервале температур от 400 до 500 °С в основном нерекристаллизована и состоит из вытянутых зерен (рис. 5.2). Некоторое количество рекристаллизованных зерен наблюдается при температуре 440 °С и более высоких температурах во всех сплавах. Поперечный размер волокон зерен не зависит от температуры отжига и находится в интервале от 2 до 17 мкм.

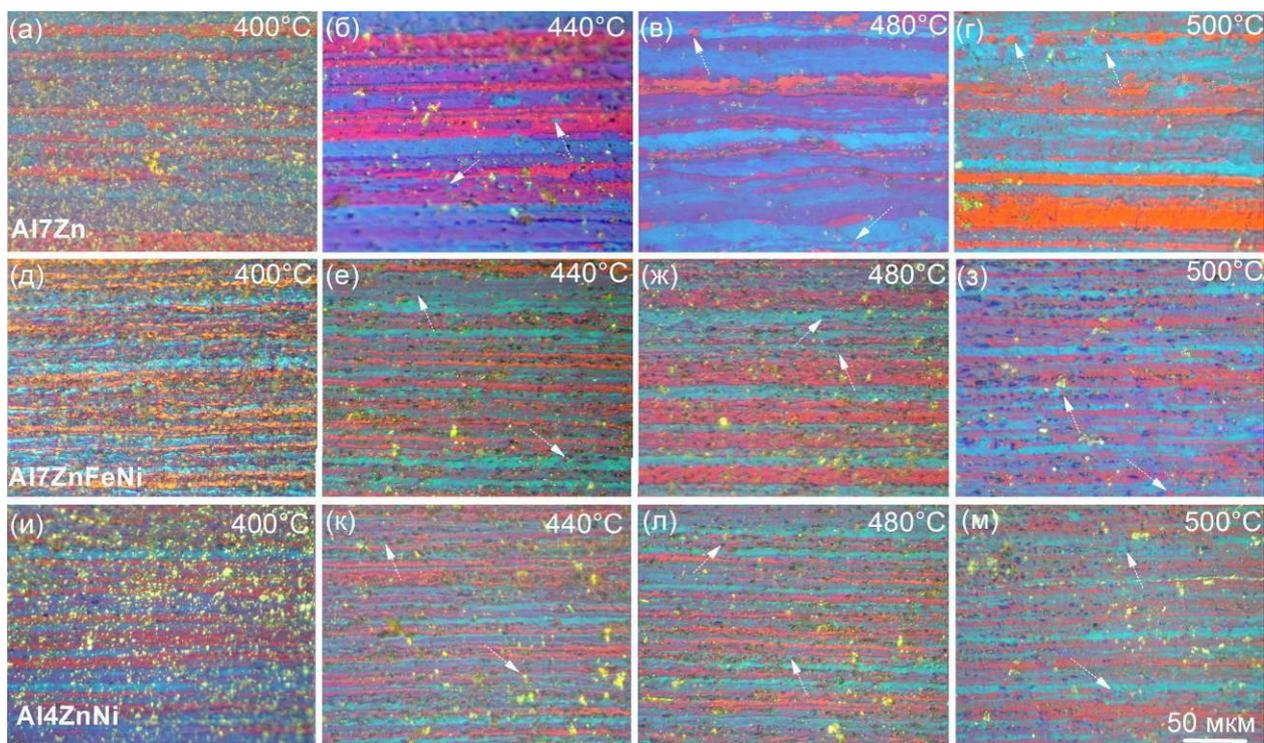


Рисунок 5.2 – Зеренная структура сплавов Al7Zn (а-г), Al7ZnFeNi (д-з) и Al4ZnNi (и-м) при температурах 400 – 500 °С, 20 минут

При помощи просвечивающего электронного микроскопа изучена структура образцов сплавов, полученных после отжига, имитирующего нагрев до температуры

сверхпластической деформации 480 °С, в течение 20 минут (рис. 5.3). Сплавы состоят преимущественно из субзерен, с отдельными рекристаллизованными зернами, тело зерен/субзерен практически свободно от дислокаций. Размер субзерен одинаков для всех сплавов:  $490 \pm 90$  нм в сплаве Al7ZnFeNi и  $470 \pm 80$  нм в сплаве Al7Zn,  $510 \pm 80$  нм в сплаве Al4ZnNi. Обнаружены когерентные частицы  $L_{12}$  фаз  $Al_3(Zr, Sc)$  (рис. 5.3 б, г) и  $Al_3Zr$  в сплаве Al4ZnNi (рис. 5.3 е). Средний размер частиц  $Al_3(Zr, Sc)$  совпадает с размером  $Al_3Zr$ , оцененным по контрасту зон когерентности и составляет для всех сплавов  $6,3 \pm 1,6$  нм.

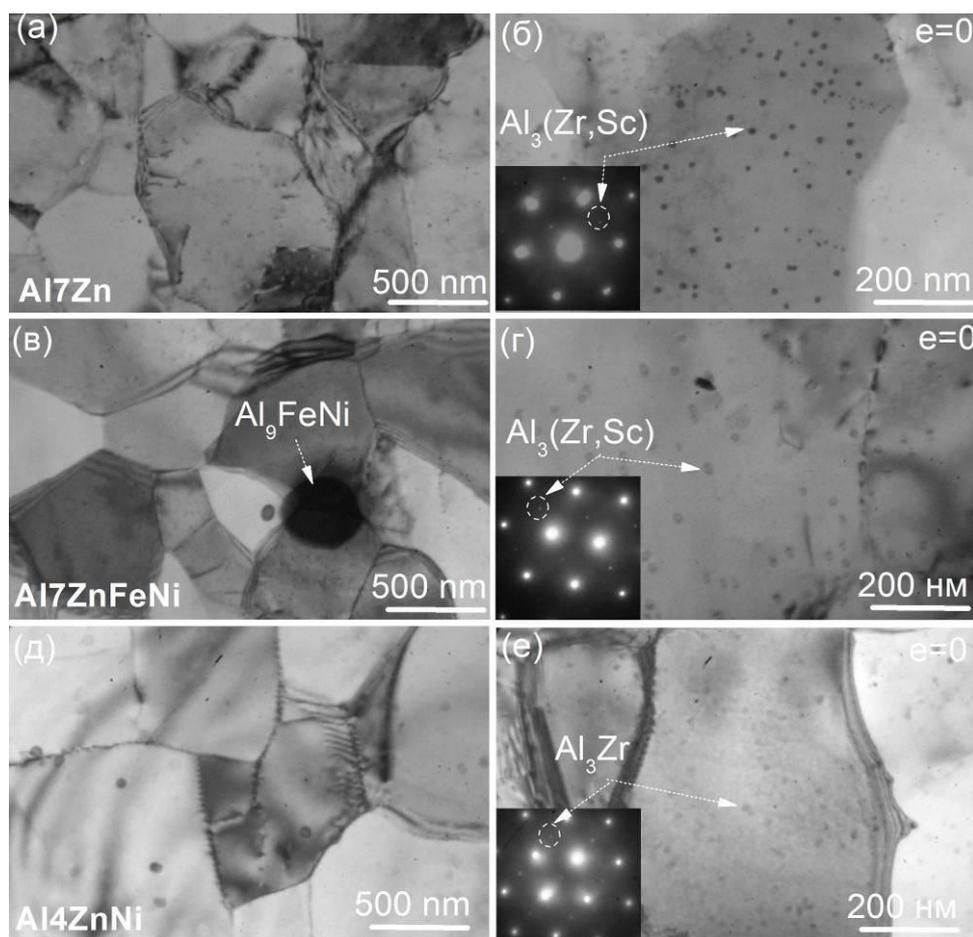


Рисунок 5.3 – Структура сплавов Al7Zn (а-б), Al7ZnFeNi (в-г), Al4ZnNi (д-е) после отжига 480 °С (ПЭМ)

## 5.2 Сравнение показателей сверхпластичности сплавов

Кривые зависимости напряжения от степени деформации при разных постоянных скоростях деформации и температурах показаны для сплавов с разным типом частиц Al7Zn и Al7ZnFeNi на рисунке 5.4. Значение напряжения течения закономерно уменьшается с увеличением температуры и снижением скорости деформации в обоих

сплавах. Сплав с крупными частицами  $\text{Al}_9\text{FeNi}$  и дисперсоидами  $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$  демонстрирует значения напряжения в два раза ниже, чем сплав, содержащий только мелкие частицы.

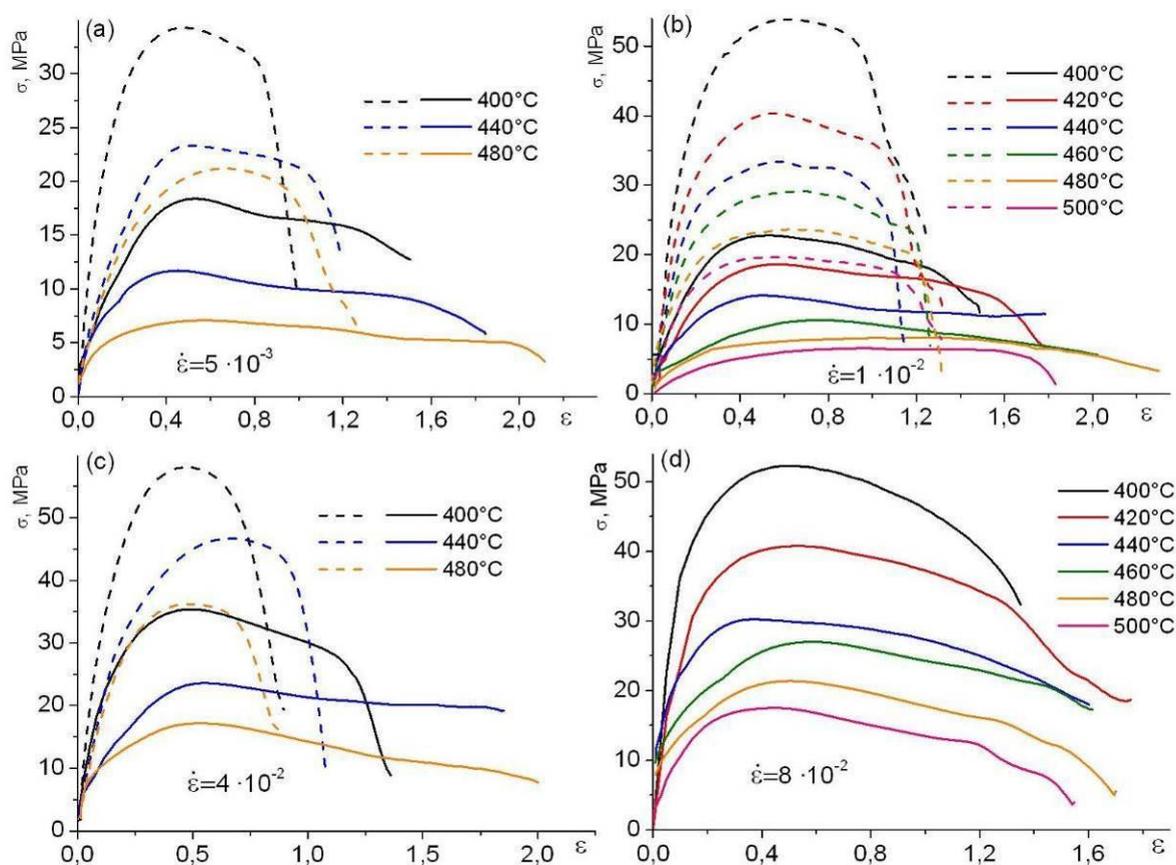


Рисунок 5.4 – Зависимость напряжения от деформации для  $\text{Al}_7\text{Zn}$  (пунктирные линии) и  $\text{Al}_7\text{ZnFeNi}$  (сплошные линии) при разных скоростях в интервале температур

Индекс скоростной чувствительности  $m$ , рассчитанный в температурном диапазоне 400-480 °C при деформации 0,5 составляет  $\approx 0,4$  и  $\approx 0,5$  для  $\text{Al}_7\text{Zn}$  и  $\text{Al}_7\text{ZnFeNi}$  ( $\text{Al}_4\text{ZnNi}$ ) соответственно. Среднее значение индекса чувствительности к деформации  $m$  рассчитывали как  $m = 1 / n_1$ .

Значения удлинения до разрыва представлены на рис. 5.5. Сплав  $\text{Al}_7\text{ZnFeNi}$  с крупными частицами обладает сверхпластичностью до скорости  $8 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  с удлинением более 340 %. Относительное удлинение до разрушения значительно меньше в сплаве без частиц  $\text{Al}_9\text{FeNi}$ , и не наблюдается сверхпластичность при скоростях деформации выше  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (пунктирные линии на рис. 5.5a). Максимальные значения удлинения 915 % в сплаве с Fe и Ni и только 310 % в сплаве без них достигаются при температуре 480 °C и постоянной скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (рис. 5.5a). Оптимальная температура

деформации сплава Al4ZnNi при высоких скоростях от  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  – 440 °С, при понижении скорости оптимум температуры вырастает до 480 °С (рис. 5.5б).

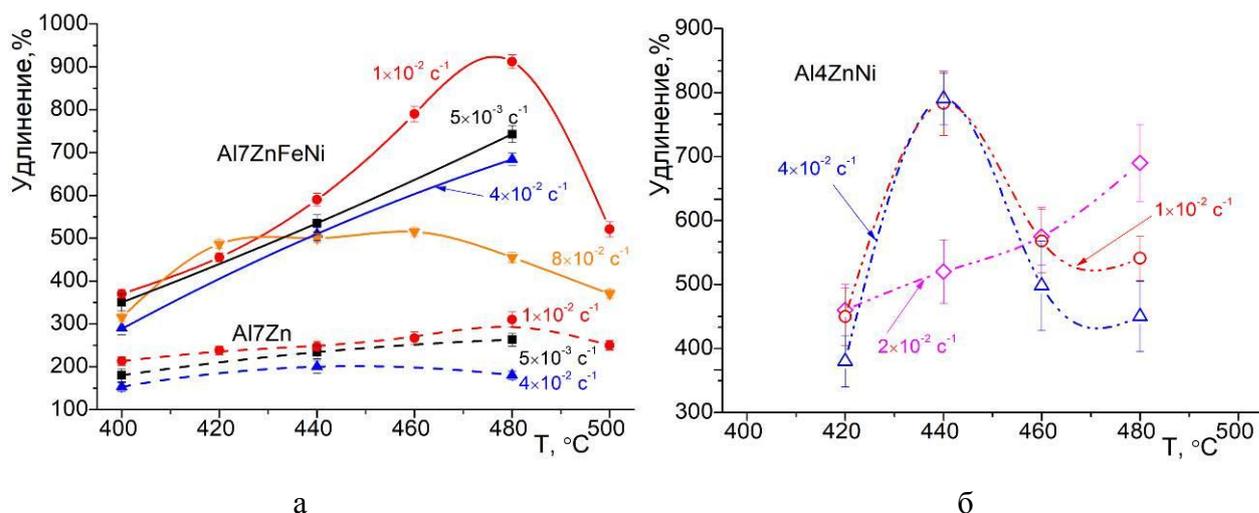


Рисунок 5.5 – Кривые удлинение-температура для сплавов Al7Zn (пунктирные линии) и Al7ZnFeNi (сплошные линии) при разных скоростях (а), для сплава Al4ZnNi (б)

### 5.3 Выбор режимов сверхпластической деформации для сплава Al4ZnNi

Показатели сверхпластичности были изучены при температурно-скоростных условиях, обеспечивающих высокоскоростную сверхпластичность и режим с пониженной скоростью деформации для сравнения с ранее изученным сплавом AA7475 той же базовой системы легирования. Для Al4ZnNi построены графики зависимости напряжения от деформации (рис. 5.6 а). При температуре 480 °С и постоянной скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и 440 °С,  $2 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  сплав демонстрирует значительные удлинения (рис. 5.6 б). Напряжение течения при деформации с меньшей скоростью  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  в два раза меньше, чем при  $2 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ .

По данным напряжения при деформации 0.4 и 0.7 посчитан показатель скоростной чувствительности  $m$  при двух температурах: при 480 °С  $m$  равен 0.5, при 440 °С – 0,6, следовательно сплав сверхпластичен при данных условиях деформации.

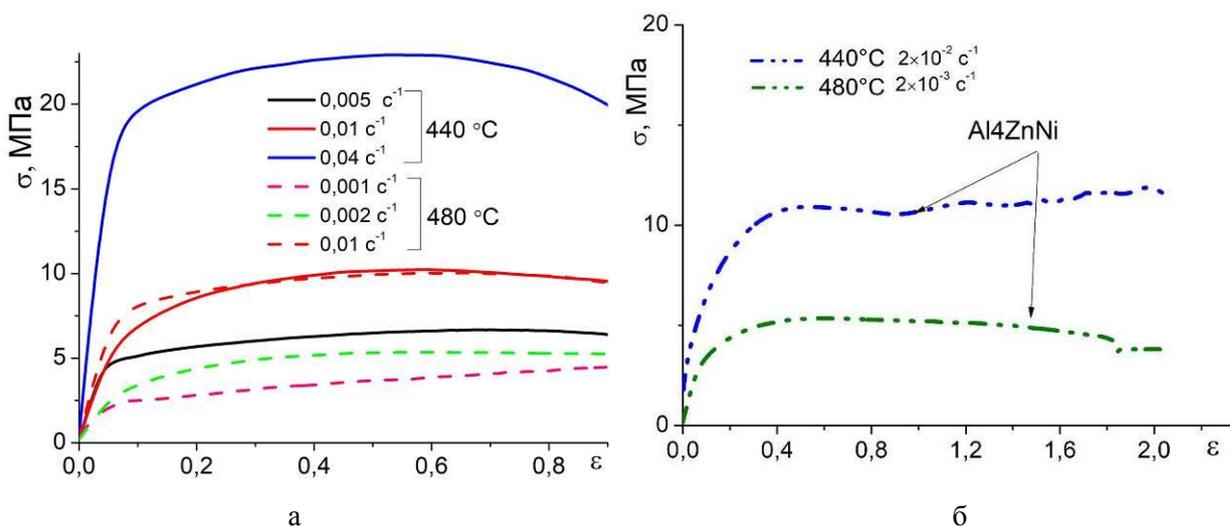


Рисунок 5.6 – Зависимость напряжения от деформации в интервале скоростей (а) и при температуре 480 °С и постоянной скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и 440 °С,  $2 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (б)

Анализ показателей сверхпластичности и напряжения течения в сплавах позволяет на стадии устойчивого течения (деформация более 0.4) определить эффективную энергию активации деформации. Сверхпластическую деформацию как процесс контролируемый диффузией можно описать, применяя параметр Зинера-Холломона. Во всех сплавах значения энергии активации одинаковы в пределах ошибки и практически не меняются в процессе деформации. Численно эффективная энергия активация сверхпластической деформации составила примерно 100 кДж/моль, что близко к значениям энергии активации зернограничной самодиффузии для чистого Al ( $Q_{GB} = 84 \text{ кДж / моль}$ ) [111]. Более высокие значения ЭЭА по сравнению с ЭА самодиффузии алюминия можно объяснить наличием растворенных атомов легирующих элементов и дисперсоидов. Полученные значения косвенно указывают, на зернограничное скольжение как основной механизм деформации всех сплавов.

#### 5.4 Эволюция структуры в процессе деформации

По испытаниям с постоянной скоростью деформации (рис. 5.5а и рис. 5.6) выбран режим деформации для сплавов, обеспечивающий максимальное удлинение: температура 480 °С и скорость  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ .

При отжиге образцов сплавов исходная структура остается нерекристаллизованной из-за наличия дисперсоидов фаз  $L_{12}$  типа. Во время деформации на стадии устойчивого течения начинают проходить процессы полигонизации и рекристаллизации. На рис. 5.7 представлена эволюция структуры во время деформации при 480 °С и скорости  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ .

В сплаве Al7Zn структура остается частично нерекристаллизованной вплоть до разрушения, тогда как в сплавах с крупными частицами, за счет которых увеличивается количество центров зарождения, рекристаллизация полностью проходит уже к деформации 1.6.

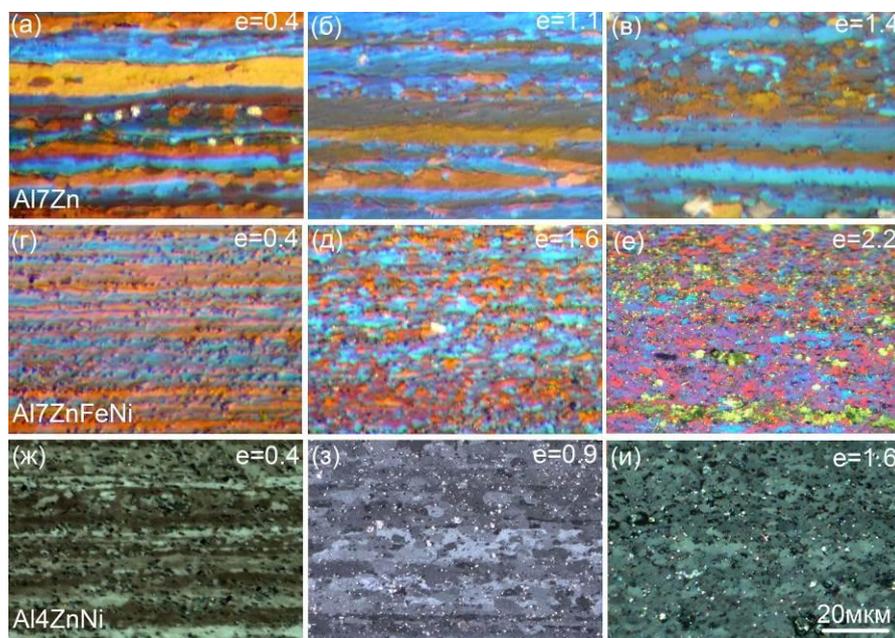


Рисунок 5.7 – Эволюция структуры сплавов при температуре 480 °С и скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Направление растяжения горизонтально

EBSD-анализ зеренной структуры сплавов Al7Zn и Al7ZnFeNi ( $e = 0$ , рис. 5.8 а, д) показывает, что изученные сплавы до сверхпластической деформации состоят из удлиненных вдоль направления прокатки зерен, характеризующихся высокой долей малоугловых границ и ярко выраженной текстурой (вставки на рис. 5.8 а, д). Объемная доля рекристаллизованных зерен составляет приблизительно 10 % в сплаве с дисперсоидами и примерно 35 % в сплаве, содержащем помимо мелких частиц крупные с железом и никелем.

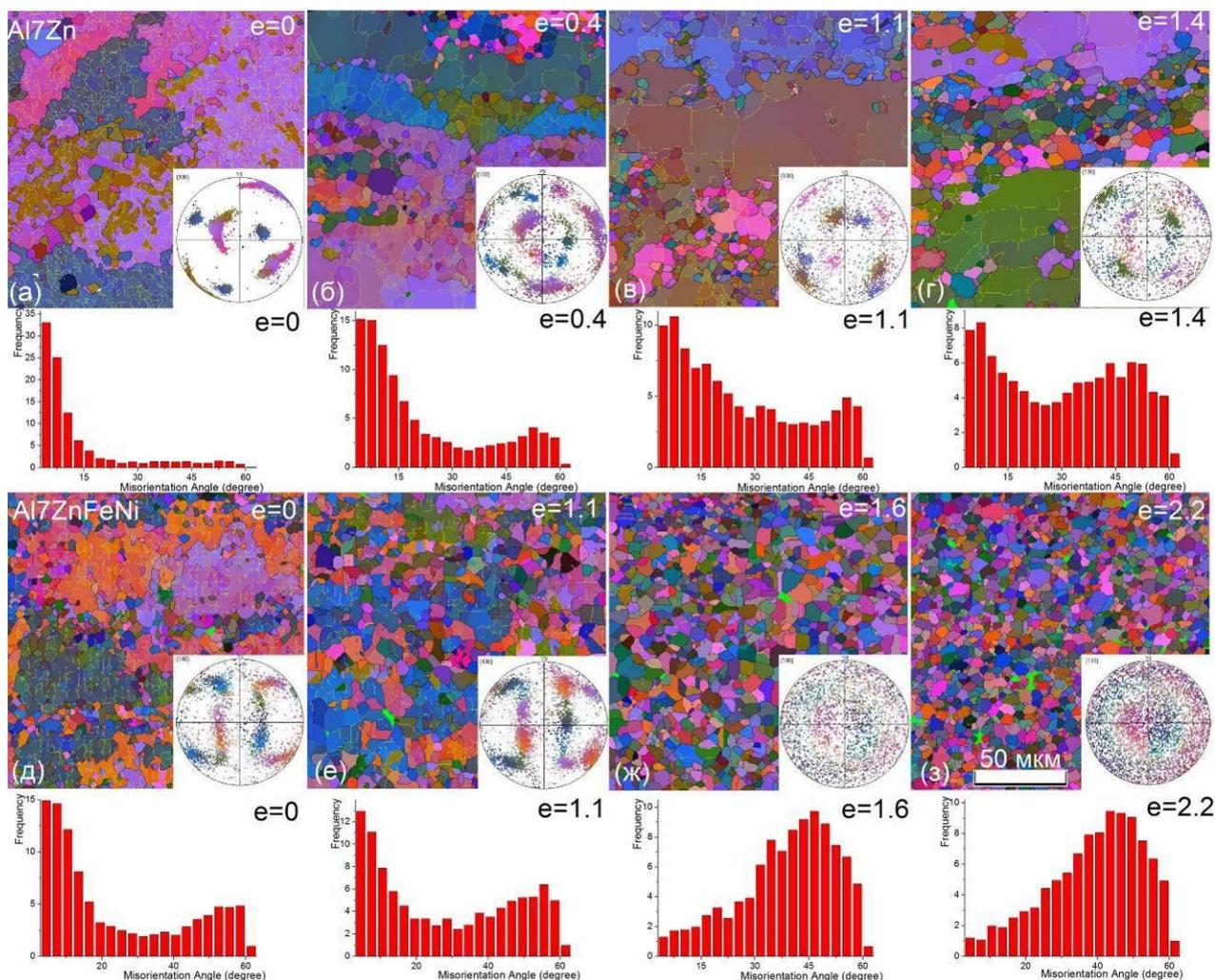


Рисунок 5.8 – EBSD-карты сплавов Al7Zn и Al7ZnFeNi до и после деформации при 480 °C со скоростью  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Высокоугловые границы обозначены черным, малоугловые – желтым

Разориентировка между субзернами и фракцией рекристаллизованных зерен, разделенных высокоугловыми границами, увеличивается при сверхпластической деформации. Доля малоугловых границ уменьшается с увеличением степени деформации, в Al7Zn заметная текстура сохраняется до разрушения, в сплаве Al7ZnFeNi с эвтектическими частицами  $\text{Al}_9(\text{Fe}, \text{Ni})$  текстура размывается уже после деформации 1.1. Ослабление текстуры обычно приписывают случайному вращению зерен, вызванному зернограницным скольжением, другая причина рекристаллизация с действием механизма, называемого зарубежными авторами “particle stimulated nucleation” (дословно – “зарождение стимулированное частицей”), что тоже часто приводит к размытию текстур [10]. В сплаве Al7Zn зерна разориентированы в процессе деформации друг по отношению к другу под произвольными углами, в сплаве Al7ZnFeNi зерна с высокоугловыми границами при деформациях  $e \geq 1,6$  (рис. 5.8 ж, з) имеют доминирующую разориентировку со средним углом разориентировки  $45^\circ$ .

Средние значения размера рекристаллизованного зерна на малых степенях деформации в результате EBSD-анализа одинаковы в обоих сплавах и не превышает 2.5 мкм, с увеличением степени деформации зерно в рекристаллизованном объеме вырастает до 4 мкм, что согласуется с размером зерен, полученным в световом микроскопе.

В сплаве Al4ZnNi можно выделить два оптимальных режима деформации: 480 °C и постоянная скорость деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и 440 °C при скорости на порядок выше –  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Исходные EBSD-карты показывают (рис. 5.9 а, в), что доля малоугловых и высокоугловых границ одинакова при обоих температурах, также одинакова исходная текстура образцов. При деформации выявляется разница в размере зерна, при высокой скорости зерно не успевает вырасти, больше наблюдается зерен мелкой фракции. Однако среднестатистический размер зерна одинаков в пределах ошибки. В исходном состоянии и после деформации 0.69 при  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  размер зерна равен  $3.9 \pm 0.9$  мкм, тогда как в сплаве при скорости деформации  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  –  $3.5 \pm 0.7$  мкм. Во время деформации при меньшей скорости размер зерна успевает вырасти до  $4.5 \pm 0.6$  мкм, при скорости  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  изменения среднего размера зерна нет до разрушения –  $3.6 \pm 0.6$  мкм. В начале устойчивой стадии течения при обоих режимах деформации в сплаве большая доля субзеренных границ (около 50 %), доля субзерен заметно уменьшается и не превышает 15% перед разрывом (рис. 5.9). Исходная ярко выраженная текстура в образцах размывается с увеличением степени деформации. Однако разориентировка зерен не меняется в процессе деформации, зерна разориентированы преимущественно под углом 45°.

EBSD-анализ обнаруживает признаки полигонизации в процессе деформации для всех сплавов при всех режимах, для более полного представления об эволюции структуры исследована дислокационная структура (рис. 5.10).

Во всех сплавах видны признаки дислокационной активности, на начальной стадии деформации (около 0.4) отмечены значительные скопления дислокаций. С увеличением степени деформации дислокации выстраиваются в стенки (стрелки на рис. 5.10), идет процесс динамической полигонизации. На установившейся стадии течения появляются ЗСВ, что говорит о действии диффузионной ползучести. Качественно изменение дислокационной структуры одинаково во всех сплавах при оптимальных условиях деформации.

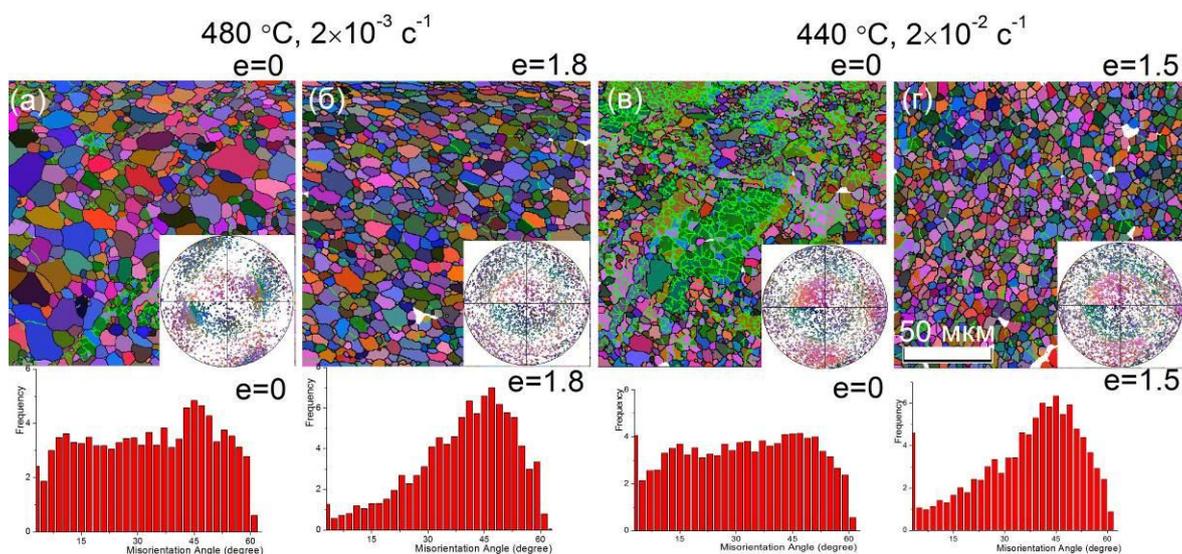


Рисунок 5.9 – EBSD-карты Al<sub>4</sub>ZnNi при температуре 480 °C и постоянной скорости деформации 2 × 10<sup>-3</sup> c<sup>-1</sup> (а-б) и 440 °C, 2 × 10<sup>-2</sup> c<sup>-1</sup> (в-г)

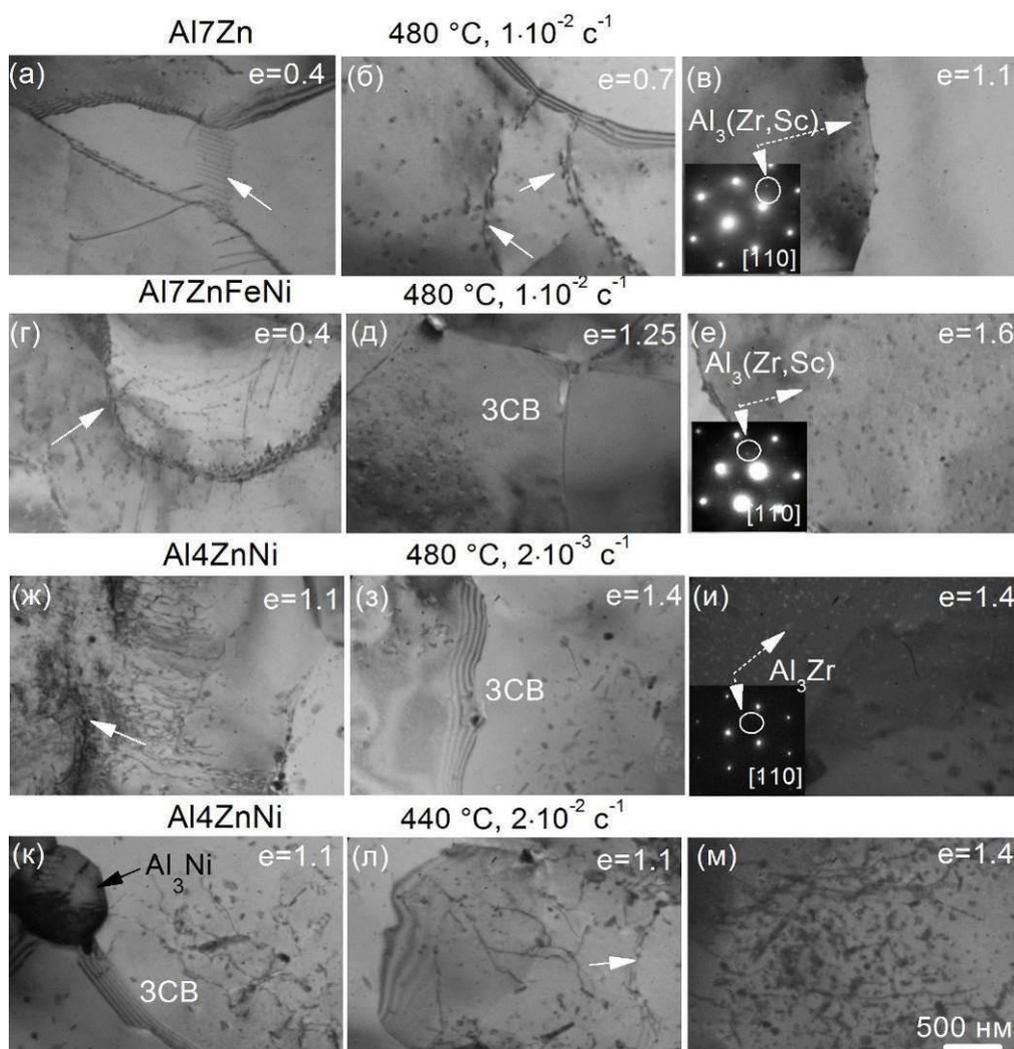


Рисунок 5.10 – Эволюция дислокационной структуры сплавов Al<sub>7</sub>Zn (а-в), Al<sub>7</sub>ZnFeNi (г-е) и Al<sub>4</sub>ZnNi (ж-м). Режимы деформации указаны на рисунке

В структуре, полученной в ПЭМ, наблюдаем  $L1_2$  дисперсоиды (рис. 5.10 в, е, и, м). Частицы  $Al_3(Zr, Sc)$  остаются метастабильными и когерентными при сверхпластической деформации, что подтверждается дифрактограммами.  $Al_3(Zr, Sc)$  частицы замедляют миграцию границ зерен (рис. 5.10 в). Только в сплаве  $Al4ZnNi$  дисперсоиды  $Al_3Zr$  при увеличении деформации (на примере скорости  $2 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ) подрастают, размер дисперсоидов в среднем увеличился в 2.5-3 раза – до 15-18 нм, однако частицы также остаются когерентными матрице.

### 5.5 Развитие пористости

В процессе деформации достаточно сильно развивается пористость, качественно доля пор не зависит от состава выбранных сплавов, однако зависит от условий деформации.

На рисунке 5.11 представлена поверхность образцов сплава  $Al4ZnNi$  после деформации при скоростях, отличающихся на порядок. Зарождение пор происходит преимущественно около эвтектических частиц.

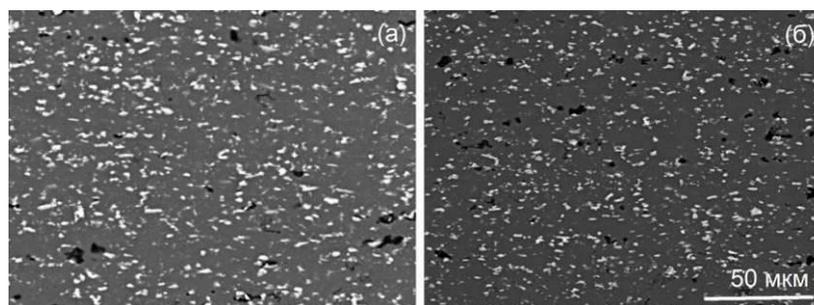


Рисунок 5.11 – Структура образцов после деформации 1.4 при температуре 480 °С и скорости  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (а) и 440 °С,  $2 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (б)

С увеличением скорости деформации интенсивность порообразования увеличивается, значение объемной доли пор достигает 2 % при высокоскоростной сверхпластической деформации и чуть больше 1% при меньшей скорости (рис. 5.12). Уменьшение объемной доли пор может быть связано с возможностью более полного протекания диффузионных процессов из-за меньшей скорости деформации. Развитие пор может быть также связано с участием зернограничного скольжения при деформации.

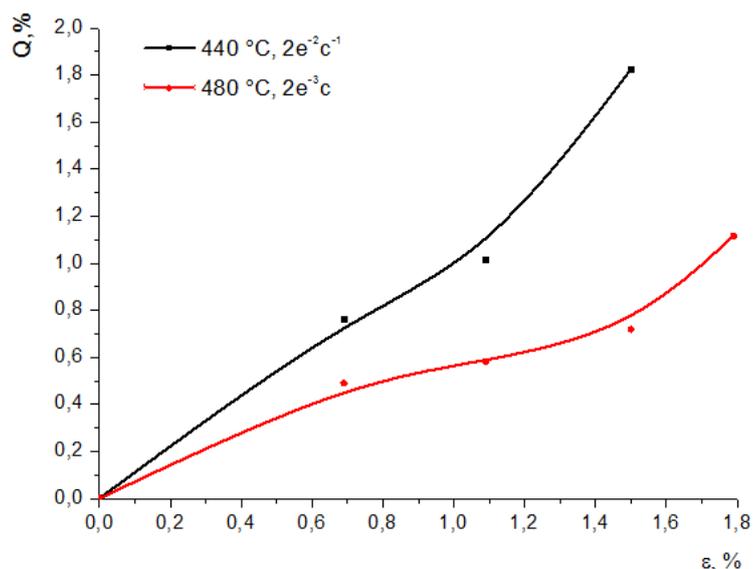


Рисунок 5.12 – Зависимость увеличения объемной доли пор от степени деформации в сплаве Al4ZnNi

### 5.6 Механизмы сверхпластической деформации при повышенных скоростях

Образцы исследуемых сплавов с предварительно полированной поверхностью деформировали до 1.25 при температуре 480 °С и постоянной скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  в атмосфере аргона. Топография образцов показана на рисунке 5.13, неоднородная структура поверхности с рекристаллизованными и нерекристаллизованными зёрнами наблюдается в сплаве Al7Zn системы Al-Zn-Mg-Zr-Sc (рис. 5.13 а), сплав Al7ZnFeNi имеет в основном однородную поверхность с большими складчатыми зонами на границах зёрен, как и сплав Al4ZnNi (рис. 5.13 б, в). Широкие полосчатые зоны (складчатые), локализованные вдоль границ, могут быть результатом механизма диффузионной ползучести [1, 41, 42]. Во время деформации во всех сплавах появляется типичный для сверхпластического состояния рельеф поверхности.

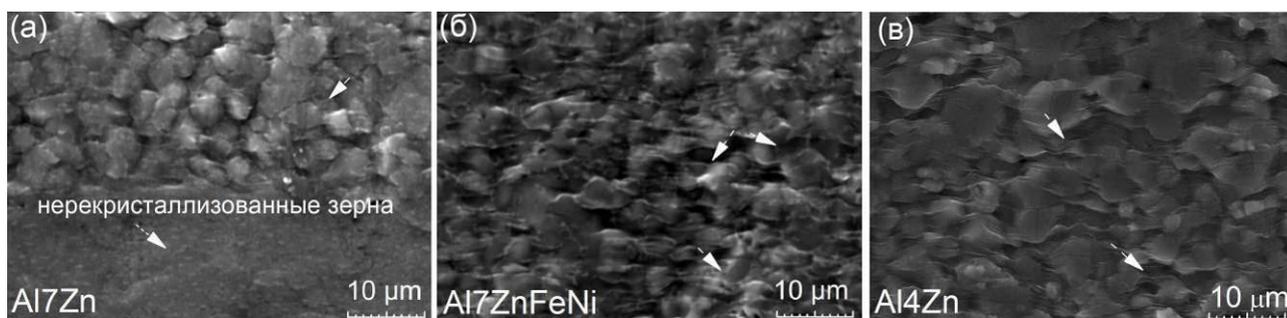


Рисунок 5.13 – Топография поверхности сплавов после деформации 1.25 при температуре 480 °С и скорости  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$

Перед разрушением образцов сплава Al7Zn наблюдается частично рекристаллизованная структура с вытянутыми вдоль деформации зернами, по-видимому, такая структура сохраняется из-за стабильных частиц  $Al_3(Zr, Sc)$ , которые в основном сдерживают динамическую рекристаллизацию. Высокая устойчивость микроструктуры к рекристаллизации является причиной низких сверхпластических свойств в сплаве без крупных эвтектических частиц.

Сверхпластическая деформация, обеспечивающая высокие удлинения сплаву Al7ZnFeNi, приписывается процессу динамической рекристаллизации и когерентным частицам  $Al_3(Sc, Zr)$ , которые сильно замедляют рост зерна. Динамическая рекристаллизация интенсивно происходит в сплаве с крупными частицами  $Al_9FeNi$  (или  $Al_3Ni$ ), крупные частицы могут стать зонами, которые ускоряют зародышеобразование при сверхпластической деформации.

По изучению изменений микроструктуры и качественных изменений поверхности образцов можно предположить, что основным механизмом сверхпластической деформации в сплавах с исходной нерекристаллизованной или частично рекристаллизованной структурой, является зернограничное скольжение. Деформация в сплавах наиболее вероятно сопровождается значительным вкладом диффузионной ползучести.

Оценку механизмов сверхпластической деформации проводили на сплаве Al4ZnNi при разных скоростях деформации. Для изучения высокоскоростной сверхпластичности была нанесена маркерная сетка (рис. 5.14). Пример изменения поверхности после деформации представлен на рисунке 5.15, а численные значения полученных вкладов в таблице 5.1.

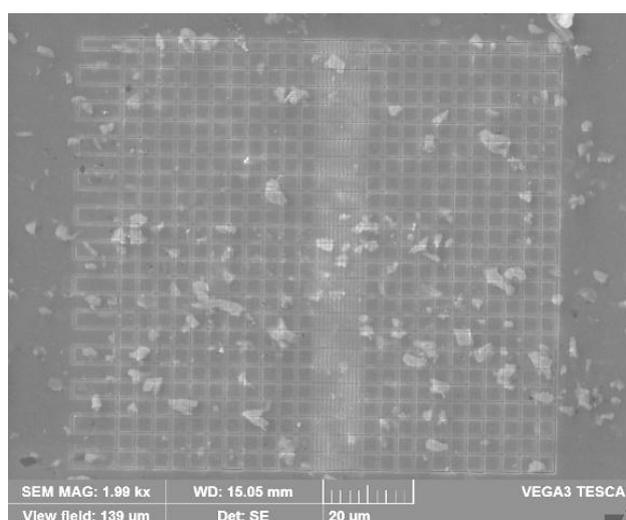


Рисунок 5.14 – Пример маркерной сетки для изучения механизмов сверхпластической деформации

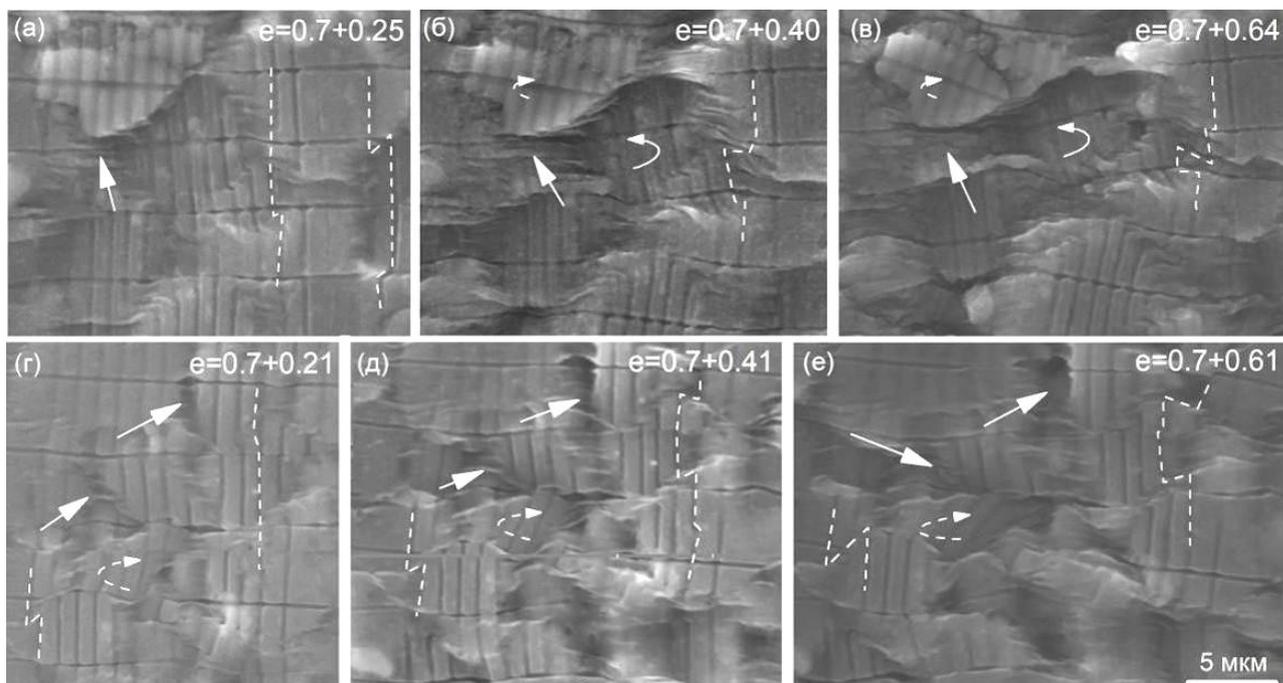


Рисунок 5.15 – Изменение поверхности образцов с маркерной сеткой при температуре 480 °С и скорости  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (а-в) и 440 °С,  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  (г-е)

На первой ступени деформации видны смещения линий маркерной сетки при двух режимах. Однако при скорости  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  смещения большей величины, тогда как при высокоскоростной деформации также видны небольшие развороты зерен. Появляются складчатые зоны, которые говорят о действии диффузионной ползучести и внутризеренной деформации, как аккомодационных процессов, значения которых представлены в табл. 5.1. Вклад диффузионной ползучести можно оценивать по зонам свободным от выделений в процессе деформации, однако в сплаве оценить вклад ДП не представляется возможным, так как они отчетливо обнаруживаются только в ПЭМ, и определить долю ЗСВ таким методом достоверно нельзя из-за его локальности, а в СЭМ не выявлены ЗСВ (рис. 5.16).

Таблица 5.1 – Значения вкладов механизмов сверхпластической деформации сплава Al4Zn

Режим деформации	Деформация $e$	ЗГС		“Полосчатые” зоны		ВДС		Макс. угол разворота, °
		ЗГС, $e_{ЗГС}$	Вклад ЗГС, $\gamma_{ГВС}$ , %	Зоны, $e$	Вклад полосчатых зон, %	ВДС, $e$	Вклад ВДС, %	
480 °С, $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$	0.7+0.25	0.067±0.02	33±8	0.07±0.03	28±12	0,036±0,001	9±4	3
	0.7+0.40	0.084±0.03	21±7	0.16±0.02	41±5	0,019±0,001	5±1	10
	0.7+0.64	0.189±0.08	30±12	0.23±0.07	36±11	0,029±0,001	5±2	30
440 °С, $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$	0.7+0.21	0.026±0.01	12±5	0.07±0.02	33±10	0,085±0,001	40±5	5
	0.7+0.41	0.088±0.06	22±14	0.15±0.03	37±7	0,087±0,001	22±3	15
	0.7+0.61	0.121±0.05	20±8	0.16±0.05	26±8	0,094±0,001	16±2	45

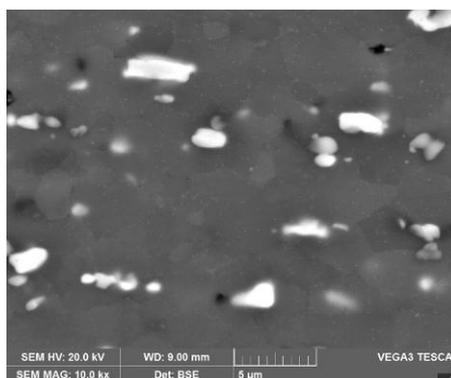


Рисунок 5.16 – Структура образца после деформации 1.1

По результатам расчетов, представленных в таблице 5.1 можно сделать вывод, что при 480 °С и скорости  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  вклад зернограничного скольжения постоянен в процессе деформации и составляет около 30 %, совместное действие диффузионной и дислокационной получести также не меняется и составляет в среднем 35 %, однако основным аккомодационным процессом является диффузионная ползучесть и деформация приграничных зон, так как вклад внутризеренной деформации мал и не превышает 10 %.

Определено, что с понижением температуры и увеличением скорости на порядок (также оптимальные условия деформации сплава Al4ZnNi) значительно возрастает роль внутризеренной деформации, ее вклад составляет около 40 %. С увеличением деформации вклад ВДС уменьшается до 20 %. При деформации образцов при 440 °С и скорости  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  значения зернограничного скольжения немного уменьшаются по сравнению с полученными значениями при меньшей скорости. При этом при небольшой деформации на стадии устойчивого течения значение ЗГС  $\approx 12 \%$ , а с увеличением деформации достигает  $\approx 20 \%$ . Вклад «полосчатых» зон не меняется в процессе деформации и составляет около 30 %. В процессе деформации при обоих режимах наблюдается разворот зерен, с увеличением степени деформации угол разворота также увеличивается, однако при большей скорости деформации максимальный угол разворота значительно больше и составляет 45°.

Основная разница в процессе высокоскоростной и скоростной деформации в сильном развороте зерен при большой скорости и влиянии внутризеренной деформации. Развороты зерен являются признаком зернограничного скольжения, а учитывая посчитанный вклад ЗГС можно сделать вывод, что в сплаве основным механизмом является зернограничное скольжение. Увеличение скорости деформации влияет на прохождение ЗГС, зерна не только смещаются друг относительно друга, а включается наиболее выраженное действие механизма скольжения за счет разворота зерен. Аккомодационными механизмами являются диффузионная ползучесть и внутризеренное дислокационное скольжение: при меньшей

скорости основной аккомодационный механизм – это диффузионная ползучесть, а при увеличении скорости деформации – внутриверенное дислокационное скольжение.

## Выводы по разделу 5

1. Исследованы особенности сверхпластической деформации и эволюции структуры сплавов системы Al-Zn-Mg с добавками эвтектикообразующих (Fe, Ni) и/или дисперсоидообразующих (Zr, Sc) элементов, обеспечивающих исходную перед началом деформации частично или полностью нерекристаллизованную структуру состоящую из субзерен. Сплавы проявляют способность к высокоскоростной сверхпластичности ( $10^{-2}$  -  $10^{-1}$  с<sup>-1</sup>): в присутствии эвтектикообразующих элементов исследуемые сплавы демонстрируют высокие удлинения выше 400% и скоростную чувствительность  $m > 0.5$  при скоростях деформации до  $8 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> в интервале температур 420-480 °С. Эффективная энергия активации сверхпластической деформации составила ~100 кДж/моль, что несколько выше значений энергии активации зернограницной самодиффузии для чистого Al.

2. В процессе сверхпластической деформации при температурах 440-480°C и скоростях деформации  $2 \cdot 10^{-3}$  -  $2 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> сплавов с крупными частицами (Al<sub>3</sub>Ni, Al<sub>9</sub>FeNi) проходит динамическая рекристаллизация, обеспечивающая формирование мелкозернистой структуры с размером зерна менее 4 мкм, при этом текстура при сверхпластическом течении практически размывается. В сплаве без крупных эвтектических частиц сверхпластическая деформация приводит к более острой остаточной текстуре и формированию неоднородной зеренной структуры с участками мелких рекристаллизованных и крупных исходных волокон, из-за неоднородности динамической рекристаллизации, не завершающейся до разрушения.

3. Анализом структуры сверхпластически деформированных образцов с крупными частицами эвтектических фаз в просвечивающем электронном микроскопе выявлены зоны свободные от выделений и рост частиц L1<sub>2</sub>-фазы с 6 до 12-18 нм, при этом в процессе деформации частицы сохраняют L1<sub>2</sub>-структуру и когерентность матрице, а дислокационная активность увеличивается с увеличением степени деформации.

4. Пористость после разной степени сверхпластической деформации проанализирована на примере сплава с частицами фаз Al<sub>3</sub>Ni и Al<sub>3</sub>Zr. Показано, что пористость практически линейно увеличивается при деформации, при этом одновременное увеличение скорости деформации и понижении температуры приводит к незначительному росту конечных значений объемной доли пор с 1.2 до 1.9 %, при этом можно отметить относительно низкие значения пористости в сплаве.

5. Анализом эволюции структуры поверхности образцов с маркерными сетками показано, что в среднем вклад зернограничного скольжения составляет 21-33%, а внутризеренной деформации  $<10\%$  при  $480\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $2\times 10^{-3}\text{ с}^{-1}$ , при этом зернограничное скольжение менее развито с вкладом 12-22%, а внутризеренная деформация более существенна и достигает  $40\%$  при  $440\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $2\times 10^{-2}\text{ с}^{-1}$ . На поверхности образцов при деформации выявляются полосчатые зоны, доля которых в общей деформации составляет  $\sim 30-40\%$ .

## Выводы по работе

1. Разработана методика изучения вкладов механизмов сверхпластической деформации (зернограничного скольжения и внутризеренной деформации) в сплавах с использованием маркерных сеток, полученных методом ионного травления. Установлено, что ионное травление не оказывает существенного влияния на структуру и действующие механизмы сверхпластической деформации, так как вклады зернограничного скольжения, определенные по образцам с нанесенной маркерной сеткой и маркерными царапинами совпадают в пределах статистической ошибки определения.

2. Показано, что при сверхпластической деформации двухфазных латуней в  $\beta$ -фазе образуются двойники деформации и происходит динамическая рекристаллизация, приводящая к формированию в процессе деформации ультрамелкозернистой структуры с размером зерен  $\beta$ -фазы от 300 до 600 нм в двойной латуни против от 100 до 300 нм в латуни с добавкой 1 масс.% Al.

3. Установлено, что добавление 0.5-2.2 % алюминия в двухфазную двойную латунь с дуплексной структурой приводит к увеличению относительного удлинения с 300 до 500 % при оптимальной скорости деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и температуре 550 °С, обеспечивающей соотношение фаз  $\alpha/\beta$  близкое к 50/50, благодаря уменьшению пористости с 4-5 до 1.0-1.5 % за счет формирования ультрамелкозернистой структуры в  $\beta$ -фазе, уменьшения вклада зернограничного скольжения с 60-80% в двойной латуни до 20-40% в латуни с алюминием за счет замедления диффузионных процессов при сверхпластической деформации.

4. В сплаве AA7475 системы Al-Zn-Mg-Cu-Cr с исходным средним размером зерен 4.5 мкм выявлены признаки зернограничного скольжения, сопровождаемого скольжением смежных зерен вдоль границ зерен, сменой соседних зерен, вращением зерен с сохранением исходной формы тела зерен, появлением и исчезновением зерен на поверхности образца. Аналогичные эффекты за исключением смены соседей зерен, появления и исчезновения зерен с поверхности образца обнаружены в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr с размером исходных зерен от 5.5 до 7.7 мкм. При этом, в AA7475 угол разворота достигает 45°, а в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr не превышает 30°.

5. В сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr и сплаве AA7475 системы Al-Zn-Mg-Cu-Cr при деформации появляются широкие «полосчатые» зоны. Анализ приповерхностной структуры в области таких зон обнаруживает их принадлежность телу соседних зерен и

формирование под ними зон свободных от выделений. Последнее позволяет полагать, что появление «полосчатых» зон вызвано, в основном, действием диффузионной ползучести.

6. Показано, что в сплаве AA7475 при оптимальных температурно-скоростных условиях сверхпластической деформации соотношение вкладов действующих механизмов изменяется при переходе от начальной ( $\epsilon=0.15-0.69$ ) до установившейся ( $\epsilon=0.69-1.59$ ) стадии деформации. При этом, вклад зернограничного скольжения увеличивается с 30% до 60%, деформация тела зерна незначительна, наблюдается только перед разрушением, и обеспечивает вклад общую деформацию около 14%, а вклад диффузионной ползучести, оцененный по «полосчатым» зонам на поверхности образца, уменьшается с 60 до 30-40 %.

7. Наибольший вклад зернограничного скольжения в 40% среди исследованных «магналиев» выявлен на начальной стадии деформации в сплаве Al-Mg-Mn без хрома. В сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr вклад зернограничного скольжения не зависит от степени деформации и увеличивается в среднем с 10% при 4.9%Mg до 30% при 6.8%Mg. Уменьшение вклада зернограничного скольжения из-за легирования хромом можно объяснить сдерживанием перемещения границ зерен частицами дисперсоидов, а увеличение вклада зернограничного скольжения при увеличении концентрации магния с 4.9 до 7.6 % объяснено уменьшением размера зерна.

8. По результатам анализа эволюции зон свободных от выделений, образующихся при сверхпластической деформации, установлено, что в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr при сверхпластическом течении доминирует диффузионная ползучесть. Вклад диффузионной ползучести уменьшается с 60-70% на начальной до 20-40% на устойчивой стадии деформации, при этом деформация тела зерна, ассоциированная с действием дислокационной ползучести, увеличивается с 10-20% на начальной до 20-35% на устойчивой стадии деформации, что подтверждается ростом дислокационной активности в объеме образцов.

9. Разработана технология получения листа сплава с Al-4.9%Mg-0.6%Mn-0.2%Cr (AA5083), включающая гетерогенизационный отжиг, позволяющая благодаря уменьшению среднего размера зерна до 5.5 мкм повысить скорость сверхпластической деформации в два раза с 1 до  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Показано, что при одинаковых условиях сверхпластической деформации уменьшение размера зерна в сплаве приводит к увеличению вклада зернограничного скольжения с 10 до 20%.

10. Показано, что в процессе сверхпластической деформации при температурах 440-480 °C и скоростей деформации  $2 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  сплавов Al-Zn-Mg-Zr/Sc с крупными частицами (Al<sub>3</sub>Ni, Al<sub>9</sub>FeNi) проходит динамическая рекристаллизация, обеспечивающая формирование мелкозернистой структуры с размером зерна менее 4 мкм. В сплавах

обнаружены зоны свободные от выделений и отмечен рост частиц  $L_{12}$ -фазы с 6 до 12-18 нм, при этом в процессе деформации частицы сохраняют  $L_{12}$ -структуру и когерентность матрице, а дислокационная активность увеличивается с увеличением степени деформации.

11. Анализ эволюции структуры поверхности образцов сплава системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr с бимодальным распределением частиц эвтектических  $Al_3Ni$  и нанометрических дисперсоидов  $Al_3Zr$  и со средним размером зерна 3.5 мкм показал, что вклад зернограничного скольжения составляет 21-33%, а внутризеренной деформации <10% при режиме деформации 480 °C и  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , при этом зернограничное скольжение несколько менее развито - 12-22%, а внутризеренная деформация более существенна до 40% при 440 °C и  $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , при доле полосчатых (диффузионных) зон 30-40% при деформации по обоим режимам. Пониженный вклад зернограничного скольжения в сплаве по сравнению со сплавом AA7475 аналогичной системы легирования Al-Zn-Mg-Cu-Cr можно объяснить закреплением границ зерен дисперсоидами нанометрических размеров.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. K. Sotoudeh, P.S. Bate. Diffusion creep and superplasticity in aluminium alloys. // *Acta Materialia* 58 (2010) 1909–1920.
2. A.A. Bochvar, Z.A. Sviderskaya, Superplasticity in Zinc-Aluminum Alloys, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk*, 9 (1945) 821-827.
3. C.E. Pearson, The viscous properties of extruded eutectic alloys of lead-tin and bismuth-tin, *J. Inst. Met.* 54 (1934) 111–123.
4. I.I. Novikov, V.K. Portnoy, Superplastizitat von Legierungen. VEB Deutscher Verlag fur Grundstoffindustrie. Leipzig, 1984.
5. T.G. Nieh, J. Wadsworth, O.D. Sherby, Superplasticity in Metals and Ceramics, Cambridge University Press, 1997.
6. W.A. Backofen, I.R. Turner, and D.H. Avery, 'Superplasticity in an Al-Zn Alloy,' *Trans. ASM*, 57 (1964), pp. 980-990.
7. Fundamentals of Creep in Metals and Alloys: Edition 3 Michael E. Kassner 6 января 2015 г. Butterworth-Heinemann
8. Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep Terence G. Langdon Pages 689-700 | Received 16 Feb 1970, Published online: 20 Aug 2006 Download citation <https://doi.org/10.1080/14786437008220939>
9. Pilling, J., Ridley, N., 1989. Superplasticity in Crystalline Solids. London: Institute of Metals.
10. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE 5 (1970) 1091-1102 Superplasticity: A Review G. d. DAVIES, d. W. EDINGTON, C. P. CUTLER, K. A. PADMANABHAN Department of Metallurgy, University of Cambridge, Pembroke Street, Cambridge
11. Edington J.W., Melton K.N., Cutler C.P. Superplasticity// *Progress in materials science*. 1976. V.21. №2. P.61-158.
12. Ramírez P., Alday F.G., Adabbo H.E., Ruano O.A. Superplastic behaviour of Al-5wt.%Ca-5wt.%Zn alloy// *Materials Science and Engineering*. 1987. V. 93. P. L11-L15.
13. Chokshi A.H., Langdon T.G. The activation energy for superplastic deformation in the Al-33% Cu eutectic alloy// *Scripta Metallurgica*. 1987. V.21. № 12. P. 1669–1673.
14. Kannan K., Hamilton C.H. Cavity distribution effects on superplastic ductility of a eutectic Pb-Sn alloy// *Scripta Materialia*. 1997. V. 37. № 4. P. 455–462.
15. Mikhaylovskaya A.V., Ryazantseva M.A., Portnoy V.K. Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys // *Materials Science and Engineering A*. 2011. V. 528. P. 7306– 7309.

16. Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V., Portnoy V.K. Effect of the Solid-Solution Composition on the Superplasticity Characteristics of Al–Zn–Mg–Cu–Ni–Zr Alloys// *The Physics of Metals and Metallography*. 2014. V. 115. №. 7. P.730-735.
17. Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А. Имаев В. М., Имаев М. Ф. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: Эксперимент, теория, технологии. М.: Наука.2014. 284 с.
18. Fa-Yu Lin, Yi-Hong Huang, Feng Ruan, A study of Superplasticity of Brass and its Application. *Int. J. Mach. Tool. Des. Res*, 126 (1986) 51–60.
19. K.Neishi, Z.Horita, T. Langdon, Achieving superplasticity in a Cu-40%Zn alloy through severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 45 (2001) 965–970.
20. A review of the numerical analysis of superplastic forming R.D. Wood, J. Bonet, 1996
21. A. Mohan, W. Yuan, R.S. Mishra, High strain rate superplasticity in friction stir processed ultrafine grained Mg–Al–Zn alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 562(2013) 69-76. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.026>
22. A. A. Presnyakov and V. V. Chervyakova: *Izv. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk*, 1960, no. 3, p. 92.
- A. A. Presnyakov and V. V. Chervyakova: *Fiz. Met. i Metallovedenie*, 1959, vol. 8, no. 1, p. 114, (p. 96 in Pergamon transl.).
- A. A. Presnyakov and V. V. Chervyakova: *Proc. Inst. Nuclear Physics, Acad. Sci. Kazakh SSSR*, 1959, vol. 2, p. 3.
23. G. Terence Langdon, Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades, *Journal of Materials Science*, 41 (2006) 597-609. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-6476-0>
24. I.I. Novikov, V.K.Portnoy, V.S.Levchenko, A.O.Nikiforov, Subsolidus superplasticity of aluminum alloys, *Mater. Sci. Forum*, Vols. 243-245, pp. 463-468, 1997 <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.243-245.463>
25. P.L. Blackwell, P.S. Bate, Superplastic Deformation without Relative Grain Translation?, *Mater. Sci. Forum* 304–306 (1999) 189–194.
26. F.R. Cao, H. Ding, Y.L. Li, G. Zhou, J.Z. Cui, Superplasticity, dynamic grain growth and deformation mechanism in ultra-light two-phase magnesium–lithium alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 2335-234. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.12.029>
27. J.C. Tan, M.J. Tan, Superplasticity and grain boundary sliding characteristics in two stage deformation of Mg-3Al-1Zn alloy sheet, *Materials Science and Engineering A* 339 (2003) 81-89 [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00097-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00097-7)

28. И.И. Новиков, В.К. Портной. Особенности сверхпластической деформации некоторых алюминиевых сплавов. // Изв. вузов. Цветная металлургия. – 2001.– № 4.
29. Dynamic anisotropic grain growth during superplasticity in Al–Mg–Mn alloy Hiroshi Masuda, Takaaki Kanazawa, Hirobumi Tobe, Eiichi Sato Scripta Materialia 149 (2018) 84–87
30. M.Kh. Rabinovich, V.G. Trifonof, Dynamic grain growth during superplastic deformation, Acta Materialia, 44 (1996) 2073-2078. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00263-4](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00263-4)
31. D. H. Shin, Y. J. Joo, W. J. Kim, and C. S. Lee, Microstructural evolution during superplastic deformation of a 7475 Al alloy, Journal of Materials Science, 33, (1998) 3073-3078. <https://doi.org/10.1023/A:1004383420256>
32. F. Li, D.H. Bae, A.K. Ghosh, Acta Mater. 45 (1997) 3887–3895.
33. M.F. Ashby, R.A. Verrall, Diffusion accommodated flow and superplasticity, Acta Metall, 21 (1973), 149-163.
34. J.R. Spingarn, W.D. Nix, Diffusion creep and diffusionally accommodated grain rearrangement, Acta Metallurgica, 26 (1978) 1389-1398. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(78\)90154-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(78)90154-2)
35. Ball, A., Hutchinson, M.M., 1969. Superplasticity in the aluminum–zinc eutectoid. Met.Sci. J. 3, 1–7.
36. Amiya K. Mukherjee, The rate controlling mechanism in superplasticity, Materials Science and Engineering, 8 (1971) 83-89. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(71\)90085-1](https://doi.org/10.1016/0025-5416(71)90085-1)
37. Reply to observations on the differences reported in region I for superplastic Zn-22% Al eutectoid A.ArieliAmiya K.Mukherjee [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(81\)90335-5](https://doi.org/10.1016/0036-9748(81)90335-5) Scripta Metallurgica Volume 15, Issue 2, February 1981, Pages 237-244
38. Terence G. Langdon, An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity, Mater.Sci.Eng.A 174 (1994) 225–230 [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)91092-8](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)91092-8).
39. R. C. Gifkins, Grain rearrangements during superplastic deformation, Journal of Materials Science, 13 (1978) 1926–1936. <https://doi.org/10.1007/BF00552899>
40. Сверхпластическая формовка конструкционных сплавов. Под ред. Н.Е. Пейтона, К.Х. Гамильтона, пер. с англ. под ред. И.И. Новикова, О.М. Смирнова. – М.: Металлургия, 1985.
41. Новиков И.И., Портной В.К. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном.// М.:Металлургия, 1981. 168 с.
42. R.I. Todd (2000) Critical review of mechanism of superplastic deformation in fine grained metallic materials, Materials Science and Technology, 16:11-12, 1287-1294, DOI: 10.1179 /026708300101507118

43. S.N. Patankar, T.M. Jen. Strain Rate Insensitive Plasticity in Aluminum Alloy 5083. // Scripta Materialia, Vol. 38, №8, 1998, p. 1255–1261.
44. В.К. Портной, Д.С. Рылов, В.С. Левченко и др. // Сверхпластичный магналий для повышенных скоростей сверхпластической формовки. – Цветные Металлы.– №1, 2005.
45. A.K. Ghosh, R. Raj, Grain size distribution effects in superplasticity, Acta Metall, 29 (1981), 607-616.
46. A.H. Chokshi, The influence of grain size on cavitation in superplasticity, Mater. Sci. Forum, 233–234 (1997) 89–108. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.233-234.89>
47. T. Sahraoui, M. Hadji, N. Bacha, R. Badji, Superplastic deformation behavior of 7075 aluminum alloy, Journal of materials engineering and performance, 12 (2003) 398-401, <https://doi.org/10.1361/105994903770342917>
48. K.A. Padmanabhan, H. Gleiter, Common mechanism for superplastic deformation in different classes of materials, Material Science Forum, 735 (2013) 26-30. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.735.26>
49. V. Srivastava, J.P. Williams, K.R. McNee, G.W. Greenwood, H. Jones, Low stress creep behaviour of 7075 high strength aluminium alloy, Materials Science and Engineering A, 382 (2004) 50–56. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.047>
50. A.K. Ghosh, Tensile instability and necking in materials with strain hardening and strain-rate hardening, Acta Metallurgica, 25 (1977) 1413-1424. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(77\)90072-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90072-4)
51. I.M. Lifshitz, On the theory of diffusion-viscous flow of polycrystalline bodies, Soviet Physics JETP, 17 (1963) 909-920. [www.jetp.ac.ru/cgi-bin/dn/e\\_017\\_04\\_0909](http://www.jetp.ac.ru/cgi-bin/dn/e_017_04_0909)
52. C.L. Chen, M.J. Tan, Effect of grain boundary character distribution (GBCD) on the cavitation behaviour during superplastic deformation of Al 7475, Materials Science and Engineering, 338 (2002) 243-252. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00083-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00083-7)
53. H. Shin Dong, Park Kyung-Tae, Directional cavity stringer formation in a superplastic 7075 Al alloy Mater. Sci. Eng. A268 (1999) 55-62.
54. J. J. Blandin, B. Hong, A. Varloteaux, M. Suery, G. L'esperance, Effect of the nature of grain boundary regions on cavitation of a superplastically deformed aluminium, Acta Materialia, 44 (1996) 2317-2326. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00340-1](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00340-1)
55. M. Rust, R. Todd, High resolution surface studies of superplastic deformation in shear and tension, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 39 (2008) 289-292. <https://doi.org/10.1002/mawe.200800291>

56. M.A. Rust, R.I. Todd, Surface studies of Region II superplasticity of AA5083 in shear: Confirmation of diffusion creep, grain neighbor switching and absence of dislocation activity, *Acta Materialia*, 59 (2011) 5159–5170. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.04.051>
57. J.A. Valle, M.T. Perez-Prado, O.A. Ruano, Deformation mechanisms responsible for the high ductility in a Mg AZ31 alloy analyzed by electron backscattered diffraction, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 (2005) 1427-1438. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0235-8>
58. H. Zhang, L. Zhang, X. Cheng, L. Xu, B. Bai, Superplastic behavior during warm deformation of martensite in medium carbon steel, *Scripta Materialia*, 62 (2010) 798-801. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.12.001>
59. H. Zhang, K.G. Pradeep, S. Mandal, D. Ponge, P. Choi, C.C. Tasan, D. Raabe, Enhanced superplasticity in an Al-alloyed multicomponent Mn-Si-Cr-C steel, *Acta Materialia*, 63 (2014) 232-244. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.034>
60. M.T. Pérez-Prado, G. González-Doncel, O.A. Ruano, T.R. McNelley, Texture analysis of the transition from slip to grain boundary sliding in a discontinuously recrystallized superplastic aluminum alloy, *Acta Materialia*, 49 (2001) 2259-2268. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00128-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00128-8)
61. D. Lee The nature of superplastic deformation in the Mg-Al eutectic, *Acta Metallurgica*, 17 (1969) 1057-1069. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(69\)90051-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(69)90051-0)
62. J.C.Tan, M.J.Tan, Dynamic continuous recrystallization characteristics in two stage deformation of Mg–3Al–1Zn alloy sheet, *Materials Science and Engineering*, 339 (2003) 124-132. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00096-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00096-5)
63. P.S.Bate, N.Ridley, B.Zhang, Mechanical behaviour and microstructural evolution in superplastic Al–Li–Mg–Cu–Zr AA8090, *Acta Materialia*, 55 (2007) 4995-5006. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.05.017>
64. P. Bate, P. Blackwell, Surface Marker Behaviour in Superplastic and Non-superplastic Tension of Al-4.5% Mg, *Scripta Materialia*, 38 (1998) 901-907. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(97\)00569-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(97)00569-1)
65. P.S. Bate, F.J. Humphreys, N. Ridley, B. Zhang, Microstructure and texture evolution in the tension of superplastic Al–6Cu–0.4Zr, *Acta Materialia*, 53 (2005) 3059-3069. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.03.019>
66. W.A. Rachinger, Relative grain translations in the plastic flow of aluminium, *Journal, Institute of Metals*, 1952, 81(1412) 33-41.
67. C.H. Hamilton, C.C. Bampton, N.E. Paton, Superplastic forming of structural alloys, *Metallurgical Society of AIME*, 1982.

68. J. Liu and D.J. Chakrabarti, Grain structure and microstructure evolution during superplastic forming of a high strength Al–Zn–Mg–Cu alloy, *Acta Materialia*, 44 (1996) 4641–4661. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00141-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00141-3)
69. H. E. Adabbo, G. Gonzalez-Doncel, O. A. Ruano J. M. Belzunce, O. D. Sherby, Strain hardening during superplastic deformation of Al-7475 alloy, *Materials Research Society*, 3 (1989) 587-594. <https://doi.org/10.1557/JMR.1989.0587>
70. Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Pozdniakov A.V., Portnoy V.K. A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity// *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. V. 599. P. 139-144.
71. R.H. Bricknell and J.W. Edington, Superplasticity in the Commercial Al–Zn–Mg Alloy BA 708, *Met. Trans. A*, 7A (1976) 153–154.
72. Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy, *Acta Materialia* 50 (2002) 4419–4430. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00278-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00278-1)
73. Y.L. Duan, G.F. Xu, X.Y. Peng, Y. Deng, Z. Li, Z.M. Yin, Effect of Sc and Zr additions on grain stability and superplasticity of the simple thermal–mechanical processed Al–Zn–Mg alloy sheet, *Materials Science and Engineering: A*, 648 (2015) 80–91.
74. A. Kumar, A.K. Mukhopadhyay, K.S. Prasad, Superplastic behaviour of Al–Zn–Mg–Cu–Zr alloy AA7010 containing Sc, *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 854–857.
75. L.K. Berg, J.G. Jonnes, V. Hansen, X.Z. Li, M. Knutson-Wedel, G. Waterloo, D. Schryvers and L.R. Wallenberg GP-Zones in Al–Zn–Mg Alloys and their role in artificial aging, *Acta mater*, 49 (2001) 3443–3451.
76. Y.L. Duan, G.F. Xu, L. Zhou, D. Xiao, Y. Deng, Z. Yin, B. Peng, Q. Pan, Y. Wang, L. Lu Achieving high superplasticity of a traditional thermal–mechanical processed non-superplastic Al–Zn–Mg alloy sheet by low Sc additions, *Journal of Alloys and Compounds* 638 (2015) 364–373.
77. I. Charit, R.S. Mishra, Low temperature superplasticity in a friction-stir-processed ultrafine grained Al–Zn–Mg–Sc alloy, *Acta Materialia* 53 (2005) 4211–4223.
78. Ying Denga, Zhimin Yina, Kai Zhaoa, Jiaqi Duana, Zhenbo He, Effects of Sc and Zr microalloying additions on the microstructure and mechanical properties of new Al–Zn–Mg alloys, *Journal of Alloys and Compounds* 530 (2012) 71–80.
79. R. Grimes, C. Baker, M.J. Stowell, B.M. Watts Development of superplastic aluminium alloys, *Aluminium*, 51 (1975) 720-723.
80. B.M. Watts, M.J. Stowell, B.L. Baikie and D.G.E. Owen, Superplasticity in Al–Cu–Zr alloys. Part 1: material preparation and properties, *Metal Sci.* 10 (1976) 189–197.

81. S. Katsas, R. Dashwood, R. Grimes, M. Jackson, G. Todd, H. Henein, Dynamic recrystallisation and superplasticity in pure aluminium with zirconium addition, *Materials Science and Engineering A* 444 (2007) 291–297.
82. M.E. Van Dalen, T. Gyger, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Effects of Yb and Zr microalloying additions on the microstructure and mechanical properties of dilute Al–Sc alloys, *Acta Materialia* 59 (2011) 7615–7626.
83. C. Booth-Morrison, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Coarsening resistance at 400 °C of precipitation-strengthened Al–Zr–Sc–Er alloys, *Acta Materialia* 59 (2011) 7029–7042.
84. K. Ma, T. Hu, H. Yang, T. Topping, A. Yousefiani, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung, Coupling of dislocations and precipitates: Impact on the mechanical behavior of ultrafine grained Al–Zn–Mg alloys, *Acta Materialia* 103 (2016) 153–164.
85. P.K. Rout, M.M. Ghosh, K.S. Ghosh, Microstructural, mechanical and electrochemical behaviour of a7017 Al–Zn–Mg alloy of different tempers, *Materials Characterization* 104 (2015) 49–60.
86. K. Wang, F. C. Liu, Z. Y. Ma, and F. C. Zhang, “Realization of exceptionally high elongation at high strain rate in a friction stir processed Al–Zn–Mg–Cu alloy with the presence of liquid phase,” *Scripta Materialia*, vol. 64, no. 6, pp. 572–575, 2011.
87. L. Jiao, *Research on Plastic Deformation Behavior and Properties of In Situ Particulate Reinforced Aluminum Matrix Composites*, Jiangsu University, Suzhou, China, 2014.
88. L. B. Johannes and R. S. Mishra, “Multiple passes of friction stir processing for the creation of superplastic 7075 aluminum,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 464, no. 1-2, pp. 255–260, 2007.
89. Xiaowu Cao, Guofu Xu, Yulu Duan, Zhimin Yin, Liying Lu, Yingjun Wang, Achieving high superplasticity of a new Al–Mg–Sc–Zr alloy sheet prepared by a simple thermal–mechanical process, *Materials Science & Engineering A* 647 (2015) 333–343.
90. Y.L.Duan, G.F.Xu, D.Xiao, L.Q.Zhou, Y.Deng, Z.M.Yin, Excellent superplasticity and deformation mechanism of Al–Mg–Sc–Zr alloy processed via simple free forging, *Materials Science&EngineeringA* 624(2015)124–131.
91. Jorge A. del Valle, M. Teresa Pérez-Prado, Oscar A. Ruano, Symbiosis between grain boundary sliding and slip creep to obtain high-strain-rate superplasticity in aluminum alloys, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 3385–3390.
92. Портной В.К., Ефремов Б.Н., Новиков И.И. Закономерности влияния температуры на показатели сверхпластичности двухфазной латуни Л59.// *Изв. Вузов Цветная металлургия*. 1976. №4 С. 108-113.

93. Портной В.К., Кожанов В.А. Топографические особенности сверхпластической деформации двухфазной латуни.// ФММ. 1983. Т.55. Вып. 3. С. 592-597.
94. Farabi E., Zarei-Hanzaki A., Pishbin M.H., Moallemi M. Rationalization of duplex brass hot deformation behavior: The role of microstructural components// Materials Science&Engineering A 2015. V.641. P.360–368.
95. Padmavardhani D., Prasad Y.V.R.K. Characterization of Hot Deformation Behavior of Brasses Using Processing Maps: Part I.  $\alpha$  Brass// Met. Trans. A 1991. V. 22A. № 12. P. 2985-2992.
96. Sagat S., Taplin D.M.R., Fracture of a superplastic ternary brass.// Acta Metallurgica. 1976. V. 24. № 4. P. 307–315.
97. Humpries C.W., Ridley N. Cavitation during the superplastic deformation of an  $\alpha/\beta$  brasses // J. Mater. Sci. 1978. V. 13. №11. P. 2477-2482.
98. Shichun W., Miaoquan L., Zhixiao D., Mabao L. Measurements of the changes in microstructure during superplastic deformation// Journal of Materials Processing Technology. 1997. V. 69. P. 203-207.
99. Blandin J.J., Sury M., Cavity nucleation during superplastic deformation// Scripta Met. 1989. V. 23. P. 1503-1508.
100. Ragab A.R. Modeling of the effect of cavitation on tensile failure of superplastic alloys// Materials Science and Engineering A. 2007. V. 454–455 P. 614–622.
101. Belzunce J., Suery M. Analysis of cavity growth and fracture in superplastic  $\alpha/\beta$  brasses// Acta Metallurgica. 1983. V. 31. № 10. P. 1497–1504.
102. Humphreys F. J. Recrystallization mechanisms in two-phase alloys// Metal Science 1979. V. 13. № 3-4 P. 136-145.
103. S. Xuanxiang, G. Shiyou and S. Shenggui. Superplasticity in Al Brass (HA1 66-6-3-2), Chin.J.Met.Sc.Techmol, 8 (1992) 441–442.
104. H. Miyamoto, T. Tanaka, T. Mimaki, R. Matsubara, N. Ashie, S. Miura, Interphase boundary sliding of two-phase CuZnSn alloy couples produced by solid-to-solid diffusion bonding, Materials Science and Engineering A, 380 (2004) 34–40.
105. Bae D.H., Ghosh A.K. Grain size and temperature dependence of superplastic deformation in an Al-Mg alloy under isostructural condition. // Acta Materialia. 2000. V. 48. P.1207 – 1224.
106. Ghosh A. K. A New Physical Model for Superplastic Flow. // Materials Science Forum. 1994. V. 39. P.170-172.
107. Reyes-Calderon F., Mejira I., Boulaajaj A., Cabrera J.M. Effect of microalloying elements (Nb, V and Ti) on the hot flow behavior of high-Mn austenitic twinning induced plasticity (TWIP) steel. // Materials Science & Engineering A. 2013. V. 560 P. 552–560.

108. Reyes-Caldero'n F., Meji'a I., Cabrera J.M. Hot deformation activation energy (QHW) of austenitic Fe–22Mn–1.5Al–1.5Si–0.4C TWIP steels microalloyed with Nb, V, and Ti. // *Materials Science & Engineering A*. 2013. V. 562. P.46–52.
109. H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, Oxford, 1982.
110. O.A. Ruano, O.D. Sherby, On constitutive equations for various diffusioncontrolled creep mechanisms, *Rev. Phys. Appl.* 23 (1988) 625e637.
111. Brandes E.A., Brook G.B. *Smithells Metals Reference Book*.// Butterworth-Heinemann. 1992. P. 1794.
112. E. Alabort, P. Kontis, D. Barba, K. Dragnevski, R.C. Reed, On the mechanisms of superplasticity in Ti–6Al–4V, *Acta Materialia*, 105 (2016) 449-463. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.12.003>
113. Praveen Kumar, Cheng Xu, Terence G. Langdon, The significance of grain boundary sliding in the superplastic Zn–22% Al alloy after processing by ECAP, *Materials Science and Engineering A*, 410–411 (2005) 447–450. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.092>
114. I. I. Novikov V. K. Portnoy V. S. Levchenko, Investigation of Structural Changes During Superplastic Deformation of Zn-22% Al Alloy by Replica Locating Technique, *Acta Metallurgica*, 29 (1981) 1077-1090. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90059-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90059-6)
115. V.K. Portnoy, V.A.Kozhanov, Topographical features of superplastic deformation of the binary brass, *FMM* 55 (1983) 592–597.
116. K. Rao Mahidhara, A. K. Mukhrjee, Superplastic Deformation Behavior of a Fine-grained Aluminum Alloy 7475, *Materials Science and Engineering*, 80 (1986) 181-193. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90196-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90196-5)
117. C.L. Chen , M.J. Tan, Cavity growth and filament formation of superplastically deformed Al 7475 Alloy, *Materials Science and Engineering A* 298 (2001) 235–244. [https://doi.org/10.1016/S0928-4931\(00\)00193-4](https://doi.org/10.1016/S0928-4931(00)00193-4)
118. C.M.Cepeda-Jiménez, J.M.García-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreno. High strain rate superplasticity at intermediate temperatures of the Al7075 alloy severely processed by equal channel angular pressing, *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (2011) 9589-9597. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.07.076>
119. V.S. Levchenko, O.V. Solovjeva, V.K. Portnoy, Yu.V. Shevnuik, Superplasticity of commercial Al-Cu-Mg-Mn alloy A 19, *Trans Tech Publications,Switzerland*, 170-172 (1994) 261-266. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.170-172.261>

120. V.S. Levchenko, V.K. Portnoy, I.I. Novikov (ed. S. Hori, M. Tokizane, N. Furushiro), Unusual low grain boundary sliding in aluminum alloy with classical features of micrograin superplasticity, *Superplasticity in advanced materials*, (1991) 39
121. I. I. Novikov, V. K. Portnoy, A. O. Titov, D. Yu. Belov, Dynamic recrystallization at superplastic deformation of duralumin with initial recrystallized structure, *Scr. materialia*. 42 (2000) 899–904.
122. Gifkins R.C. Superplasticity, creep and boundary sliding// *Scripta Metall*. 1973. V. 7. P.27–33.
123. Zehr S.W., Backofen W.E. Superplasticity in Lead-Tin alloys// *Trans ASM*. 1968. V.61. P. 300–312.
124. Attwood D.G., Hazzledine P.M. A Fiducial Grid for High-Resolution Metallography// *Metallography*. 1976. V. 9. P. 483-501.
125. Rai G., Grant N.J. Observations of Grain Boundary Sliding during Superplasticity Deformation// *Metal Trans*. 1983. V.14A. P.1451-1458.
126. Shei S-A, Langdon T.G. The activation energies for plastic flow in a superplastic copper alloy// *Acta Materialia* 1978. V.26 P.1153-1158.
127. Ridley N., Patterson W.J.D., Livesey D.W. Superplastic Flow and Cavitation Behaviour in  $\alpha/\beta$  Copper Alloys During Compressive Deformation // *Strength Metals and Alloys: Proc. 5th Int. Conf. Aachen. Toronto. 1979. V.1 P. 393-398*.
128. Long-period antiphase domains and short-range order in a B2 matrix of the AlCoCrFeNi high-entropy alloy Yatir Linden, Malki Pinkas, Abraham Munitz, Louisa Meshi *Scripta Materialia* 139 (2017) 49–52
129. Antiphase boundary-like structure in  $\alpha'$  martensite of TC21 titanium alloy XU Yan-fei, LIU Hui-qun, YI Dan-qing, ZHU Zhi-shou, ZHENG Feng *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 22(2012) 1366-1371
130. A high-performance b-stabilized Ti-43Al-9V-0.2Y alloy sheet with a nano-scaled antiphase domain Yu Zhang, Xiaopeng Wang, Fantao Kong, Yuyong Chen *Materials Letters* 214 (2018) 182–185
131. *Physical Metallurgy Principles* - R.E. Reed-Hill D. Van Nostrand Company, NY, 1973, 2 edition, 920 pages.
132. J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, Grain refinement in 7475 aluminium by thermomechanical processing, *Metall. Trans. A* 12 (1981) 1267–1276, <http://dx.doi.org/10.1007/BF02642340>
133. Rao K. Mahidhara, The fracture process in a fine-grained superplastic 7475 Al alloy, *Materials & Design*, 15 (1994) 357-370. [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(94\)90030-2](https://doi.org/10.1016/0261-3069(94)90030-2).

134. Wang Z.C., Davies T.J., Ridle N. Effect of porosity on the superplasticity of an alumina // *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1994. V. 30. Issue 3. pp. 355-359.
135. Xiang H., Pan Q.L., Yu X.H., Huang X., Sun X., Wang X.D., Li M.J., Yin Z.M. Superplasticity behaviors of Al-Zn-Mg-Zr cold-rolled alloy sheet with minor Sc addition // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. V. 676. pp. 128-137.
136. Humphries C.W., Ridley N. Cavitation during the superplastic deformation of an  $\alpha/\beta$  brasses // *J. Mater. Sci.* 1978. V. 13. № 11. P. 2477–2482.