

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

На правах рукописи

Кищик Михаил Сергеевич

ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ В АЛЮМИНИЕВОМ
СПЛАВЕ 1565ч ПУТЕМ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ
ОБРАБОТКИ

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, 2019

Содержание

Введение	4
Актуальность работы.....	4
Цель работы.....	6
Научная новизна	7
Практическая значимость	8
Методология и методы исследования.....	9
Положения, выносимые на защиту	9
Апробация работы	9
Структура и объем работы.....	11
Глава 1 Обзор литературы	12
1.1 Система Al–Mg.....	12
1.2 Сплавы системы Al–Mg	13
1.3 Сверхпластичность промышленных алюминиевых сплавов	15
1.4 Методы получения ультрамелкозернистой структуры в алюминиевых сплавах.....	18
1.5 Интенсивная пластическая деформация.....	22
1.6 Микроструктура и свойства сплавов после интенсивной пластической деформации	25
1.6 Заключение по обзору литературы	29
Глава 2 Методика исследования	30
2.1 Объекты исследования	30
2.2 Термическая обработка	30
2.3 Обработка давлением	31
2.4 Получение образцов с помощью всесторонней изотермической осадки.....	31
2.5 Испытания на комплексе физического моделирования термомеханических процессов Gleeble System 3800.....	33
2.6 Исследования микроструктуры	35
2.7 Количественный анализ параметров структуры.....	36
2.8 Фазовые исследования	36
2.9 Определение температур фазовых превращений	37
2.10 Определение температуры начала рекристаллизации	37
2.11 Измерение твердости.....	37
2.12 Определение механических свойств.....	38
2.13 Определение показателей сверхпластичности.....	38

Глава 3 Влияние гетерогенизационного отжига на структуру и свойства алюминиевого сплава 1565ч.....	41
Раздел 1. Исследование влияния формы, размера и распределения частиц β – фазы, выделяющихся в процессе гетерогенизационного отжига.....	41
Раздел 2. Разработка технологии получения листового полуфабриката.....	54
Выводы по главе	61
Глава 4 Влияние температуры и степени деформации при всесторонней изотермической осадке на микроструктуру и механические свойства сплава 1565ч.....	62
Раздел 1. Эволюция микроструктуры сплава 1565ч в процессе всесторонней изотермической осадки при степени деформации 0.5 за одну ковочную операцию в широком интервале температур	62
Раздел 2. Влияние всесторонней изотермической осадки со степенью деформации 0.7 за одну ковочную операцию на микроструктуру, сверхпластичность и механические свойства сплава 1565ч	84
Выводы по главе	103
Выводы по работе	105
Список литературы.....	108

Введение

Актуальность работы

На сегодняшний день темпы развития авиационной и машиностроительной промышленности предъявляют всё более высокие требования к материалам (прочностные характеристики, пластичность и т.д.), что создаёт необходимость в разработке новых материалов и технологий получения полуфабрикатов и готовых изделий, удовлетворяющих высоким техническим требованиям. Несмотря на увеличение области применения композиционных материалов и титановых сплавов, сплавы на основе алюминия остаются основным материалом в авиастроении. Это связано с их высокой удельной прочностью, сопротивлением усталости и трещиностойкостью, а так же относительно невысокой стоимостью. К таким материалам относятся алюминий-магниево-медные сплавы, входящие в группу термически неупрочняемых деформируемых сплавов. В настоящее время в промышленности нашла применение большая группа сплавов этой системы: АМг1, АМг2, АМг3, АМг4, АМг5, АМг6, АМг61 и ряд других. Из них изготавливают все основные виды полуфабрикатов: листы, плиты, прессованные изделия (прутки, профили, панели, трубы), поковки и штамповки, проволоку заклепочную и сварочную. Полуфабрикаты из этих сплавов имеют средний уровень прочностных характеристик (по сравнению с термически упрочняемыми сплавами), и относительно высокую пластичность.

Довольно часто в промышленных условиях нет возможности реализовать большие степени холодной деформации в материале. Это связано как с отсутствием необходимого оборудования и мощностей, так и с технологической пластичностью материала. Известно, что используемые на сегодняшний день технологии получения листовых полуфабрикатов, за редкими исключениями, реализуют степень холодной деформации не более чем 50 % даже в пластичных г.ц.к. металлах. В результате, в листовых полуфабрикатах повышенной толщины (3–5 мм), полученных по актуальным промышленным технологиям, наблюдается неоднородность структуры по толщине листа, связанная с неравномерностью проработки структуры в процессе прокатки и пониженные свойства. Это делает актуальной разработку технологий, позволяющих за счет включения в технологическую цепочку определенных операций, включающих комбинации термомеханической обработки, горячей и холодной деформаций с промежуточными отжигами, эффективно измельчать микроструктуру, не превышая рекомендуемых степеней холодной деформации и добиваться гомогенности структуры во всем объеме материала. Задачу

повышения свойств необходимо решать с помощью разработки новых технологий. Один из возможных путей увеличения прочностных характеристик и характеристик пластичности – измельчение зеренной структуры до ультрамелкого состояния, размерами зерен 1 мкм и менее. Высокая стабильность такой структуры при нагреве, благодаря наличию частиц вторых фаз нанометрических размеров, обеспечит комплексное упрочнение и позволит получать полуфабрикаты с уникальными механическими и технологическими свойствами: например, совместить высокую прочность и пластичность при комнатной температуре с высокоскоростной сверхпластичностью и обеспечит деталям повышенную прочность при комнатной температуре.

Один из путей формирования стабильного ультрамелкого зерна – оптимизация гетерогенности микроструктуры, т.е. фазового состава и параметров частиц вторых фаз, состава твердого раствора, влияющих на процессы структурообразования в комплексе с использованием методов интенсивной пластической деформации.

Метод всестороннейковки позволяет формировать ультрамелкое зерно в объемных заготовках, благодаря чему перспективен с точки зрения промышленного внедрения, так как его можно реализовать в массивных заготовках, без значительных капитальных вложений на имеющихся в промышленности мощностях. Для выбора оптимальных структурных и технологических параметров получения полуфабрикатов с высокими эксплуатационными и технологическими свойствами необходимо контролировать процессы структурообразования в сплавах на каждом этапе обработки. Это позволит выявить основные закономерности формирования структуры в процессе всесторонней изотермическойковки/осадки в сплавах с наноразмерными частицами разных фаз в зависимости от технологических параметров, как осадки, так и предварительной термической обработки.

Таким образом, повышение прочностных характеристик является актуальной технической задачей. Также стоит отметить необходимость снижения количества сварных соединений в конечных изделиях в виду того, что зачастую шов уступает своими характеристиками основному материалу. Сверхпластическая формовка (СПФ) позволяет повысить надежность получаемых деталей, снизить количество сварных швов и заклепок, что особенно важно в авиастроении. Основное требование к сверхпластичному материалу – мелкозернистая структура с размером зерна менее 10 мкм. Классические методы деформации и обработки позволяют достигнуть измельчения зерна до 9–10 мкм, но при таком параметре микроструктуры реализуемая скорость формовки обычно не велика: изготовление детали не сложной геометрии будет занимать значительное время.

Значительный эффект на формирование ультрамелкого зерна оказывает применение таких видов интенсивной пластической деформации (ИПД), как равноканальное угловое прессование (РКУП), кручение под гидростатическим давлением (КГД), аккумулятивная прокатка, сварка трением с перемешиванием (СТП) и всесторонняя изотермическая ковка (ВИК) [1]. Для промышленного применения в настоящее время наиболее перспективной выглядит всесторонняя ковка, позволяющая получать заготовки технически значимых размеров.

На основании вышеописанного были сформированы цели и задачи исследования.

Цель работы

Основная цель работы – разработка режимов получения микрозерненной структуры в листах промышленного сплава 1565ч типа магналий, обеспечивающих увеличение эффективности сверхпластической формовки и повышение механических свойств.

Для достижения поставленной цели были сформированы следующие задачи:

1. Исследование влияния режимов гетерогенизационного отжига (ГО) в комбинации с холодной и горячей деформацией на микроструктуру и свойства листовых полуфабрикатов сплава системы Al–Mg;
2. Исследование степени деформации и температуры всесторонней изотермической осадки¹ (ВИО) на микроструктуру и свойства полуфабрикатов сплава 1565ч;
3. Определение возможности применения всесторонней изотермической осадки как альтернативы горячей прокатке слитка при получении листовых заготовок;
4. Улучшение существующих технологий получения листовых полуфабрикатов согласно полученным результатам и выбор наиболее оптимальной, отвечающей требованиям современного промышленного производства.

Актуальность работы участием соискателя в качестве исполнителя в поддержанных проектах, реализуемых по теме исследования:

1. Договор с ЗАО «Алкоа СМЗ» № Д02–013/2013 от 26.02 2013 г на выполнение научно–исследовательской работы. «Исследование влияния размера зерна на механические свойства листов с целью оптимизации технологии получения промышленных листов из сплава 1565ч».
2. Договор с АО «Аркони́к СМЗ» (бывш. ЗАО «Алкоа СМЗ») № 025/17–501 от 10.04.2017 на выполнение научно–исследовательских работ: 1 – «Исследование

¹ Так как в данной работе при исследовании влияния всесторонней изотермическойковки большая часть

механических свойств алюминиевого сплава на растяжение»; 2 – «Оптимизация термомеханической обработки листов из сплава 1565ч».

3. 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».

4. Договор № 18–03–01115\18 о предоставлении гранта победителю конкурса Российского фонда фундаментальных наук и реализации научного проекта «Формирование ультрамелкозернистой структуры в сплавах на основе системы алюминий–магний через оптимизацию режимов всесторонней изотермическойковки и создание структуры с оптимальной гетерогенностью».

Научная новизна

1. Установлено, что в сплаве на основе системы Al–Mg (1565ч) выделение частиц β – фазы (Al_3Mg_2) в процессе гетерогенизационного отжига в комплексе с холодной деформацией позволяет получить более равноосную и мелкозернистую структуру по сравнению с промышленной технологией, за счет повышения вблизи частиц β – фазы числа мест зарождения новых зерен при рекристаллизации. Формирование мелкозернистой структуры позволяет повысить механические свойства при комнатной температуре и улучшить показатели сверхпластичности, что подтверждает применимость гетерогенизационного отжига для сплавов данного типа.
2. Показано, что в процессе всесторонней изотермической осадки сплава 1565ч при температуре 350–400 °С и выше происходит формирование областей ультрамелкозернистой структуры с размером зерна 1–2 мкм посредством динамической/постдинамической рекристаллизации и областей крупных слабодеформированных зерен размерами 50–100 мкм, при этом увеличение накопленной степени деформации приводит к уменьшению крупнозернистого объема, а применение гетерогенизационного отжига в промежуточных этапах всесторонней осадки, обеспечивающего выделение β –фазы в теле деформированных зерен, практически устраняет бимодальность структуры в центральном сечении образца и обеспечивает уменьшение размера зерен.

3. Показано, что всесторонняя изотермическая осадка обеспечивает увеличение равноосности и уменьшение среднего размера частиц фаз кристаллизационного происхождения и вторичных дисперсоидов в сплаве 1565ч.

Практическая значимость

1. Показано, что применение гетерогенизационного отжига к листовым заготовкам в промышленных условиях позволяет сформировать микрозернистую структуру и убрать ее анизотропию, за счёт чего повышается относительное удлинение при комнатной температуре на 2–5% в направлении, перпендикулярном направлению прокатки, и обеспечивается сверхпластичное состояние при подсолидных температурах с удлинениями до 400% и коэффициентом скоростной чувствительности 0,5–0,7.

2. Показано, что всесторонняя изотермическая осадка является эффективным способом получения ультрамелкозернистой структуры в массивных заготовках из слитка сплава системы Al–Mg 1565ч и может рассматриваться как альтернатива такой технологической операции, как горячая прокатка, так как позволяет получить более высокие механические свойства, в том числе достичь уровня предела текучести характерного для высокопрочных алюминиевых сплавов, и обеспечить способность к сверхпластической деформации при повышенных скоростях.

3. Разработана и защищена Ноу–Хау №52–013–2014 ОИС от «12» декабря 2014 г технология получения листов сплава 1565ч для последующей сверхпластической формовки, обеспечивающая ультрамелкозернистую структуру после предложенной термомеханической обработки, необходимую для сверхпластической формовки конечных изделий из листов повышенной толщины (3–5 мм).

4. Разработана и защищена Ноу–Хау №32–013–2015 ОИС от «06» октября 2015 г. технология получения равноосной микрозернистой структуры в листах сплава системы Al–Mg, обеспечивающая повышение механических свойств за счёт образования более равноосной микрозернистой структуры.

5. Разработана и защищена Ноу–Хау №39–013–2016 ОИС от «15» ноября 2016 г.: Технология получения равноосной микрозернистой структуры в сплаве системы Al–Mg с сохранением исходной геометрии полуфабрикатов, позволяющая получить микроструктуру со средним размером зерна менее 2 мкм и коэффициентом формы 0,9.

Методология и методы исследования

В работе применяли современные методы анализа микроструктуры: просвечивающую, сканирующую электронные микроскопии, анализ обратно–отраженных электронов, энерго–дисперсионный анализ, рентгенофазовый анализ и т.д. Все использованные методы в данной работе позволили с высокой достоверностью получить экспериментальные результаты, позволяющие использовать их в последующих исследованиях и промышленных условиях.

Положения, выносимые на защиту

1. Влияние гетерогенизационного отжига в широком интервале подсолевусных температур на микроструктуру и свойства в сплаве 1565ч после прокатки.
2. Закономерности формирования микроструктуры сплава 1565ч в процессе всесторонней изотермической осадки.
3. Влияние температуры и степени деформации всесторонней изотермической осадки на параметры частиц вторых фаз в исследуемом сплаве.
4. Влияние режимов получения полуфабрикатов сплава 1565ч на механические свойства и показатели сверхпластичности.

Вклад автора

Соискатель принимал активное участие в постановке всех экспериментов, лично проводил изготовление и подготовку образцов исследования, проектировал оснастку и разрабатывал основные методики экспериментов, проводил все основные эксперименты, исследования микроструктуры, анализировал полученные результаты, принимал активное участие в обсуждении полученных результатов, формировании основных выводов, подготовке и написании научных публикаций.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на российских и международных конференциях:

1. Открытая школа–конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» УМЗНМ–2014, Уфа, 10.2014.
2. 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM) 2015, September, , Tokyo, Japan, 11.2015
3. XXIII Уральская школа металловедов–термистов, посвященная 100–летию со дня рождения профессора А.А. Попова, Тольятти 02.2016.
4. Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2016», Москва МГУ им. Ломоносова 04.2016.
5. VIII–я Евразийская научно–практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 04.2016.
6. IV–ая международная научно–практическая конференция «Инновационное развитие автоматизации, информационных и энергосберегающих технологий, металлургии и металловедения. Современное состояние, проблематика и перспективы», Москва, НИТУ «МИСиС»
7. Открытая школа–конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» УМЗНМ–2016, Уфа, 10.2016.
8. IX–я Евразийская научно–практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 04.2018.
9. Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2018», Москва МГУ им. Ломоносова 04.2018.

Публикации

Основное содержание диссертационной работы отражено в 4 статьях в научных журналах, входящих в список ВАК, 14 тезисах докладов российских и международных конференций, по результатам работы зарегистрировано три ноу–хау.

За период реализации работы получены следующие награды:

1. Победитель программы «Участник молодежного научно–инновационного конкурса УМНИК», договор №2944ГУ1/2014 – 7947ГУ2/2015 о предоставлении персонального гранта Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно–технической сфере и реализации научного проекта «Разработка технологии получения сверхпластичных листовых полуфабрикатов в сплавах на основе системы Al–Mg»

2. Диплом победителя конкурса за лучший устный доклад молодых учёных Открытой школы–конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2014»
3. Диплом лауреата конкурса «Молодые ученые» 22–й Международной промышленной выставки «МЕТАЛЛ–ЭКСПО 2016».
4. Почетная грамота за значительный вклад в развитие НИТУ «МИСиС», 2018 год.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и списка литературы из 165 наименований, изложена на 118 страницах, содержит 63 рисунка и 12 таблиц.

Автор искренне благодарен научному руководителю к.т.н. Михайловской А.В. и соруководителю д.т.н. Портному В.К. за руководство и помощь в планировании, выполнении и написании диссертационной работы, к.т.н. Котову А.Д., к.т.н. Мамзуриной О.И. и к.т.н. Медведевой С.В. за обсуждение полученных результатов и научные консультации, к.т.н. Левченко В.С., к.т.н. Чеверикину В.В., к.т.н. Коротичкому А.В., к.т.н. Базлову А.И., Базлову И.В. и Кищик А.А. за помощь в проведении экспериментов и практическое содействие в работе.

Глава 1 Обзор литературы

1.1 Система Al–Mg

Магний является основным легирующим элементом сплавов типа «магналий», которые после холодной деформации имеют высокие прочность и пластичность наряду с высокой коррозионной стойкостью и свариваемостью. Также легирование магнием алюминия уменьшает плотность материала, тем самым увеличивается удельная прочность. По-этому магналии получили широкое распространение в судостроении, авиа– и машиностроении [1].

В системе Al–Mg (Рисунок 1) при температуре 450 °С в сплавах с массовой долей Mg от 15 до 35 % происходит эвтектическая реакция вида:



Значения растворимости магния в алюминиевом твёрдом растворе приведены в таблице 1 [2], а диаграмма состояния – на рисунке 1 [3].

Таблица 1 – Растворимость магния в алюминии

Температура, °С	450	427	377	327	277	227	177	127	27
Растворимость Mg в Al, % ²	17,4	15,3	11,5	8,1	5,5	3,7	2,6	2	1,9

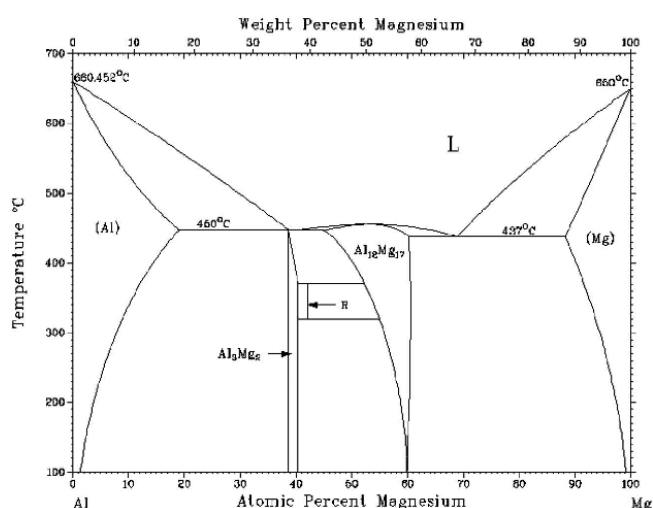


Рисунок 1 – Диаграмма состояния Al – Mg [3]

² Здесь и далее в тексте массовая доля легирующих элементов, %

При сверхбольших скоростях охлаждения в процессе кристаллизации растворимость магния в твердом алюминии может увеличиваться до 37 % [2], а образование некоторых соединений может подавляться, при этом возможно появление метастабильных фаз. Кристаллизация с меньшими скоростями охлаждения в неравновесных условиях приводит к дендритной ликвации, причем даже в сплавах с низким содержанием магния (до 4 – 5 % Mg) появляется фаза Al_3Mg_2 . Равновесная структура при кристаллизации достигается только при скоростях охлаждения, меньших, чем $5 \cdot 10^{-4}$ К/с.

Как известно, эффект растворного упрочнения определяется несколькими факторами, главным из которых является размерный. Относительная разница атомных радиусов алюминия и легирующего элемента $((R_{\text{Al}} - R_2)/R_{\text{Al}}) \cdot 100$ % максимальна в случае магния (11,7 %). Именно эта добавка обеспечивает максимальное растворное упрочнение ($\Delta\sigma_{\text{в}}/1$ ат. % = 30 – 40 МПа) (прирост на 30–40 МПа на 1 % Mg) [4,5].

В исследованиях [6,7] было показано, что субструктура в деформированных при комнатной температуре сплавах системы Al – Mg с концентрациями Mg 3 – 6 % состоит из довольно однородного распределения дислокаций, то есть нет выраженной ячеистой структуры, в то время как для чистого алюминия дислокации выстроены в стенки даже при степени обжатия в 5 %. При большем содержании магния и, следовательно, при формировании гомогенной структуры свободный путь продвижения дислокаций меньше, они чаще пересекают друг друга, тормозятся и, как следствие, деформационное упрочнение возрастает.

В сплавах системы Al – Mg с увеличением концентрации магния плотность дислокаций увеличиваются [6]. Атомы магния, находясь в области растяжения, создаваемого дислокацией, тем самым уменьшают растягивающие напряжения и препятствуют неконсервативному движению дислокаций. В результате сильного взаимодействия растворённых атомов с дислокациями, при большей концентрации магния увеличивается количество атмосфер, сдерживающих движение дислокаций.

1.2 Сплавы системы Al–Mg

Сплавы системы Al – Mg являются мало жаропрочными и термически неупрочняемыми. Легирование алюминия магнием обеспечивает высокую коррозионную стойкость алюминия, слабо снижает его пластичность и в результате обеспечивает такой комплекс свойств магниевых сплавов, благодаря которому эти сплавы являются сегодня одними из

самых широко используемых среди деформируемых алюминиевых сплавов. Как литейные они тоже используются, но в ограниченных масштабах из-за относительно низких литейных свойств.

В промышленных сплавах растворимость магния в твердом состоянии составляет 2 % при комнатной температуре и повышается до 14 – 15 % при 447 °С. Большая часть магния находится в твердом растворе, который выделяется при отжиге как фаза Mg_2Al_3 в виде вырожденной эвтектики по границам и в теле зерен.

Чем выше содержание магния в сплаве (до предела растворимости), тем интенсивнее и значительнее изменение свойств. Увеличение содержания магния в сплавах повышает характеристики прочности при испытании на растяжение, особенно предел текучести. Наиболее интенсивный подъём наблюдается при увеличении магния с 1 до 6%. Прочность возрастает при увеличении магния примерно до 12 – 14 %, последующее повышение концентрации магния приводит к получению сплавов, которые в состаренном состоянии отличаются такой сильной хрупкостью, что их нельзя использовать и даже нельзя точно определить их свойства. Склонность к межкристаллитной коррозии сплавов повышается с увеличением содержания магния: до 3–4 % Mg незначительная, а при 6 – 7 % Mg – существенная.

Недостаток сплавов системы Al – Mg – относительно низкий предел текучести. Чтобы повысить его, сплавы чаще всего подвергают холодной деформации на 20–30 %. В случае полного отжига сплавы показывают предел текучести в интервале 90–160 МПа в зависимости от содержания магния. При этом, в случае использования высоких степеней холодной деформации вплоть до 75 % можно получить значения в 400 МПа [8].

Сплавы, содержащие магний свыше 6 %, редко применяют в нагартованном состоянии, так как они могут обладать склонностью к коррозии под напряжением. Используют стабилизирующую (сняющую напряжения) обработку, которая мало влияет на свойства (иногда она может их увеличить), но значительно снижает чувствительность к коррозионному растрескиванию. Закалочные напряжения и небольшая степень наклепа (меньше 20 %) перед отжигом повышают плотность дислокаций и способствуют более равномерному распределению выделений, что приводит к повышению прочности и коррозионной стойкости. Большая степень наклёпа (больше 40 %) способствует концентрации выделений по плоскостям скольжений, что приводит к значительному снижению коррозионной стойкости [9].

Промышленные алюминиевые сплавы обязательно содержат примесь кремния, в связи с чем в их структуре может присутствовать силицид магния Mg_2Si .

Для повышения коррозионной стойкости сплавы легируют небольшим количеством марганца, который также повышает прочностные свойства за счёт твердорастворного упрочнения. Он хорошо взаимодействует с примесью железа и кремния, образуя благоприятную по морфологии фазу [10]. Также марганец образует наночастицы интерметаллида Al_6Mn , в присутствии железа $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, чей размер в холоднокатаном состоянии не превышает 100 нм [11–13]. При наличии в сплаве хрома образуется интерметаллид $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Cr})$ [14–17]. Данная фаза более дисперсна после прокатки за счет фрагментации и является эффективным барьером сдерживания роста зерна [18]. Возможно также образование дисперсоидов ϵ -фазы (AlMgCr).

Стоит также отметить, что небольшие добавки циркония способствуют повышению сопротивления коррозии и приводят к формированию частиц Al_3Zr . Метастабильная фаза Al_3Zr с кубическим типом кристаллической решетки характеризуется высокой термической стабильностью вплоть до подсолидусных температур, благодаря, прежде всего, близости периодов решетки фазы и алюминиевой матрицы (0,4073 и 0,4049 нм, соответственно). Это объясняется тем, что близость периодов решетки уменьшает межфазную энергию и, таким образом, приводит к снижению движущей силы коагуляции частиц. Кроме этого, твердый раствор циркония в алюминии обладает высокой устойчивостью против распада [12], что позволяет проводить технологические нагревы без опасности коагуляции частиц за необходимое время.

В то же время имеются и существенные недостатки при использовании циркония. Основной из них – необходимость обеспечения высокой скорости кристаллизации расплава для фиксации необходимого количества циркония в твердом растворе.

Критерием правильно проведенной операции литья может служить размер зерна в слитке. Известно, что цирконий является хорошим модификатором алюминиевых сплавов. Зерно отливки измельчается, если в расплаве находятся частицы тугоплавкого интерметаллида Al_3Zr , которые первично кристаллизуясь, становятся зародышами алюминиевого твердого раствора.

1.3 Сверхпластичность промышленных алюминиевых сплавов

Термин сверхпластичность был введен А.А. Бочваром [19] в 1945 году, а впоследствии стал международным термином для обозначения высоких удлинений в сотни процентов при высокой чувствительности напряжения течения к скорости деформации [20,21]. Сверхпластичность проявляется в достижении больших удлинений в процессе растяжения при низких напряжениях течения и температурах выше 0,5 от $T_{\text{пл}}$ и

низких скоростях деформации. По определению «сверхпластичность» – это способность металлических тел квазиравномерно удлиняться с высокой скоростной чувствительностью напряжения течения [22].

Напряжение течения связано со скоростью деформации $\dot{\epsilon}$ соотношением [20]:

$$\sigma = k \dot{\epsilon}^m \quad (2)$$

где k – константа, зависящая от материала;

m – показатель скоростной чувствительности напряжения течения.

Обычно m меньше 0,2, но для сверхпластической деформации его значение близко к 0,5 [23,24].

Возникающая при растяжении в материале локализация деформации приводит к возрастанию в этом участке скорости деформации и из-за высокого показателя скоростной чувствительности возрастает напряжение течения, что в свою очередь замедляет дальнейшую локализацию деформации и развитие шейки. Высокое значение скоростной чувствительности является основным достаточным условием для сверхпластической деформации [25].

Важнейшим структурным параметром, определяющим уровень показателя m , является размер зерна. Измельчение зерна на порядок приводит к снижению напряжения течения при сверхпластической формовке и повышению скоростей сверхпластичности на два–три порядка [26–28]. Можно сделать вывод, что размер зерна заготовки определяет производительность и энергоёмкость процесса.

Первые работы, касающиеся сверхпластичности алюминиевых сплавов с матричной структурой, появились еще в начале 60–х годов [29]. Однако подробное изучение этого вопроса началось лишь 10 лет спустя. В конце 70–х годов был опубликован ряд статей [30,31], в которых проводился подробный анализ проявления сверхпластичности в сплавах системы Al–Zn–Mg с добавками циркония. Были исследованы механизмы сверхпластической деформации и определены показатели сверхпластичности сплавов этой системы с различным содержанием легирующих элементов. Так например, для сплава Al – 10,72 % Zn – 0,93 % Mg – 0,42 % Zr показатель скоростной чувствительности в оптимальных условиях (520 °C, $1,7 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$) равен 0,9, а относительное удлинение 1600 % (при постоянной скорости деформирования).

Чем меньше размер зерна в материале, тем выше показатели сверхпластичности. Наилучшим сочетанием показателей сверхпластичности обладают материалы с зерном менее 3 мкм. Ультрамелкое зерно по своей природе нестабильно и стремится укрупниться

уже во время нагрева до температуры деформации и особенно, при самой СПД. Во время СПД зерно укрупняется в большей степени, чем за то же время выдержки без деформации, что легко увидеть из сравнения структуры головок и рабочей части растянутого образца [16,32]. Промышленные сверхпластичные сплавы содержат вторую фазу, стабилизирующую размер зерна при рекристаллизации и во время СПД [33,34]. Авторы [35] на основе анализа данных для разных сплавов приводят критические значения размеров структурных параметров, влияющих на рекристаллизацию: диаметр частиц 0,15 мкм и расстояние между ними 1 мкм. При размере частиц менее 0,15 мкм и расстоянии менее 1 мкм наблюдается торможение процесса рекристаллизации. При размере частиц более 0,15 мкм и расстоянии между ними более 1 мкм наблюдается ускорение рекристаллизации, причем, как отмечают авторы, поведение материала в большей степени определяется межчастичным расстоянием, чем размером частиц.

Таким образом, сформулированы основные принципы создания сверхпластичных материалов на основе алюминия [36]:

- Размер зерна должен быть меньше 10 мкм для достижения высоких значений показателя скоростной чувствительности: чем меньше этот параметр, тем лучше показатели сверхпластичности;
- Необходима стабилизация микроструктуры путем закрепления границ зерен в процессе нагрева;
- Необходимо подавление порообразования, один из путей, повышение чистоты сплава и регулирования размеров и распределения нерастворимых частиц фаз;
- Необходимо низкое напряжение течения для обеспечения процесса сверхпластической деформации (СПФ);

Необходимы скорости деформации больше 10^{-2} с^{-1} .

Сверхпластическая формовка признается жизнеспособной и эффективной в ценовом отношении альтернативой многостадийной холодной штамповке для деталей малого и среднего объема производства (до 12000 штук в 1 год) с эквивалентной деформацией, превышающей 40 %. При этом важно, что стоимость инструмента для СПФ составляет около 0,1 стоимости инструмента холодной штамповки. А возможность использования одностороннего инструмента с перспективой выбора позитивной или негативной формовки дает требуемое качество отделки поверхности деталей.

Применение СПФ в массовом производстве повышенных объемов в автопроме сдерживается тем, что легкодоступные сверхпластичные алюминиевые сплавы не обладают необходимыми повышенными скоростями сверхпластической деформации (СПД) [37]. Действительно, из множества разработанных в последние 2–3 десятилетия

сверхпластичных алюминиевых сплавов для применения в авиа космическом комплексе нашли реальное использование лишь несколько сплавов. Этим сплавам свойственны скорости СПД в диапазоне $(10^{-4} - 10^{-3}) \text{ с}^{-1}$ [33]. В основном (90 % случаев) используются сплавы 2XXX, 5XXX, 7XXX серий [13,38–41]: 2004 (Supral 100) – система Al–Cu–Zr, высокопрочный сплав 7475 (его российский аналог – В95) и магналий AA5083 (марка США, отечественный аналог АМг4). Первые два сплава термически упрочняемые, используются, в основном, в авиакосмическом комплексе, где механические характеристики важнее производительности. А третий сплав, магналий AA5083 (США) [37,42] или его аналог ALNOVI–1 (Япония) [43], кроме деталей авиационного назначения, используется в производстве строительных панелей и корпусных панелей автомобилей, но его оптимальная скорость СПД составляет 10^{-3} с^{-1} . Это означает, что формовка средней по сложности детали займет от 15 до 60 мин. Необходимы сплавы со скоростью СПД близкой к 10^{-2} с^{-1} [44]. В этом плане интересен недавно разработанный и внедренный в производство компанией ALCOA Россия сплав 1565ч [45,46], обладающий более высокими прочностными характеристиками при сохранении хорошей свариваемости, коррозионной стойкости и технологичности. Сплав перспективен для получения сверхпластичных листов.

1.4 Методы получения ультрамелкозернистой структуры в алюминиевых сплавах

Основными методами получения микрозернистой структуры в алюминиевых сплавах является холодная/теплая деформация с последующей рекристаллизацией, при этом необходимо обеспечить создание мест предпочтительного зарождения новых зерен в процессе рекристаллизации и торможение роста зерна в процессе рекристаллизации. Основной путь эффективного уменьшения размера рекристаллизованного зерна до ультрамелкозернистого/субмикрокристаллического состояния – интенсивная пластическая деформация.

Холодная/теплая деформация с последующей рекристаллизацией

Данный способ является одним из самых простых, наиболее эффективных и распространенных. Известно, что сплавы типа магналий за счёт низкой энергии дефекта упаковки [47] или формирования атмосфер на дислокациях [6,48] способны быстро и

относительно легко упрочняться в процессе деформации. Это позволяет эффективно измельчать зерно в процессе последующей рекристаллизации. Первые работы по изучению рекристаллизации были опубликованы академиком А.А. Бочваром ещё в 1930 году [49]. С этого момента было опубликовано большое количество работ, [50–54], которые рассмотрели это явление во многих аспектах. Недостатком данного метода является невозможность получения высоких степеней деформации в низкотехнологичных материалах и трудоемкость при реализации больших пластических деформаций в промышленных условиях, что ограничивает его применение в промышленности.

Для обеспечения при рекристаллизации микрозеренной структуры используется принцип создания оптимальной гетерогенности микроструктуры, что позволяет достигать формирования микроструктуры с размером зерна менее 10 мкм, благотворно сказывающейся на прочностных характеристиках и показателях сверхпластичности [20,55–58]. Данный принцип базируется на наличии в сплаве частиц разного размера. Мелкодисперсные частицы алюминидов переходных металлов выполняют сдерживающую роль миграции высокоугловых границ в процессе рекристаллизации, а вокруг крупных частиц при деформации образуются локальные искажения кристаллической решетки, препятствующие движению дислокаций и, как следствие, накапливающие их большую плотность. В результате такие места являются центрами зарождения новых зерен и их количество увеличивается [20,59–62]. Выделение крупных частиц из раствора можно обеспечить путем проведения гетерогенизационного отжига для сплавов Al–Zn–Mg–Cu [63], Al–Mg–Si и Al–Mg, введения инородных частиц в композиционных материалах [64,65].

Выделение частиц определенного размера в твердом растворе приводит к торможению роста зерна в процессе рекристаллизации, что хорошо сказывается на показателях сверхпластичности [66]. Более того, в случае выделения наночастиц возможно полное подавление прохождения процессов рекристаллизации: необходимо выделение частиц высокой плотности с малым расстоянием между ними [67–69]. В случае увеличения размера выделяемых частиц до 0,5–1 мкм происходит обратное явление – ускорение процесса рекристаллизации. Это явление подробно описано на примере большого количества промышленных сплавов с разными металлическими основами [60,70–72].

Торможение роста зерна в процессе рекристаллизации

В основе метода формирования микрозеренной структуры, основанного на торможении роста зерна лежит динамическая рекристаллизация, которая может проходить при высоких температурах и малых скоростях деформации по непрерывному механизму, т.е. по непрерывному механизму, без образования зародышей, путем укрупнения и разворота субзерен до появления между ними высокоугловых границ.

Высокие температуры и малые скорости деформации, характерные для протекания динамической рекристаллизации, обуславливают возможность формирования микрозеренной структуры во время самой сверхпластической деформации. Эта идея использовалась при разработке технологии получения сверхпластичных полуфабрикатов из сплава Supral (Al – 6 % Cu – 0,5 % Zr), который обладает рекордными показателями сверхпластичности (δ до 1000 %) для материалов не подвергнутых интенсивной пластической деформации [73]. Важно, что при 20 °C после закалки и старения сплав имеет механические свойства, характерные для алюминиевых сплавов средней прочности.

В конце прошлого столетия этот же способ применяли для получения высоких показателей сверхпластичности у алюминиевых сплавов, легированных скандием. Одна из первых работ [74] была посвящена исследованию сплавов на базе систем Al – Cu, Al – Mg, Al – Cu – Mg с добавками скандия и циркония и разработке режимов сверхпластической формовки листов сплава 01570. В работе сделаны выводы о том, что наличие перед СПД нерекристаллизованной структуры является необходимым условием для сплавов систем Al – Cu и Al – Mg с добавкой скандия. Показано, что требуемая нерекристаллизованная структура в листах формируется в результате обработки, включающей гетерогенизационный отжиг слитков при 350 °C, 5 ч, но в ряде случаев кратковременную гомогенизацию при 530 °C 1,5 ч с последующей прокаткой при 300 °C с промежуточными отжигами при той же температуре.

В работе [75] исследовали показатели сверхпластичности холоднокатаного Al – 6 % Mg – 0,3 % Sc при температурах от 450 до 560 °C в интервале скоростей деформации от 10^{-4} до 10^{-2} с⁻¹. Материал сверхпластически течет при температурах от 475 до 520 °C и при скоростях от 10^{-4} до 10^{-2} с⁻¹. При скорости деформации 10^{-2} с⁻¹ в описанном интервале температур возможно получить удлинение более 1000 %. Даже после такой деформации размер зерна остается на уровне примерно 7 мкм, что связано с эффективной блокировкой границ и субграниц во время статической и продолжающейся динамической рекристаллизации дисперсными выделениями Al₃Sc.

Создание мест предпочтительного зарождения центров рекристаллизации

Размер зерна при рекристаллизации напрямую зависит от скорости зарождения центров рекристаллизации, а также от линейной скорости роста зерен. Одним из эффективных способов измельчения зерна является увеличение числа центров рекристаллизации [76].

Сплавы типа магналий, с содержанием магния более 7 %, применяются только в литейном производстве из-за очень низкой пластичности при деформационной обработке [77]. Это связано с тем, что β -фаза (Al_3Mg_2), выделяясь по границам зерен в большом количестве, охрупчивает материал и приводит к межкристаллитной коррозии [2]. В подавляющем количестве промышленных деформируемых сплавов содержание магния колеблется в интервале 5–7 % [9].

Формирование более мелкозернистой структуры возможно за счет увеличения количества зародышей рекристаллизованных зерен [39,78–80]. Места предпочтительного зарождения новых зерен создают малодеформируемые частицы вторых фаз размером более (0,5–1) мкм [15,61,62,81].

В процессе деформации большую роль играет не только размер выделившихся частиц, но и расстояние между ними [82]. Так, в работе [83] из-за высокой плотности выделений частиц фазы AlCuMg_2 наблюдалось сокращение межчастичного расстояния и, как следствие, более высокий рост плотности дислокаций. При взаимодействии таких частиц с винтовыми дислокациями, последние вынуждены переходить к поперечному скольжению, образуя таким образом ступени. Краевые дислокации огибают частицы, причем их винтовые сегменты оставляют на частицах петли и ступени [84].

В материале с выделенными из твердого раствора частицами работают несколько различных систем скольжения. Причем в нём не возникает высокоугловых границ при затруднении перемещения дислокаций. Образование субзерен также подавлено за счет отсутствия высоких степеней искривления решетки [85,86].

Искажения решетки матрицы можно условно разделить на две большие группы. Первая группа включает в себя искажения с образованием деформированных зон вокруг выделенных частиц, а вторая – образования деформационных полос вдали от частиц. В обоих случаях частицы служат местами появления зародышей новых зерен при рекристаллизации [87]. А авторы работ [88,89] показали, что именно вид дислокационной структуры вносит основной вклад на параметры последующей рекристаллизации: места появления зародышей рекристаллизации и температуру её начала.

В работах [61,62] подробно рассмотрена эффективность применения термомеханической обработки, включающей в себя гетерогенизационный отжиг на формирования структуры при последующей интенсивной пластической деформации. Основными механизмами формирования фрагментированной и зеренной структур являются, соответственно, фрагментация и непрерывная рекристаллизация, гетерогенность структуры слабо влияет на размер фрагментов, формирующихся в процессе ИПД. Автор делает вывод, что совмещение «принципов оптимальной гетерогенности структуры» и поэтапного ее измельчения является эффективным.

Автором [59] рассмотрена кинетика рекристаллизации сплавов, содержащих стабильную дисперсную фазу и роль размера выделившихся частиц, межчастичного расстояния и их плотности.

Интересен способ измельчения зерна, который впервые был опробован в научном центре «Rockwell International» [81]. Его основная идея заключается в том, что влияние выделенных частиц на конечный размер рекристаллизованного зерна зависит от их диаметра: крупные частицы являются подложками для зарождения новых зерен. За счёт выделения большой плотности частиц повышается количество новых центров зарождения зерен. Выявлено, что плотность рекристаллизованных зерен близка по значению плотности выделенных крупных частиц. Выделенные частицы в процессе гетерогенизационного отжига с размером 0,75 мкм являются достаточно эффективными местами образования новых центров зарождения зерен при степени деформации 90%. Чем выше плотность выделившихся частиц при гетерогенизации, тем более мелкое зерно образуется в процессе рекристаллизационного отжига. Известно, что использование частиц для измельчения зерна применяется не только в сплавах 7000 серии [5]. Данный способ используется в сплавах таких систем как Al–Cu–Mn, Al–Li и других.

1.5 Интенсивная пластическая деформация

На сегодняшний день огромное внимание ученых уделяется исследованию методов, позволяющих получить субмикроструктурную или даже наноструктуру [90,91]. Одним из основных способов измельчения зеренной структуры является пластическая деформация. Стоит отметить, что в случае использования высоких степеней деформации достигается больший эффект в измельчении зерна. Термин «интенсивная пластическая деформация» (ИПД) принято использовать в случае получения высоких степеней деформации за счёт приложенных высоких давлений [92]. Также принято использовать данный термин в случае сохранения исходной геометрии деформируемого

материала. К основным методам ИПД относят равноканальное угловое прессование (РКУП), кручение под гидростатическим давлением (КГД), аккумулятивную прокатку и всестороннюю изотермическую ковку (ВИК).

Равноканальное угловое прессование представляет из себя процесс деформации, в результате которого деформируемый образец проходит через два соединенных канала с одинаковым сечением под определенным углом [93–98]. За счёт этого в процессе деформации сохраняется исходная геометрия, позволяющая накапливать циклическую деформацию.

Для РКУП важно иметь в виду такие факторы, как выбранный маршрут каналов и угол между ними, угол закругления, температура и скорость деформации. Стоит отметить, что недостатками РКУП является невозможность получения больших образцов из-за необходимости прикладывать большие усилия на деформацию.

Кручение под гидростатическим давлением также хорошо известен как метод ИПД [99–102]. Сущность метода заключается в деформировании образца в форме диска, находящегося в полости нижнего бойка – суппорта, верхним пуансоном под высоким гидростатическим давлением и с вращением на определенный угол. Такой поворот позволяет варьировать степень деформации в образце, а высокое давление позволяет сохранить образец от разрушения и изменения геометрии.

Основным недостатком КВД является возможность использования исключительно малых размеров деформируемых образцов и как следствие ограничение применения данного метода в практических целях. Также стоит отметить неравномерность деформации по радиусу образца [103].

Аккумулятивная прокатка позволяет накапливать деформацию в листовых полуфабрикатах с сохранением близких к исходным размерам. Основная идея данной обработки заключается в одновременной прокатке двух листов на большую степень за один проход. В результате листы свариваются в один, разрезаются пополам, складываются в новый пакет и прокатываются вновь [104–106].

Главными недостатками данного метода является возможность использования только материалов с высокой пластичностью, а также высокие требования, предъявляемые к качеству поверхности используемых листов.

Всесторонняя изотермическая ковка – это вид деформационной обработки, позволяющий получить ультрамелкозернистую структуру в массивных заготовках без изменения исходной геометрии. Впервые данный подход был продемонстрирован в работах [107,108] (Рисунок 2).

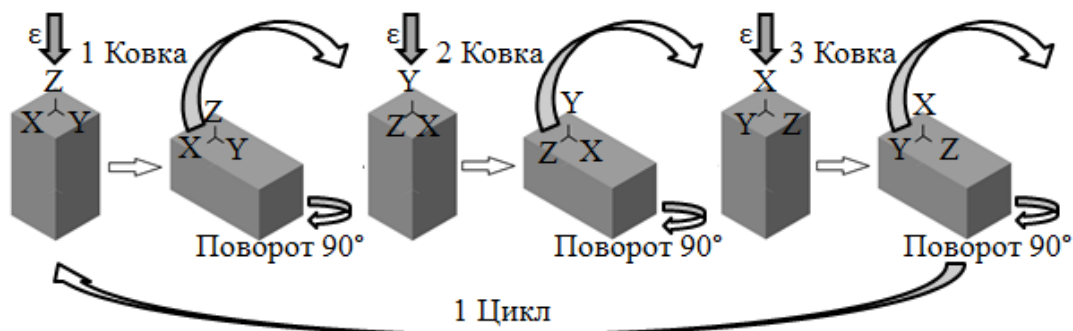


Рисунок 2 – Схема всесторонней изотермическойковки

Основная идея заключается в серии осадок на 40–60 % в закрытом штампе со сменой оси деформации на 90° [109], что позволяет прорабатывать «застойные» зоны деформации [110]. В качестве деформирующего оборудования дляковки используют гидравлические и механические прессы, а также молоты. Для первых двух видов прессов скорости деформации варьируются в интервале $10^{-2} - 10^1 \text{ с}^{-1}$, в случае молота от 10^2 с^{-1} и выше [111]. Известно, что для большей прорабатываемости структуры целесообразно использовать низкие скорости, позволяющие повысить деформационную способность, а также снизить нагрев в процессе деформации. Также для этой цели уместно использование закрытых и полужакрытых штампов: достигается большая однородность деформации и стабильная геометрия.

Степень деформации рассчитывается по формулам:

$$\varepsilon_i = \ln \frac{h_0}{h} \quad (3)$$

$$\varepsilon_i = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{h_0}{h} \quad (4)$$

где h_0 – начальная высота заготовки, мм;

h – конечная высота, мм.

Формула 3 рекомендуется для образцов цилиндрической формы, формула 4 – для призматической.

Соответственно, накопленная степень деформации высчитывается как произведение степени деформации, накопленной за одну осадку/ковку на количество произведенных операций.

Напряжение деформации при ковке/осадке равно отношению усилия к площади заготовки:

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (5)$$

Стоит отметить, что при всесторонней ковке наблюдается образование слабodeформированных зон. Деформация локализуется в центре, образуя х-образную зональность [112]. При изменении оси деформации в зону деформации попадают застойные зоны, тем самым происходит распределение деформации во всем объеме заготовки. Иногда, для ускорения этого процесса, используют специальные бойки с вогнутой поверхностью, цель которых проработка именно краевых зон.

Для увеличения эффекта измельчения допустим прием постепенного снижения температуры деформации. Основная идея – получение рекристаллизованной микроструктуры на первых этапахковки за счет прохождения динамической рекристаллизации и их последующее деформирование с целью измельчения зерна при отжиге. Стоит отметить, что получаемый размер зерна в высокой степени зависит от используемого материала, суммарной степени деформации, её температуры и размеров деформируемой заготовки. Всесторонняя изотермическая ковка широко применяется для обработки стали, титановых, магниевых и алюминиевых сплавов [113–117]. Большое количество работ выполнено на чистом алюминии и на алюминиевых термически упрочняемых сплавах [118–120].

1.6 Микроструктура и свойства сплавов после интенсивной пластической деформации

ИПД может успешно применяться для получения объемных субмикроструктурных металлов и сплавов, обеспечивая тем самым условия для достижения сверхпластических свойств при относительно низких температурах и высоких скоростях деформации. При этом одним из важных факторов является термическая стабильность зеренной структуры при повышенных температурах сверхпластической деформации. Повышение стабильности зеренной структуры достигается путем введения в сплав дисперсных частиц второй фазы. В сплавах системы Al – Mg – Zr высокая термостабильность зеренной структуры может быть достигнута вследствие формирования мелкодисперсных выделений фазы Al₃Zr.

Экспериментальные результаты, полученные в работе [28] показывают, что нанокристаллическая структура сплава 1570 (с размером зерна 80 нм) была получена методом интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Эти результаты позволяют охарактеризовать структуру после ИПДК как однородную на микроуровне. Однако, при оптическом увеличении на фоне однородной структуры становятся заметны длинные линии (следы пластического течения), указывающие на то, что на фоне ламинарного течения происходили сдвиги протяженных областей (слоев) материала относительно друг друга. Расположение линий коррелирует с направлением движения пуансона при ИПДК. В отдельных областях материала видны следы завихрения пластического течения, которые становятся более заметными при низкотемпературном отжиге.

В данной статье [28] рассматривалось поведение сплава 1570 при испытаниях на определение показателей сверхпластичности. При температуре 300 °С максимальное удлинение составило 580 % при скорости деформации $1,1 \cdot 10^{-1} \text{ с}^{-1}$, а при температуре 350 °С максимальное значение удлинения 800 %, было достигнуто при скорости деформации $1,8 \cdot 10^{-1} \text{ с}^{-1}$. Увеличение температуры испытаний от 300 °С до 350 °С, как и ожидалось, привело к сдвигу максимума зависимости удлинения от скорости деформации в сторону больших скоростей деформации. Весьма необычным оказалось поведение нанокристаллического сплава при дальнейшем увеличении температуры испытаний до 400 °С. Максимум зависимости $\delta(\dot{\epsilon})$ сместился в сторону меньших скоростей деформации (1460 % при $\delta(\dot{\epsilon})$ равной $8,9 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$), однако и в области более высоких скоростей деформации (вплоть до $\dot{\epsilon}$ равной 2 с^{-1}) пластичность сплава возросла по сравнению с образцами, испытанными при 300 °С и 350 °С. Иными словами, при 400 °С сплав 1570 продемонстрировал хорошие показатели высокоскоростной сверхпластичности в весьма широком диапазоне скоростей деформации (от 10^{-2} с^{-1} до 2 с^{-1}).

В качестве объяснения такого необычного поведения сплава, можно предположить, что одна из причин связана с быстрым ростом зерен в процессе СПД при 400 °С. Средний размер зерна в ходе СПД увеличивается до микронных размеров. С одной стороны, как известно, увеличение размера зёрен приводит к увеличению характерных путей диффузии и, как следствие, к сдвигу максимума кривой $\delta-\dot{\epsilon}$ в сторону меньших $\dot{\epsilon}$, с другой стороны, рост зёрен сопровождается процессом генерации в мигрирующих границах зёрен неравновесного свободного объема (неравновесных вакансий). Это обусловлено тем обстоятельством, что мигрирующие в процессе роста зёрен границы «замегают» примыкающие к ним участки границ соседних зёрен. При этом принадлежащие последним зернограницные атомы встраиваются в кристаллическую решетку растущего

зерна, а их избыточный («свободный») объем выделяется в виде вакансий (или неравновесного избыточного объема) в границах растущих зерен. При быстром росте зерен указанный процесс может приводить к существенному росту скорости диффузионных процессов в границах и, как следствие, к увеличению пластичности материала. Сочетанием этих двух факторов, возможно, и определяется необычное поведение сплава при 400 °С.

Интересные результаты получены в статье [119]. В ней исследовали сплав группы Авиаль – 6063. Сплав подвергали всесторонней изотермической ковке 2 и 4 цикла с суммарной истинной деформацией $\epsilon=1,2$ и $\epsilon=2,4$ соответственно при температуре 77 К (минус 196 °С). Для этого образцы с размерами 27×30,5×33 мм выдерживали в жидком азоте в течение 15 минут и осаживали со степенью деформации 0,2. В результате, после степени деформации 1,2 в структуре наблюдаются субзерна, а после степени деформации 2,4 появляются вытянутые высокоугловые границы. Авторы делают вывод, что в последнем случае они наблюдали деформационные двойники, так как схожий эффект наблюдался при деформации меди [121]. Также авторы утверждают, что при отрицательных температурах после истинной деформации 2,4 наблюдается более однородная структура. Данная технология, рассмотренная в статье, также используется и в другой работе [122], где, благодаря ей, достигается большая пластичность в хрупких материалах при повышенных температурах. В итоге, в работе [122] показано, что в результате всесторонней изотермическойковки повышается твердость с 42 до 92 единиц по Виккерсу, предел текучести с 56 до 240 МПа, предел прочности остается неизменным.

В работе [123] был исследован сплав 2A14 системы Al–Cu. Сплав подвергали ВИК при 350 °С и разной накопленной деформации. Неоднородность, как и размер зерна, с повышением деформации, уменьшается. Причем отмечено, что на начальном этапе плотность дислокаций увеличивается, а в интервале деформации 0,4–7,2 снижается. Причем максимальные механические свойства достигаются после ВИК с суммарной степенью деформации 3,6 и размером зерна 24,7 мкм. После старения по режиму T6 образуются мелкие равноосные зерна с высокоугловыми границами. В статье [124] рассматривалась эволюция микроструктуры чистой меди в процессе ВИК при криогенной температуре 195 К (–100 °С). В этой как, и в вышеописанной работе, наблюдалось сильное упрочнение на ранних этапах деформации и ее спад на поздних (деформация 5 и более). Отмечено образование мелких зерен размером 0,16 мкм во время ранней деформации и их увеличение с ростом степени деформации. Авторы объясняют их появление постоянным образованием полос деформации и их взаимным перерезанием друг друга, сравнивая эффект с динамической рекристаллизацией.

Интересны результаты, полученные в процессе ВИК при криогенных температурах на алюминиевых сплавах. В работе [125] изучалась всесторонняя изотермическая ковка сплава типа авиаль при криогенных температурах. Рассмотрены степени деформации 1,8, 3,6 и 5,4. В результате было, показано, что отрицательная температура при низкой степени деформации позволяет накапливать более высокую плотность дислокаций. При накопленной деформации 5,4 в микроструктуре наблюдаются равноосная субзеренная структура со средним размером 250 нм. Твердость после такой криогенной деформации увеличилась с 50 до 115 единиц Виккерса, а предел прочности – с 180 до 388 МПа.

Магнийевый сплав системы Mg–Al–Zn был подвергнут всесторонней изотермической ковке при комнатной температуре с суммарной степенью деформации $\Delta\epsilon=2$ [126]. В структуре наблюдали процесс двойникования, разделяющий исходные зерна. После ВИК испытания на определение механических свойств показали высокие результаты: предел текучести 480 МПа, предел прочности 525 МПа и 5% пластичности до разрушения.

В работе [127] рассмотрено влияние всесторонней изотермическойковки на выделение частиц вторых фаз и текстуру в сплаве системы Al–Cu–Mg 2024 в результате последующего нагрева. Деформация проведена на комплексе физического моделирования Gleeble 3800. Показано, что Госс текстура (Goss texture $\{110\} \langle 001 \rangle$ ($\Phi_1=90^\circ/0^\circ$, $\Phi=90^\circ/45^\circ$, $\Phi_2=45^\circ/90^\circ$) после всестороннейковки сохраняется при непрерывном нагреве вплоть до 450 °C, а после частично сохраняется за счет выделяемых в процессе отжига частиц. Общий вывод работы показывает, что на сохранение текстуры важную роль оказывает скорость последующего нагрева при отжиге. А авторы работы [128] рассмотрели влияние скорости нагрева образцов в процессе неизотермического отжига на частицы сплава AA2024 системы Al–Cu после всесторонней изотермическойковки. Авторы показали, что в процессе ВИК образуется текстура по типу меди.

Известно, что старение является одним из самых известных способов повысить прочность сплавов. Особенно часто этот метод применяют для высокопрочных сплавов 7000 серии. Авторы работы [129] рассматривали влияние естественного старения сплава AA7075 в продолжительном периоде – вплоть до 2,4 лет. Ими показано, что всесторонняя изотермическая ковка с общей накопленной деформацией $\Delta\epsilon=0,7$ на предварительном этапе позволяет выделять частицы более благоприятной морфологии в процессе старения и повышает предел текучести на 96 МПа, а предел прочности – на 94 МПа.

1.6 Заключение по обзору литературы

Таким образом, анализ российских и зарубежных литературных данных показал, что, несмотря на обширное количество научных публикаций, посвященных формированию микрозеренной структуры в алюминиевых сплавах, кинетика формирования микроструктуры за счёт создания мест предпочтительного зарождения новых зерен в процессе рекристаллизации, остается довольно малоизученной для сплавов системы Al–Mg. Имеющиеся на сегодняшний момент работы, посвященные данной проблематике, рассматривают термически упрочняемые сплавы, в то время как литературные данные по термически неупрочняемым сплавам системы Al–Mg не дают возможности построить целостную картину структурообразования и эффективности или неэффективности гетерогенизации.

Наиболее перспективной технологией получения в промышленном производстве ультрамелкозернистой структуры в алюминиевых сплавах можно считать всестороннюю изотермическую осадку/ковку, благодаря ее простоте реализации в промышленных условиях и возможности получения габаритных полуфабрикатов. Однако структурообразование и эволюция структуры при ковке недостаточно исследованы.

Таким образом, установление принципов формирования микроструктуры за счёт создания мест предпочтительного зарождения новых зерен в процессе рекристаллизации и определение закономерностей формирования деформированной микроструктуры сплавов системы Al–Mg в процессе всесторонней изотермической осадки в широком интервале температур представляет практический интерес. Решение поставленных задач позволит разработать технологические режимы получения промышленных полуфабрикатов с повышенными механическими и эксплуатационными характеристиками, в том числе пригодные для сверхпластической формовки при повышенных скоростях, являющейся перспективным методом получения деталей сложной геометрии в мелко и среднесерийном производстве.

Глава 2 Методика исследования

2.1 Объекты исследования

Объектом исследования был коррозионно-стойкий термически неупрочняемый сплав системы Al–Mg – 1565ч, выпускаемый Самарским металлургическим заводом. Состав сплава приведен в таблице 2. Образцы для исследования в состоянии поставки представляли из себя плиту толщиной 20 мм и лист толщиной 6 мм, полученные горячей прокаткой при температуре 400 °С, а также слитки этого сплава размером (20×40×104) мм³ и (28×110×200) мм³, полученные в лабораторных условиях. Для литья сплавов использовали: алюминий А99, магний Мг90, лигатуры: Al–10 % Mn, Al–10 % Zn, Al–4,3 % Zr, Al–10 % Cr. Сплавы приготовлены в лабораторной электрической печи сопротивления в графито–шамотном тигле. Разливку расплава проводили в медные водоохлаждаемые изложницы – методом наполнительного (слитки толщиной 20 мм) и полунепрерывного (толщиной 28 мм) литья.

Таблица 2 – Химический состав сплава 1565ч, полученный по результатам микрорентгеноспектрального анализа

Массовая доля компонентов, %								
Mg	Mn	Zn	Zr	Cr	Ti	Be	(Fe+Si)	Al
5,66	0,81	0,67	0,09	0,07	0,04	0,001	0,3	Ост.

2.2 Термическая обработка

Гомогенизационный, рекристаллизационный и гетерогенизационный отжиги образцов исследуемого сплава проводили в печах с воздушной атмосферой: печи электросопротивления марки Nabertherm N30/65A с вентилятором или в муфельной электрической печи СНОЛ–1,6.2.3.0,8/9–М1, с точностью поддержания температуры около 1–5 °С. Образцы помещали в нагретую на заданную температуру печь и выдерживали необходимое время. Охлаждение с температуры отжига проводили на воздухе или закаливали в воду, в зависимости от назначения термической обработки. Гомогенизационный отжиг проводили в две ступени при 430 °С в течение 5 часов и 480 °С в течение 3 часов. Температура проведения термической обработки варьировалась от 130 до 540 °С.

2.3 Обработка давлением

Для получения листовых полуфабрикатов применяли горячую, теплую, холодную прокатку, промежуточные отжиги и их комбинации. Прокатку проводили на лабораторном прокатном стане марки УСП 133 с диаметром валков 200 мм. Температура горячей прокатки выбиралась исходя из промышленных технологий, реализуемых для данного сплава: $360\pm 20^{\circ}\text{C}$, $400\pm 20^{\circ}\text{C}$. Перед началом горячей прокатки образцы помещали в печь и выдерживали при заданной температуре не менее 15 минут. Для поддержания постоянных условий горячей прокатки образцы помещали в печь между проходами не менее чем на 5 минут с целью догрева до рабочей температуры. Степень деформации варьировалась от 15 до 83% в зависимости от используемой схемы получения листового полуфабриката.

2.4 Получение образцов с помощью всесторонней изотермической осадки.

Пластическую деформацию образцов методом всесторонней изотермической осадки с изменением оси деформации после каждого этапа проводили на Универсальной испытательной машине УМЭ–10Т и гидравлическом прессе Nordberg N365E с максимальным усилием 10 и 50 тонн соответственно при постоянных температурах 200, 300, 350, 400 и 500 °C. Образцами для испытаний служили изготовленные на фрезерном и электроэрозионном станках параллелепипеды с рабочими размерами (14×10×10), (18×9×9) и (56×28×28) мм. Для обеспечения постоянных размеров образцов во время осадки использовали специальные ограничители и штампы, позволяющие получать заведомо известную геометрию и контролировать степень деформации на каждом этапе (Рисунок 3). Были реализованы две основные схемы (Рисунок 4), объединенные в один цикл, в результате которого форма и размеры образцов возвращались к исходным.

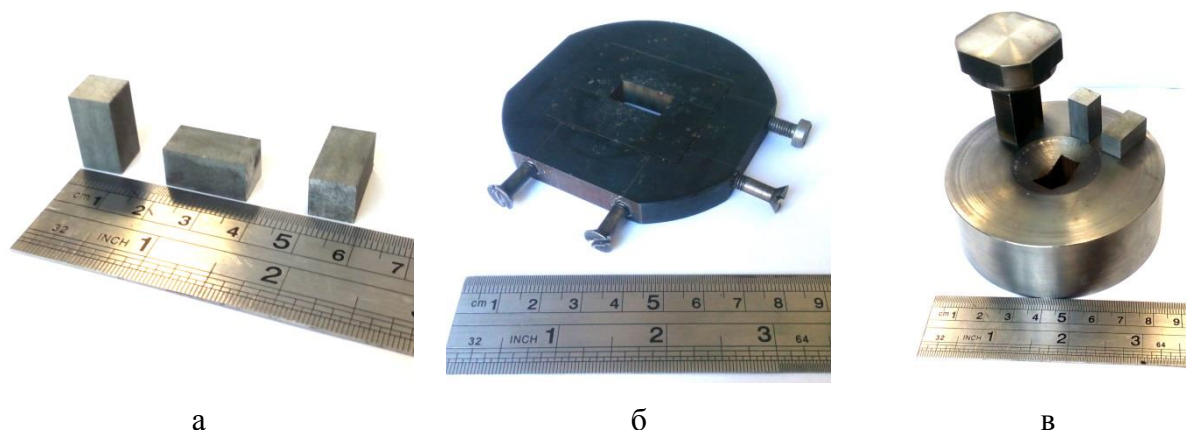


Рисунок 3 – Изготовленные образцы (а) и ограничительные рамки для накопления 0,5 (б) и 0,7 (в) логарифмической деформации за одну осадку

Реализованные схемы накапливали за одну осадку 0,5 и 0,7 истинной деформации и 1,5 и 2,1 за полный цикл смен осей деформации соответственно. В случае первой схемы (Рисунок 4,а) деформация шла по трем осям за каждую осадку. В случае второй схемы (Рисунок 4,б) деформация шла по двум из трех осей, причем после каждой осадки геометрия образца оставалась постоянной (что позволяло использовать один штамп). Для проработки всех деформационных осей в образце после каждой осадки, образец поворачивали на 90° относительно исходного положения после каждой операции. И в первой, и во второй схеме также для уменьшения коэффициента трения использовали графитовую смазку. Скорость деформирования при осадке равнялась 5 мм/мин, что соответствует начальной скорости деформации $(5 \times 10^{-3}) \text{ с}^{-1}$. Для каждой из температур было проведено до 5 полных циклов всесторонней изотермической осадки. Перед каждым проходом оснастку вместе с образцом подогревали до заданной температуры и выдерживали 5 минут. Температуру вблизи образца контролировали хромель–алюмелевой термопарой, вводимой через отверстия в оснастке.

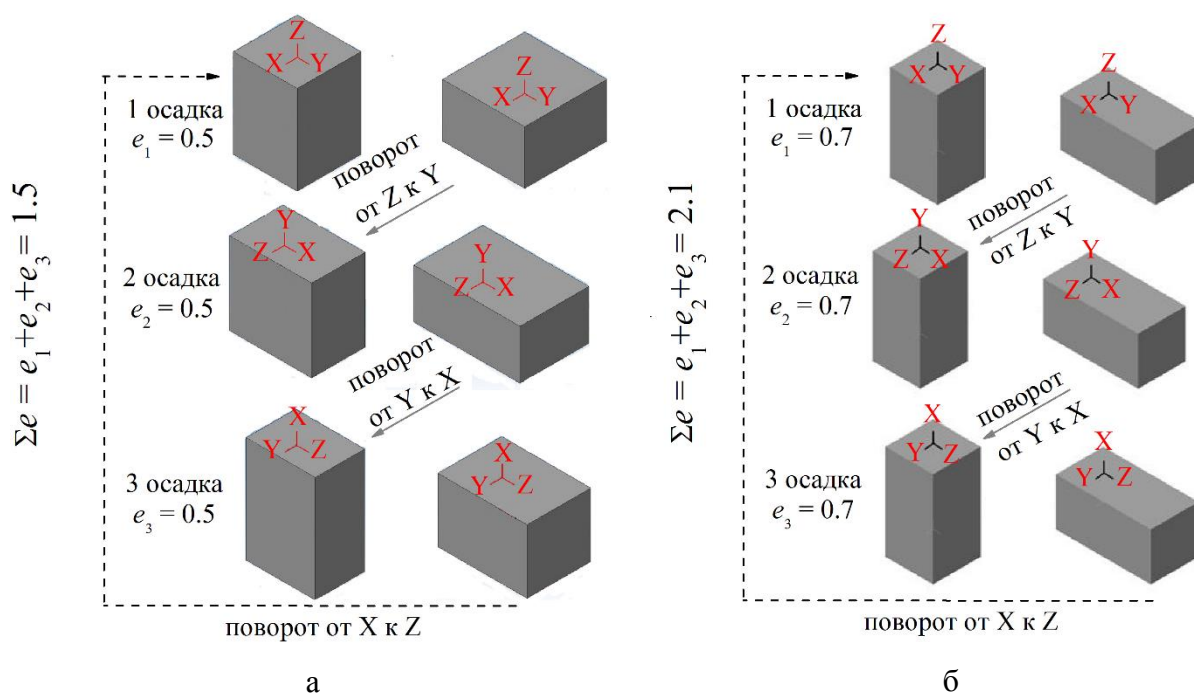


Рисунок 4 – Схемы изменения геометрии образцов в процессе всесторонней изотермической осадки: с логарифмической деформацией 0,5 (а) и 0,7 (б) за одну деформационную операцию

Анализ структуры и твёрдости проводили на первых трёх этапах осадки, а также после каждого полного цикла. Для каждой из температур было проведено 5 полных циклов всесторонней изотермической осадки.

2.5 Испытания на комплексе физического моделирования термомеханических процессов Gleeble System 3800

В данной работе для физического моделирования процессов горячей деформации использовали комплекс физического моделирования Gleeble 3800 (Рисунок 5). Комплекс имеет модульную систему и обеспечивает возможность проведения многоэтапного моделирования процессов обработки металлов при помощи испытаний на сжатие при скоростях нагрева до $12000\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$, охлаждения – до $4500\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$, скоростях деформации до 200 с^{-1} . Количество и очередность операций обработки материалов практически не ограничена.



Рисунок 5 – Комплекс физического моделирования Gleeble System 3800

Испытания проводили при давлении в рабочей камере 10^{-1} мм рт. ст. Для уменьшения поверхностных сил трения на образцы наносили графитовую смазку. Образцы зажимали между плоскими бойками прямоугольной формы в закрытом штампе. Для контроля температуры к образцам приваривалась термопара (Рисунок 6).

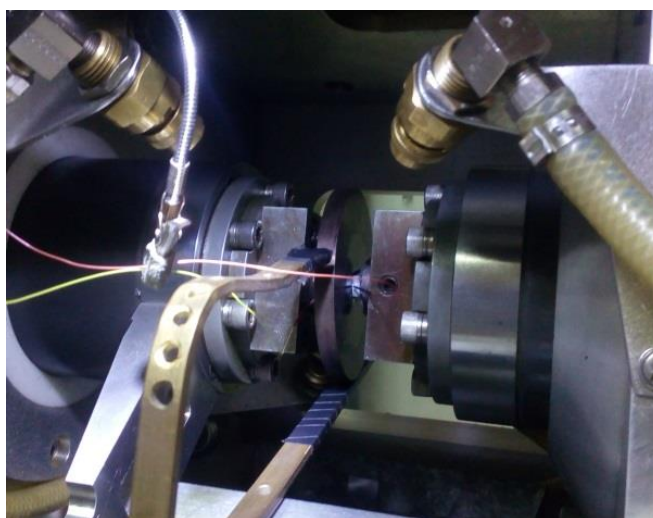


Рисунок 6 – Оснастка с образцом в рабочей камере перед испытанием на комплексе Gleeble System 3800

Образцы деформировали одноосным сжатием при температуре 200 °С и скорости деформации 1 с^{-1} . Степень деформации образцов за одну ковочную операцию составляла 0,5 логарифмической деформации.

В результате испытаний получили кривые истинное напряжение – истинная деформация исследуемых образцов в зависимости от температурно–скоростных параметров деформации.

2.6 Исследования микроструктуры

Металлографический анализ проводили с использованием световой микроскопии (СМ) на микроскопе Zeiss Axiovert 200MMAT и электронной сканирующей микроскопии (СЭМ) на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA с приставкой для энергодисперсионного анализа (EDS) и дифракции обратно рассеянных электронов (electron back scattered diffraction – EBSD). Анализ тонкой структуры образцов, в том числе параметров нанометрических частиц, определения состава фаз использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEOL JEM–2010 с разрешением до 0,19 нм (разрешение атомной решетки).

Шлифы для СМ и СЭМ готовили на установке Struers LaboPol методом механического шлифования и полирования с окончательной полировкой в суспензии на основе коллоидного кремнезема и электролитической полировкой в струе хлорно спиртового электролита (20% HClO_4 , 10% глицерина и 60% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) при напряжении 20 В в течение 5–7 с. Шлифы с целью выявления зеренной структуры подвергали оксидированию в 10 % водном растворе фторборводородной кислоты при напряжении 12–15 В в течение 15–40 с. Для анализа распределения частиц вторых фаз и границ зерен применяли травление раствором Келлера (5% HF –5% HCl –5% NO_3 –85 H_2O). Шлифы анализировали в продольно–толщинном сечении.

Образцами для ПЭМ служили фольги, полученные из исследованного материала. Пластины площадью 1 см² механическим шлифованием утоняли до толщины 0,25 – 0,28 мм, вырубали из них диски диаметром 3 мм и, с помощью электролита (20 % HClO_4 + 80% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) полировали дальше в автоматизированном приборе приготовления фольг Struers TenuPol–5. Режимы полирования варьировались в зависимости от состояния образца: напряжение при утонении – 12, 14 и 23 В, температура в диапазоне от –17 °С до –20 °С и от –1 °С до 2 °С. Утонение и полирование прекращалось автоматически в случае образования перфорированных участков. Из–за неоднородности структуры, а также высокой локальности метода просвечивающей электронной микроскопии каждое состояние, для обеспечения достоверности результатов, исследовалось с различных участков (2–3 фольги). В работе приведены наиболее показательные и типичные микроструктуры.

2.7 Количественный анализ параметров структуры

Для проведения количественного анализа использовалась прикладная компьютерная программа, разработанная на кафедре и позволяющая анализировать фотографии микроструктур, полученные при помощи световой (СМ), сканирующей (СЭМ) и просвечивающей микроскопии. В основе программы лежат основные методы количественного анализа. В данной работе основным являлся метод случайных секущих.

Средний размер зерна D определяли по формуле:

$$D = \frac{\sum d_i}{n}, \quad (6)$$

Где d_i – размер i -го зерна, n – число измеренных зерен.

Для оценки размера зерна для каждого состояния проводили не менее 300 измерений. Результаты количественного анализа обрабатывали статистически. Случайная погрешность определялась по среднеквадратичному отклонению при доверительной вероятности $P=0,95$, используя коэффициент Стьюдента. Построение гистограмм и графиков производилось в среде электронных пакетов Microsoft Excel и OriginPro. Для оценки характера получаемых распределений использовали критерий согласия χ^2 (хи-квадрат) Пирсона.

2.8 Фазовые исследования

Идентификацию фаз в исследуемых образцах и определение их относительного количества проводился на дифрактометре BrukerD8 Advance, для съемки образцов, использовалась схема Брегга–Брентано и монохроматическое CuK_α излучение. Подложкой для образцов служила кювета из плавленого кварца SiO_2 , не имеющего собственных отражений в интересующем интервале углов. Проводили съемку дифрактограмм с оценкой интенсивности их линий, расчет величин межплоскостных расстояний d/n и сопоставление расчетных результатов с табличными (база данных ASTM). Расчет дифрактограмм и идентификацию фаз проводили на ЭВМ с использованием пакета программ обработки дифракционных спектров. В качестве образцов использовали порошок сплава в разных состояниях обработки.

2.9 Определение температур фазовых превращений

Температуру фазовых превращений сплава определяли при помощи дифференциального термического анализа на калориметре «Setaram Labsys DSC 1600». Объектами исследования служили образцы размером $(3 \times 3 \times 5)$ мм, вырезанные из исходного материала. В качестве эталона использовали пустой тигель Al_2O_3 . Испытания проводили в воздушной атмосфере. В исследуемом температурном интервале (300 – 800) °С скорость нагрева и охлаждения составляла 5 °С/мин.

2.10 Определение температуры начала рекристаллизации

Для определения температуры начала рекристаллизации использовали динамический механический анализатор DMA Q800 TA Instruments в режиме вынужденных изгибных колебаний на образцах размером $(60-30) \times (8-10) \times (1-2)$ мм.

Интерфейс программирования методики анализа позволяет поэтапно задавать различные температурные программы (нагревы, выдержки, охлаждения) в сочетании с разными вариантами нагружения (динамический многочастотный, одночастотный, статический) с возможностью редактирования метода измерения в процессе его выполнения.

Для измерения температурно-зависимого пика внутреннего трения (ТЗВТ) использовали следующие параметры: частота измерения: 0,3; 1; 3; 10; 30 Гц, скорость нагрева и охлаждения и время изотермической выдержки:

- 1) Нагрев со скоростью 2 °С/мин до 600 °С;
- 2) Изотермическая выдержка при 400 °С в течение 5–20 мин;
- 3) Охлаждение со скоростью 2 °С/мин до 100 °С.

2.11 Измерение твердости

Величину твердости определяли по методу Виккерса на автоматизированном универсальном твердометре Wolpert 930c диапазоном нагрузок от 1 до 250 кг по ГОСТ 23677 – 79 [130] как среднее арифметическое из десяти замеров при нагрузке 50 МПа и времени выдержки под нагрузкой 15 с.

2.12 Определение механических свойств

Механические испытания на растяжение определяли при комнатной температуре при помощи универсальной испытательной машины Zwick Z250. Предел текучести, прочности и относительное удлинение при комнатной температуре определяли по ГОСТ 1497–84 [131] со скоростью деформирования 4 мм/мин.

2.13 Определение показателей сверхпластичности

Для определения показателей сверхпластичности образцов в разных температурно–скоростных условиях использовали универсальную разрывную машину Walter Bay LFM100. Под показателями сверхпластичности материала понимают: напряжение течения σ , показатель скоростной чувствительности напряжения m , относительное удлинение (до разрыва) δ при фиксированной скорости деформации $\dot{\epsilon}$ и температуре T .

Образец помещали в захваты, находящиеся в печи, нагревали до заданной температуры за максимально короткий промежуток времени (15–20 минут) и начинали испытания. Важным критерием являлось сохранение одной и той же температуры во всем объеме печи, так как перепад температур негативно сказывался на получаемых результатах.

2.13.1 Получение образцов для испытания

Показатели сверхпластичности (температура деформации, скорость деформации и напряжение течения) определяли на образцах, вырезанных из листов толщиной 1 мм. Расчетную длину образцов L_0 [132](Рисунок 7) определяли из соотношения:

$$L_0 = 5,65\sqrt{F_0}, \quad (7)$$

где L_0 – расчетная длина, мм;

F_0 – начальная площадь поперечного сечения рабочей части образца, мм.

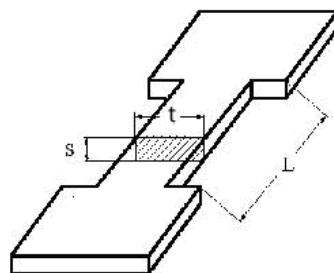


Рисунок 7 – Схема образца для определения показателей сверхпластичности листовых материалов

Вычисленную расчетную длину L_0 округляют до ближайшего целого числа. Однако эта расчетная длина не должна быть меньше удвоенной ширины образца. Для листа толщиной 1 мм, рабочая часть образца имеет размеры $(14 \times 6 \times 1)$ мм³.

2.13.2 Испытания со ступенчатым изменением скорости деформации

Основными параметрами, определяемыми при данном виде испытания являются истинное напряжение течения σ , показатель скоростной чувствительности m и скорость деформации $\dot{\epsilon}$, высчитываемые из экспериментальных данных в процессе испытания на растяжение со ступенчатым увеличением скорости деформирования каждые 2% от рабочей длины в 1,5 – 2 раза. Ниже приведены формулы для расчета этих параметров:

$$\sigma = P_i \times L_i / W \quad (8)$$

$$\dot{\epsilon} = V_i / L_i \quad (9)$$

где W – объем рабочей части образца, мм³; V_i – скорость деформирования, мм/мин; P_i – усилие деформирования, кгс; L_i – текущая длина образца, мм.

2.13.3 Испытания с постоянной скоростью деформации

При испытании с постоянной скоростью растяжения, скорость деформации $\dot{\epsilon}$, непрерывно понижается по мере увеличения длины образца. Для анализа кривых напряжение–деформация материала более корректны испытания с постоянной скоростью деформации. В результате, исходя из постоянства объема рабочей части и равномерности сверхпластической деформации, вычисляется действующее напряжение течения σ и истинная деформация:

$$\varepsilon = \ln (L_i/L_0), \quad (10)$$

где ε – истинная деформация;

L_i – расстояние между метками после i -ой деформации, мм;

L_0 – первоначальная длина, мм.

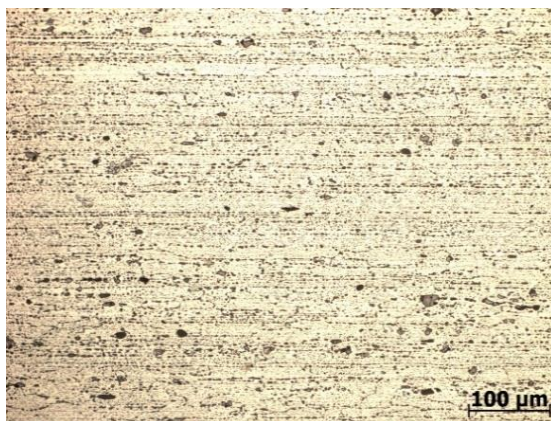
Обработка данных включает вычисление следующих параметров: показатель m , определяемый по результатам испытаний со скачковым (ступенчатым) изменением скорости растяжения, путем взятия производной, коэффициент деформационного упрочнения n , определяемый по результатам испытанной скоростью деформации – производная логарифма напряжения по деформации.

Глава 3 Влияние гетерогенизационного отжига на структуру и свойства алюминиевого сплава 1565ч

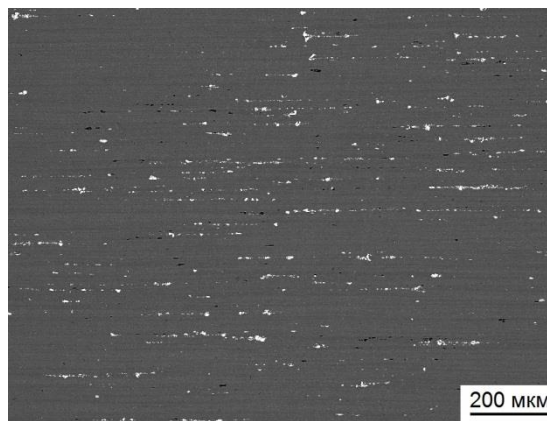
Формирование мелкого зерна в алюминиевых сплавах можно обеспечить, используя принцип оптимизации гетерогенности микроструктуры [55], который позволяет управлять процессами зарождения и роста зерен при рекристаллизации. Один из путей – использование гетерогенизационного отжига для выделения крупных частиц вторых фаз размерами около 0,5 – 1 мкм перед холодной деформацией [62]. Такие частицы позволяют накапливать в процессе холодной деформации дополнительные напряжения, которые релаксируют разворотом целых областей решетки, что приводит к появлению дополнительных мест образования зародышей при рекристаллизации. В результате повышается число центров рекристаллизации и формируется структура с меньшим размером зерна.

Раздел 1. Исследование влияния формы, размера и распределения частиц β – фазы, выделяющихся в процессе гетерогенизационного отжига

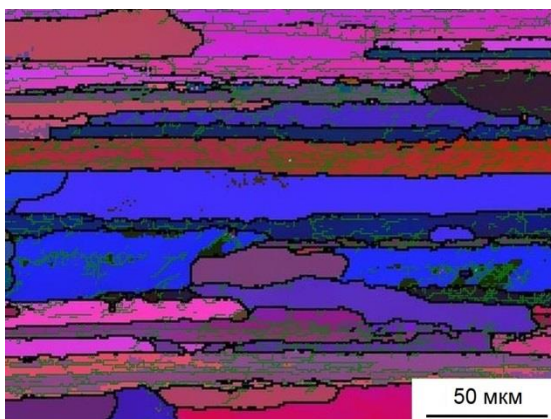
В микроструктуре исследуемого сплава системы Al–Mg в исходном состоянии (горячекатаная плита толщиной 20 мм) наблюдали грубые, размерами от 1 до 20 мкм (Рисунок 8а, б), частицы избыточных фаз, кристаллизационного происхождения, содержащие по результатам энерго–дисперсионного анализа в СЭМ алюминий, марганец, железо, кремний и хром. Как показали результаты EBSD анализа, сплав имел частично рекристаллизованную структуру (Рисунок 8в) с объемной долей рекристаллизованных зерен около 9 %. После термомеханической обработки структура сплава представлена зернами, вытянутыми в виде волокон вдоль оси деформации (Рисунок 8г).



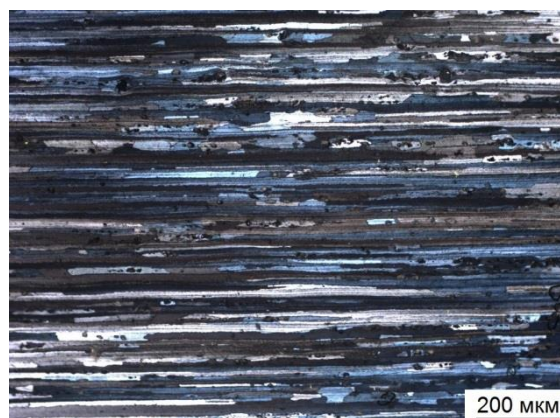
а



б



в



г

Рисунок 8 – Исходная структура плиты 6 мм исследуемого сплава в исходном состоянии: а, г – в световом микроскопе; б, в – в сканирующем электронном микроскопе

При этом преимущественно структура представлена деформированными зернами и субзернами с углами разориентировки от 2 до 15 градусов (Рисунок 9). В исходном состоянии, как показывает EBSD анализ, наблюдается текстура, имеющая, по литературным данным [133], высокую однородность по толщине листа.

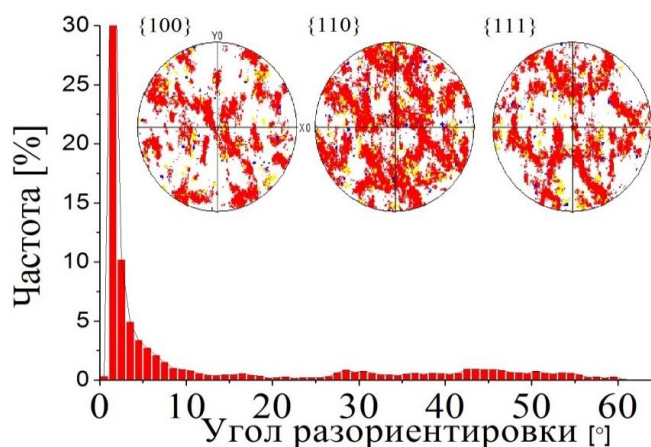


Рисунок 9 – Частотная характеристика углов разориентировки границ зерен и субзерен в исходных заготовках и полюсные фигуры по результатам EBSD-анализа

В данном сплаве возможно применение гетерогенизационного отжига для выделения частиц β -фазы (Al_3Mg_2) с целью измельчения зеренной структуры, формирующейся при рекристаллизации. С целью определения оптимального режима вышеописанной термической обработки исследовали влияние времени выдержки и температуры гетерогенизационного отжига перед холодной прокаткой на микроструктуру и свойства рекристаллизованного сплава 1565ч. Температуры отжига выбирали, ориентируясь на температуру сольвуса сплава, полученного термическим анализом (Рисунок 10) сплава и из данных литературы [134,135]. Температура солидуса по данным составила 565 °С, температура сольвуса по данным диаграммы и ThermoCalc составила 278 °С

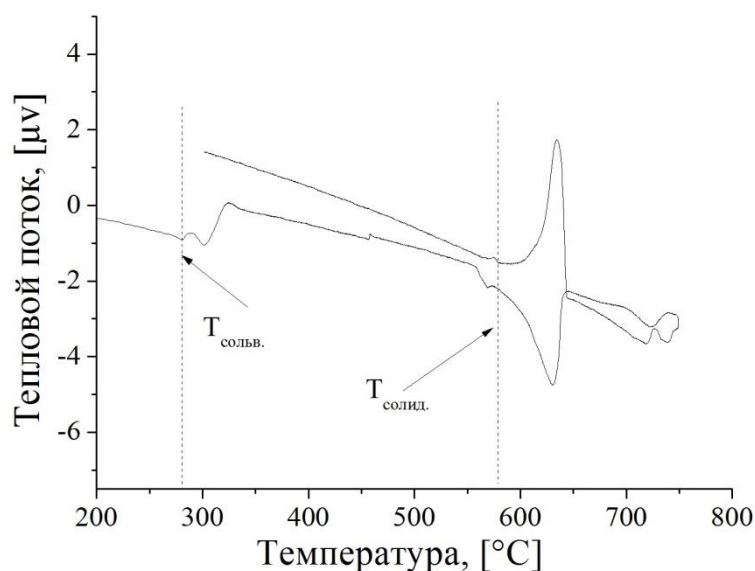


Рисунок 10 – Зависимость теплового потока от изменения температуры сплава 1565ч

Гетерогенизационный отжиг проводили при температурах: 130, 180, 230, 250 и 280 °С в течение 6, 12 и 24 часов при каждом режиме. Температура 280 °С находится выше температуры равновесного сольвуса. Листы получали по технологии включающей горячую и холодную прокатку с промежуточным гетерогенизационным отжигом в интервале температур 130–280 °С (Рисунок 11).

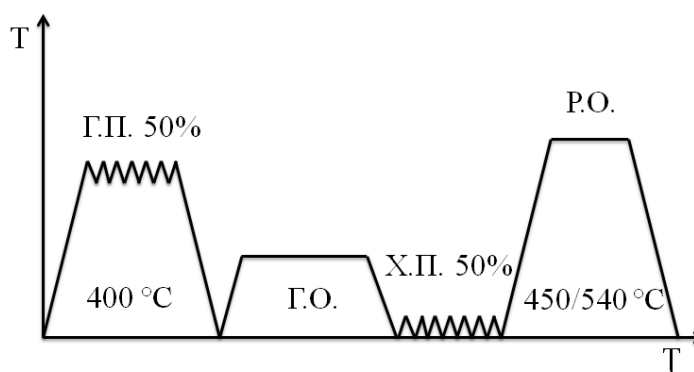


Рисунок 11 – Технологическая схема получения образцов: Г.П. – горячая прокатка при 400 °С, Г.О. – гетерогенизационный отжиг, Х.П. – холодная прокатка, Р.О. – рекристаллизационный отжиг

Температуру рекристаллизационного отжига выбирали, исходя из результатов, полученных методом механической спектроскопии на примере образца деформированного в холодную на 50% (Рисунок 12).

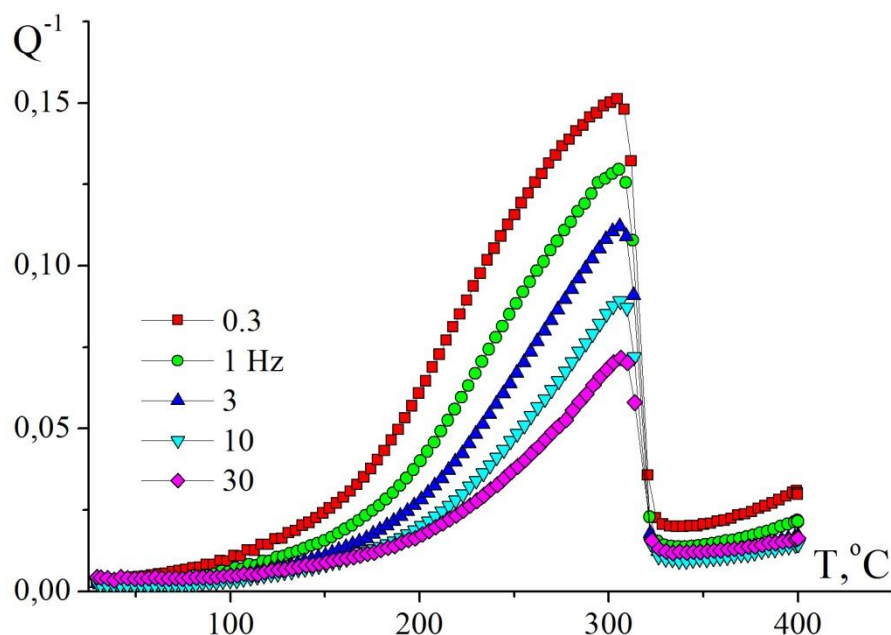


Рисунок 12 – график температурной зависимости внутреннего трения (ТЗВТ) для исследуемого сплава при нагреве до 400 °С.

По результатам анализа зависимости внутреннего трения от температуры можно заключить, что температура начала статической рекристаллизации около 300 °С, что соответствует температурно–независимому пику на кривых при степени холодной деформации 50%. Данный пик наблюдается более ярко при пониженных частотах испытания. Это связано с более полным прохождением релаксационных процессов, чем при высоких частотах. Известно, что фон внутреннего трения зависит от большого количества термически активированных релаксационных процессов, связанных, в свою очередь с дефектами кристаллической решетки [136]. Пик внутреннего трения и изменение модуля упругости взаимосвязаны одним фактором – изменением плотности дислокаций в процессе нагрева образца и его рекристаллизации. При нагреве в температурном интервале рекристаллизации величина внутреннего трения снижается пропорционально доли рекристаллизованного объема и уменьшению плотности дислокаций.

Рисунок 13 демонстрирует микроструктуры сплава после разных режимов гетерогенизационного отжига.

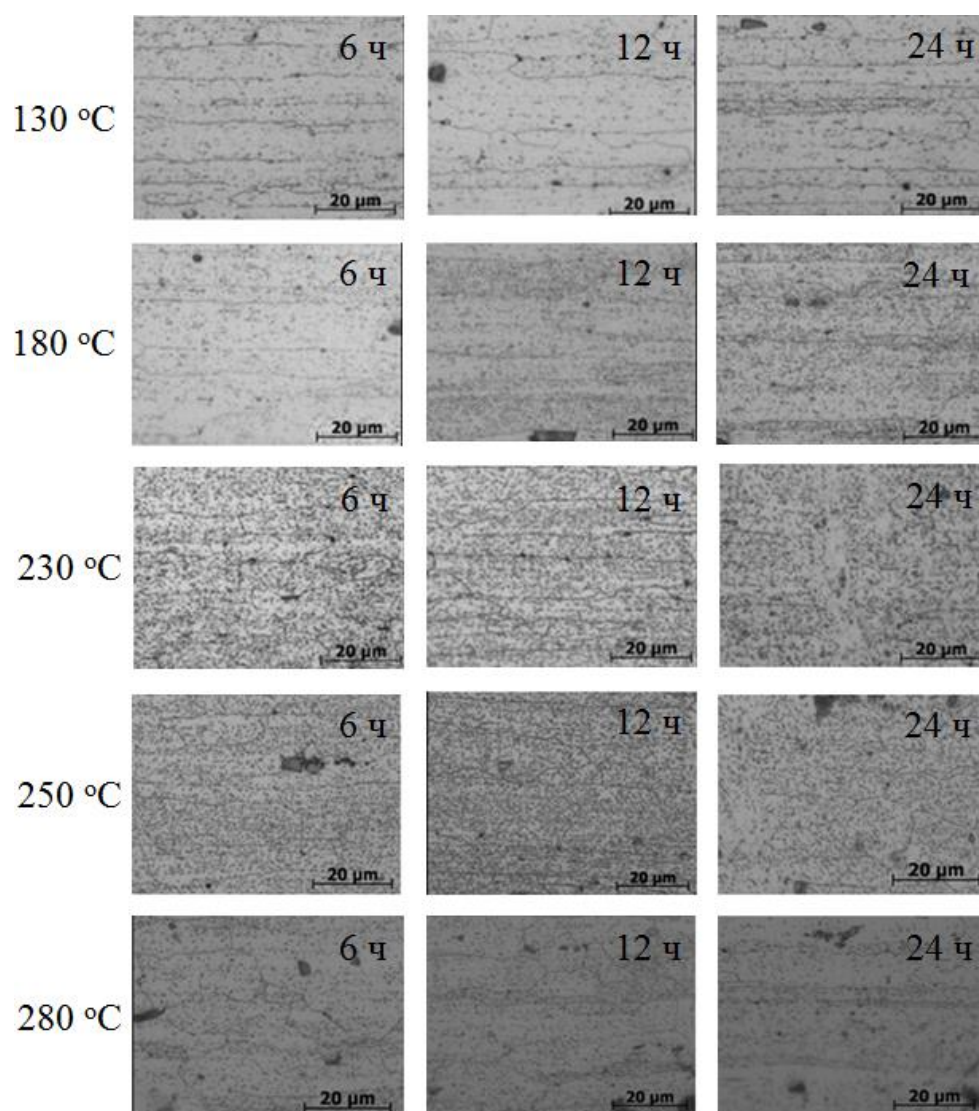


Рисунок 13 – Микроструктуры образцов после гетерогенизационного отжига, полученные методом световой микроскопии

Методом количественного анализа в образцах, полученных по разным режимам гетерогенизационного отжига, определяли средний линейный размер выделившихся частиц (Рисунок 14).

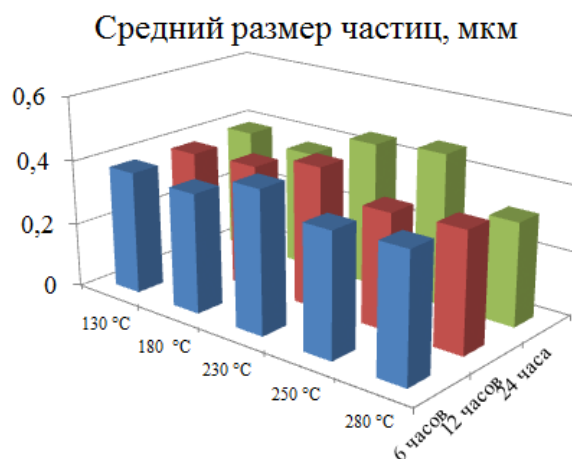


Рисунок 14 – Объемная доля частиц (а), средний размер (б) и расчетное межчастичное расстояние (в) выделившейся β -фазы

Полученные значения среднего диаметра частиц представлены ниже (Таблица 3).

Таблица 3 – Значения объемной доли частиц β -фазы, их среднего диаметра, коэффициента формы и межчастичного расстояния, полученного для разных режимов гетерогенизационного отжига

Режим отжига	Средний диаметр частиц, мкм	Коэффициент формы частиц
130 °C 6 ч	0,38±0,01	0,90
130 °C 12 ч	0,38±0,01	0,89
130 °C 24 ч	0,39±0,01	0,88
180 °C 6 ч	0,37±0,01	0,89
180 °C 12 ч	0,39±0,01	0,86
180 °C 24 ч	0,37±0,01	0,87
230 °C 6 ч	0,44±0,01	0,86
230 °C 12 ч	0,44±0,01	0,84
230 °C 24 ч	0,45±0,01	0,87
250 °C 6 ч	0,38±0,01	0,87
250 °C 12 ч	0,36±0,01	0,88
250 °C 24 ч	0,47±0,01	0,87
280 °C 6 ч	0,39±0,01	0,91
280 °C 12 ч	0,37±0,01	0,92
280 °C 24 ч	0,32±0,01	0,93

По данным микроструктурного анализа после гетерогенизационного отжига при температуре 130 °С вне зависимости от времени выдержки, β – фаза выделяется преимущественно по границам зёрен. При температуре 180 °С с увеличением времени выдержки до 24 часов количество частиц β –фазы увеличивается при более равномерном распределении. После 6 часов отжига при 230 °С наблюдается большая доля частиц β – фазы, равномерно распределенной в матрице, и при дальнейшем увеличении времени выдержки видимых изменений в структуре не происходит. Изменения структуры после гетерогенизационного отжига при 250 °С аналогичны изменениям микроструктуры при температуре 230 °С, а при отжиге 280 °С наблюдается растворение (уменьшение количества) частиц β –фазы, что подтверждается результатами исследований сканирующей микроскопии (Рисунок 15).

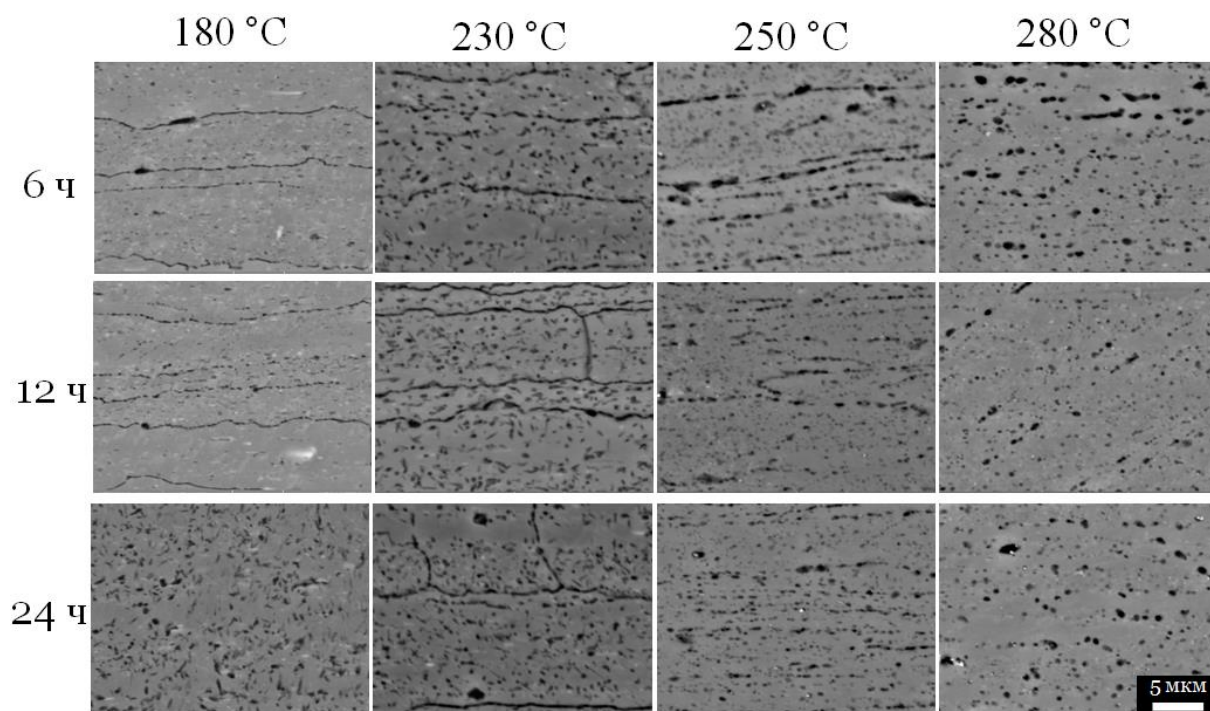


Рисунок 15 – Микроструктуры образцов после разных режимов гетерогенизационного отжига, полученные методом сканирующей микроскопии

Качественную сравнительную оценку доли β –фазы в листах проводили с помощью рентгенофазового анализа (Рисунок 16). После низкотемпературного отжига при 130 °С в сплаве присутствуют алюминиевый твердый раствор с г.ц.к. решеткой (параметр $a=0.4050$ нм), фаза Al_6Mn с орторомбической решеткой (параметры $a=0.75551$ нм, $b=0.64994$ нм и $c=0.88724$ нм), β –фаза Al_3Mg_2 с гексагональной решеткой (параметры $a=1.002$ нм, $c=1.6336$ нм) [81].

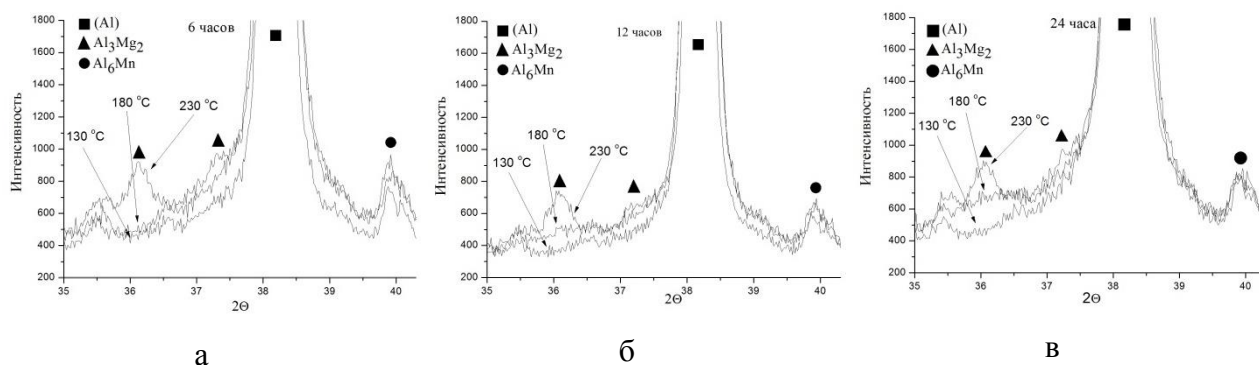


Рисунок 16 – Рентгенограммы образцов, подвергнутых отжигу при разных температурах:

а) фрагмент после гетерогенизационного отжига в течение 6 часов; б) фрагмент после гетерогенизационного отжига в течение 12 часов; в) фрагмент после гетерогенизационного отжига в течение 24 часов

Анализ полученных данных показал, что отжиг горячекатаного листа при 130 °C не приводит к появлению на рентгенограмме пиков принадлежащих β -фазе, после 24 часов отжига при 180 °C выявляются пики слабой интенсивности. Рентгенофазовым анализом β -фаза идентифицируется после отжига при 230 °C (Рисунок 16а) и 250 °C уже после 6 часов, что говорит об интенсивном выделении частиц при этих температурах.

После гетерогенизационного отжига и последующей холодной деформации на 50% методом ПЭМ выявлено присутствие повышенного количества дислокаций вокруг выделенных частиц β -фазы (Рисунок 17).

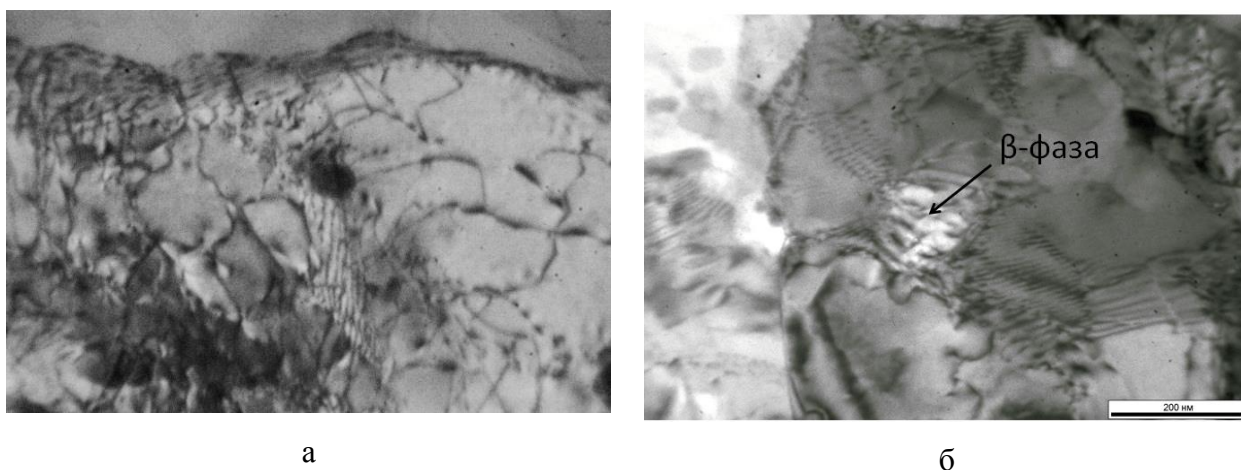


Рисунок 17 – Выделенные гетерогенизационным отжигом частицы β -фазы в окружении дислокаций после холодной деформации в сплаве 1565ч (ПЭМ).

Образцы после гетерогенизационного отжига при разных температурах и временах выдержки, прокатанные при комнатной температуре с обжатием 50 или 83 %, подвергали рекристаллизационному отжигу при температуре 450 °С 20 мин и анализировали зеренную структуру (Рисунок 18).

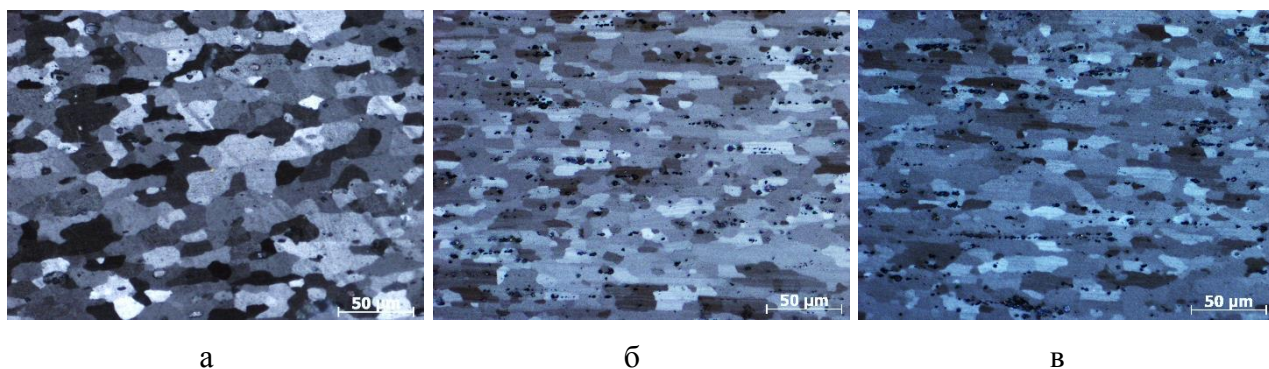


Рисунок 18 – Микроструктуры образцов после 50% холодной прокатки и 20 мин отжига при температуре 450 °С: а) без гетерогенизационного отжига перед холодной прокаткой ; б) с отжигом в течение 12 часов при 230 °С; в) с отжигом в течение 24 часов при 230 °С

Зависимости размера рекристаллизованного зерна от времени выдержки при разных температурах гетерогенизационного отжига представлены на рисунке 19.

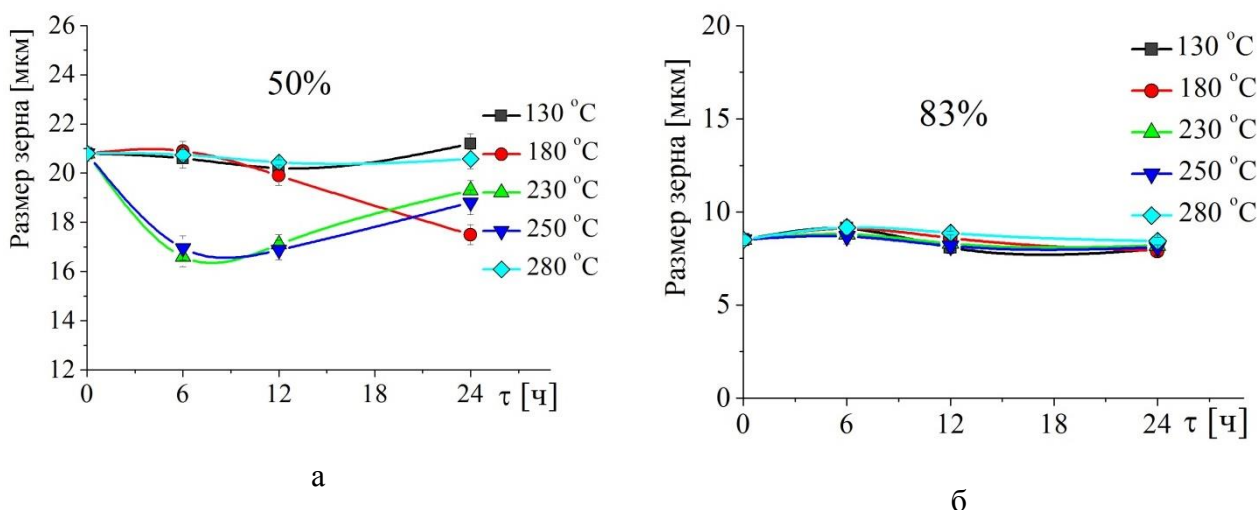


Рисунок 19 – Зависимости размера зерна рекристаллизованных при 450 °С образцов от времени выдержки при разных режимах гетерогенизационного отжига и последующей холодной прокатки с обжатиями 50% (а) и 83% (б)

В образцах, прокатанных на 50% холодной деформации, размер рекристаллизованного зерна не зависит от времени гетерогенизационного отжига при

температуре 130 °С, так как объемная доля β -фазы при этой температуре не значительна. Зерно уменьшается с 20,8 мкм до 17,5 мкм с увеличением времени гетерогенизационного отжига до 24 часов при температуре 180 °С, при этом в структуре наблюдали однородно распределенные частицы β -фазы. Использование в технологической цепочке отжига–гетерогенизации в течение 6 часов при температуре 230 °С позволяет сформировать зерно меньшего размера – 16,6 мкм, дальнейшее увеличение времени выдержки при гетерогенизационном отжиге приводит к увеличению размера конечного рекристаллизованного зерна, что, вероятно, связано с огрублением частиц β -фазы и увеличением расстояния между ними. При этом очевидно, что кратковременный 6 часовой отжиг предпочтительнее с точки зрения промышленного производства, чем длительный, 24 часа или дольше, отжиг при более низкой температуре. Таким образом, зависимости размера зерна от времени отжига согласуются с данными рентгеновского анализа и качественного анализа структуры после гетерогенизационного отжига, и режим гетерогенизационного отжига при температуре 230 °С, 6 часов можно считать наилучшим с точки зрения формирования мелкозернистой структуры в листовых заготовках при степени деформации 50 %.

При увеличении степени холодной деформации до 80 % гетерогенизационный отжиг слабо сказывается на рекристаллизованной структуре. Мелкозернистая структура с размером зерна около 9 мкм формируется при любом выбранном режиме отжига, а также без него. Это, вероятно, связано с общей высокой плотностью дислокаций в материале в результате значительной степени холодной деформации сплава с высоким содержанием магния, и зарождение новых зерен на крупных частицах не вносит вклада в измельчение зерна. Таким образом, гетерогенизационный отжиг целесообразно применять в технологической цепочке для измельчения зерна при использовании степени деформации 50 % и нецелесообразно при больших обжатиях, например, 80%. При этом необходимо отметить, что обжатия при холодной прокатке более 50 % редко применяются в промышленном производстве.

Для оценки влияния гетерогенизационного отжига на зеренную структуру при степенях деформации менее 50 % были получены листы по 4 технологическим схемам: включающим холодную прокатку с обжатиями 17 и 25 % без гетерогенизационного отжига (технологии 1.1, 1.2) и с предварительным гетерогенизационным отжигом при 230 °С в течение 6 часов (технологии 2.1, 2.2). Прокатка с обжатием 17 % независимо от использования предварительного отжига–гетерогенизации не обеспечивает достаточной плотности дислокаций и рекристаллизация при 450 °С проходит только частично, структура получается неоднородной (Рисунок 20а, б). Микроструктура после прокатки с

25 % деформации и отжига при 450 °С полностью рекристаллизованная (Рисунок 20в, г), но зерно имеет неравноосную форму и вытянуто в направлении прокатки.

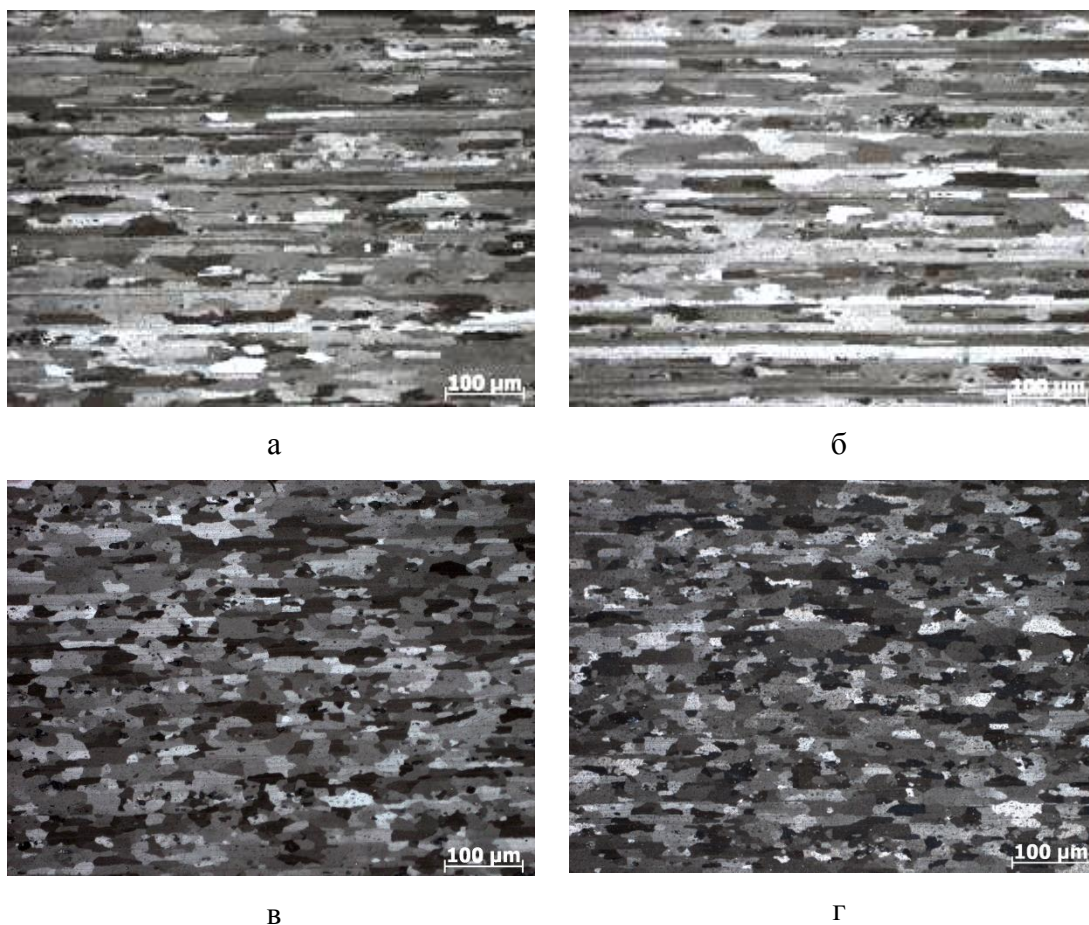


Рисунок 20 – Структура листов с последующим рекристаллизационным отжигом: а) после холодной прокатки на 17% без гетерогенизационного отжига; б) после холодной прокатки на 17% с гетерогенизационным отжигом; в) после холодной прокатки на 25% без гетерогенизационного отжига; г) после холодной прокатки на 25% с гетерогенизационным отжигом

После прокатки с обжатием 25 %, благодаря гетерогенизационному отжигу достигается некоторое уменьшение среднего размера зерна в продольном направлении с 27 до 23 мкм (Таблица 4) и, соответственно, увеличивается его равноосность – коэффициент формы увеличивается с 0.4 до 0.5 при использовании отжига.

Таблица 4 – Средний размер зерна в образцах после 20 минут отжига при 450 °С

Технология получения листов	Продольный размер зерна, L мкм	Поперечный размер зерна, s мкм	Коэффициент формы, L / s
1.2: (Х.П. на 25%)	26,7±1,0	10,5±0,1	0,4
2.2: (Г.О.+ Х.П. на 25%)	23,1±1,0	11,1±0,1	0,5

На образцах, полученных по разным режимам обработки со степенью обжатия до 50 %, были измерены предел текучести, предел прочности и относительное удлинение. Испытания проводили при комнатной температуре в направлении поперечной прокатки после рекристаллизационного отжига (Таблица 5). Выбор такого направления вырезки образцов необходим для определения минимальных гарантированных значений относительного удлинения.

Таблица 5 – Механические свойства полученных листов после холодной прокатки и 20 минут отжига при 450 °С

Технология получения	Продольный размер зерна, мкм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
1.1 (Х.П. на 17%)	–	205±5	370±5	16,4±0,5
2.1 (Г.О.+ Х.П. на 17%)	–	200±5	375±5	16,7±0,2
1.2 (Х.П. на 25%)	26,7±0,2	165±5	355±5	17,9±0,3
2.2 (Г.О.+ Х.П. на 25%)	23,1±0,1	165±5	355±5	19,9±0,3
1.3 (Х.П. на 50%)	20,8±0,3	170±5	350±5	21,2±0,2
2.3 (Г.О.+ Х.П. на 50%)	16,6±0,4	175±5	350±5	23,5±0,4

Как видно из таблицы, гетерогенизационный отжиг перед холодной прокаткой на 25 и 50 % позволяет повысить относительное удлинение листов примерно на 2 %, вероятно благодаря формированию более мелкого рекристаллизованного зерна. Высокий

предел текучести и пониженные значения относительного удлинения в листах, полученных после 17 % холодной деформации и отжига, являются результатом практически нерекристаллизованной зеренной структуры. При одинаковых значениях предела прочности предел текучести мелкозернистой заготовки на 5 МПа выше и относительное удлинение также несколько выше, чем у листа, полученного по промышленной технологии.

Таким образом, включение в технологическую схему гетерогенизационного отжига позволяет получить более мелкое и равноосное зерно, что, в конечном счёте, повышает относительное удлинение при комнатной температуре листов в направлении поперечной прокатки. Применение в технологической цепочке гетерогенизационного отжига при 230 °С в течение 6 часов с выделением β – фазы, обеспечивает наиболее эффективное измельчение зерна, при холодной прокатке на 50 % и рекристаллизационном отжиге при 450 °С в течение 20 минут формируется зерно среднего размера $16,6 \pm 0,4$ мкм. С увеличением степени холодной деформации вклад гетерогенизационного отжига в измельчение зерна нивелируется, так как общая высокая плотность дислокаций играет более приоритетную роль в зарождении новых зерен в процессе рекристаллизационного отжига.

Раздел 2. Разработка технологии получения листового полуфабриката

Исходя из обзора литературы [2,9,62,77–81,15,20,55–59,61], актуальной также является задача определения влияния гетерогенизационного отжига на структуру и механические свойства листовых полуфабрикатов. Для реализации поставленной задачи были разработаны технологии получения листового полуфабриката, обеспечивающие размер рекристаллизованного зерна менее 10 мкм, возможность реализации сверхпластической формовки и повышенные механические свойства при комнатной температуре.

С целью выбора способа получения наиболее оптимального режима исходные заготовки подвергали обработке по 4 режимам для получения листовых образцов толщиной 1, 3 и 5 мм (Рисунок 21). Выбранные режимы представляют собой комбинации горячей, холодной прокатки с промежуточным гетерогенизационным отжигом. Главным критерием при выборе схем являлось сохранение технологической пластичности.



Рисунок 21 – Технологии получения листовых образцов толщиной 1, 3 и 5 мм

Таблица 6 содержит средний размер зерен после рекристаллизационного отжига в течение 20 минут при температурах 450 и 540 °С в направлении прокатки, определенный для листов, полученных в промышленности по стандартной схеме и по схемам обработки, представленным на рисунке 21. На рисунке 22 приведены примеры микроструктуры промышленной заготовки и листа, полученного по режиму 2, толщиной 3 мм.

Таблица 6 – Средний размер рекристаллизованных зерен сплава 1565 в листах толщиной 3 и 5 мм.

Режим обработки	Толщина листа, мм	Средний размер зерна в продольном направлении, мкм	
		Температура рекристаллизационного отжига	
		450 °С	540 °С
Промышленная технология	3	–	34,7±1,6 (КФ=0,5)
1	1	10,6±0,8	11,2±0,9
2	3	7,9±0,1	8,9±0,1
3	5	10,2±0,1	10,9±0,1
4	5	9,1±0,1	9,7±0,2

Анализ данных таблицы показал, что увеличение температуры отжига слабо сказывается на конечный средний размер зерна. Это свидетельствует о термической

стабильности зеренной структуры, которая обеспечивается наличием дисперсных марганцовистых частиц высокой плотности, выделяющиеся в процессе кристаллизации (Рисунок 22). Сравнивая режим 1 с режимом 3, можно подтвердить вышеописанный вывод, что гетерогенизационный отжиг оказывает слабое влияние на средний размер зерна после высокой степени холодной деформации (режим 1), а комбинация гетерогенизационного отжига с меньшей степенью деформации (режим 2) приводит такому же измельчению зерна, что и в сильнодеформированном материале (Таблица 6).

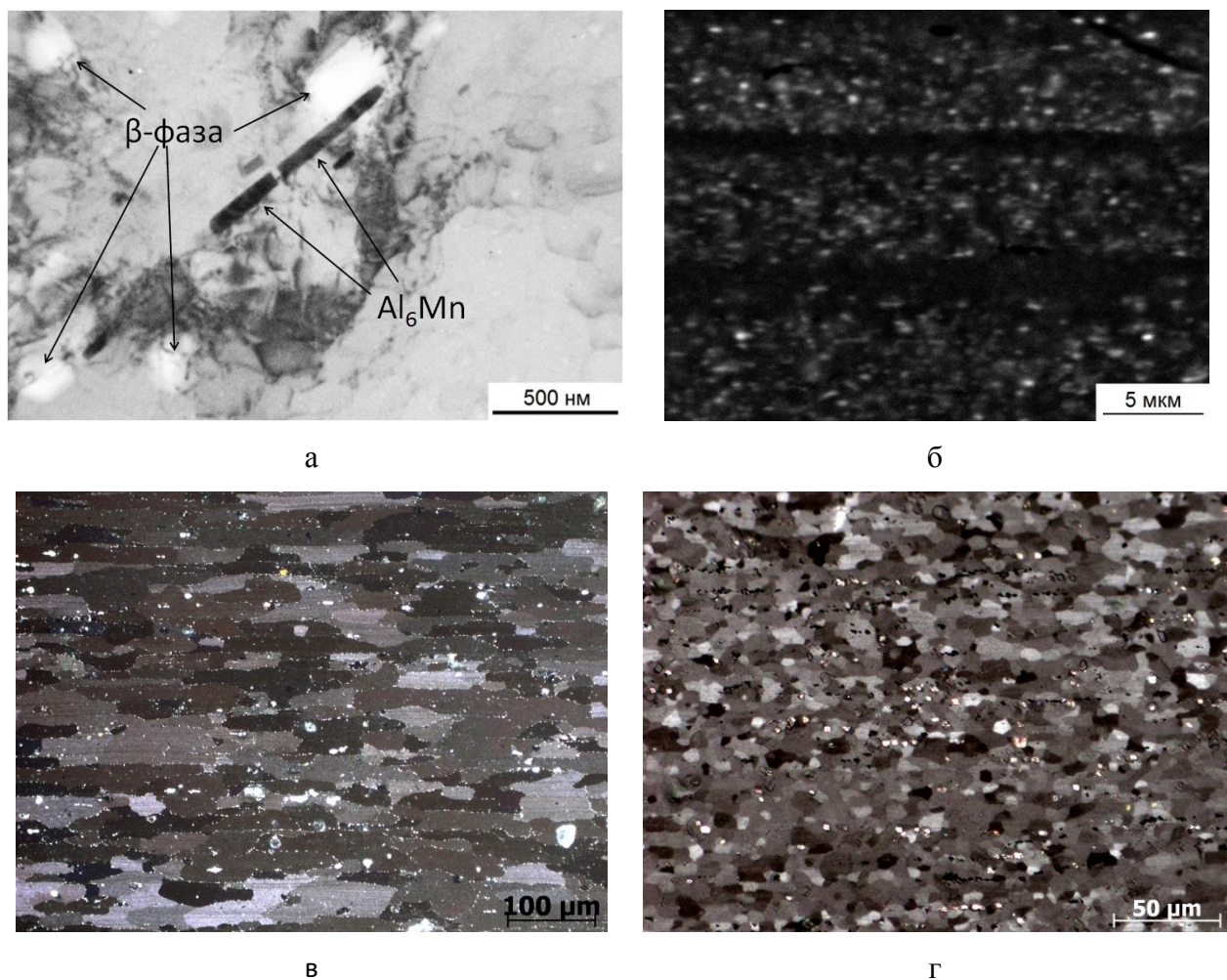


Рисунок 22 – Микроструктура листа после горячей прокатки (а) (ПЭМ) и в листовом полуфабрикате, полученном по режиму 2 (а,б,г) (СЭМ) и промышленному режиму (в) (в, г – зеренная структура после отжига холоднокатанных листов при 540 °С 20 минут)

Для оценки влияния гетерогенизационного отжига на предел текучести, предел прочности и относительное удлинение в листовых полуфабрикатах были проведены испытания на определение механических свойств при комнатной температуре для листов, полученных по режимам 2 и 4 в сравнении с промышленной технологией (Таблица 7).

Таблица 7 – Механические свойства при комнатной температуре промышленных листов и листов, полученных по режиму 2 и 4 сплава 1565. Состояние М – отжиг при температуре 540 °С в течение 30 минут

Режим	Размер зерна, мкм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Промышленная технология	34,7±1,6	150±3	360±5	21±1
Экспериментальная технология 2	8,9±0,1	177±5	365±4	23±1
Экспериментальная технология 4	10,9±0,1	175±2	360±3	26±1

Из таблицы следует, что при одинаковых значениях предела прочности предел текучести мелкозернистой заготовки на 25–27 МПа выше при увеличении показателя пластичности, чем у листа с крупнозернистой структурой.

Для образцов с микрозернистой структурой (размер 10 мкм и менее) определяли показатели сверхпластичности. Так у листов, полученных по режиму 2, были определены показатели сверхпластичности и проведено его сравнение с промышленным сплавом AA5083sp (производства AMAG), применяемым для промышленной сверхпластической формовки. Интервал температур сверхпластической формовки сплава AA5083sp составляет 520–550 °С [81], при этом увеличение температуры приводит к улучшению показателей сверхпластичности [137]. Оба сплава, принадлежат системе Al–Mg–Mn, и, как и другие магналии, относятся к группе сплавов с подсолидусной сверхпластичностью [138–140], поэтому лучшие показатели сверхпластичности можно ожидать при температуре 0,95–0,97 от $T_{пл}$. Результаты испытаний со скачком в повышении скорости деформации при температуре 0,97 $T_{пл}$ представлены на рисунке 23а. Максимальные значения скоростной чувствительности m около 0.7 соответствуют оптимальным значениям скорости деформации $(1-2) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, при этом показатель скоростной чувствительности выше 0.4 сохраняется и при больших скоростях, до $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (Рисунок 23).

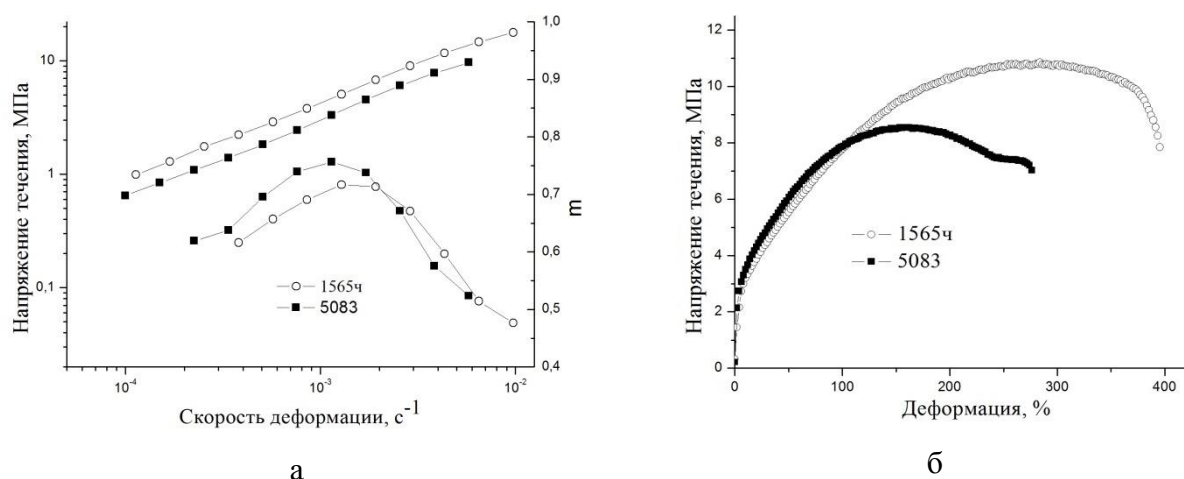


Рисунок 23 – Зависимость напряжения течения и показателя скоростной чувствительности m сплавов 1565ч и АА5083 от скорости деформации при испытаниях со скачковым повышением скорости деформации (а) и от степени деформации при испытаниях с постоянной скоростью деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (б) при температуре $0,97T_{\text{пл}}$

Значение напряжения течения в сплаве 1565ч составило 10,8 МПа, а в сплаве АА5083sp – 8,3 МПа. При этом до степени деформации 100–150 %, наиболее часто используемых в промышленности, значения напряжений обоих сплавов совпадают. Сплав 1565ч демонстрирует 400% относительного удлинения, что на 130 % больше, чем у сплава АА5083sp, и позволит получать методом сверхпластической формовки изделия более сложной геометрии.

Также были проведены испытания по определению показателей сверхпластичности для образцов, полученных по режиму 4. Рисунок 24 содержит полученные зависимости напряжения течения от скорости деформации.

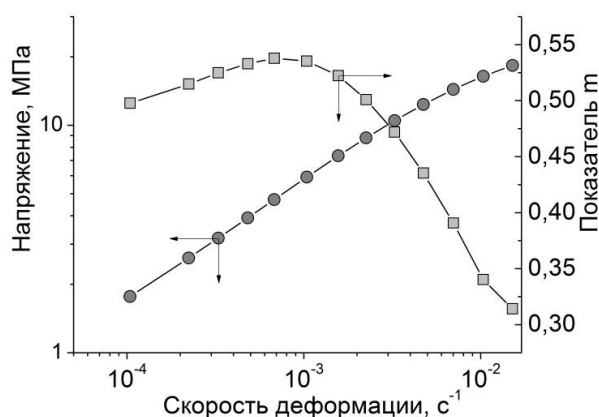


Рисунок 24 – Зависимость напряжения течения (а) и показателя скоростной чувствительности m (б) от скорости деформации при 540 °С

Напряжение на линейном участке логарифмической зависимости напряжения от скорости деформации не превышает 10 МПа, а максимум скоростной чувствительности ($m=0,55$) соответствует интервалу скоростей $8 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. При этом значения показателя скоростной чувствительности m выше 0,3 сохраняются при скоростях до $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, что говорит о возможности получения сверхпластичности при этих скоростях.

С увеличением скорости деформации и уменьшением температуры закономерно возрастает напряжение течения. Для листа толщиной 5 мм получено относительное удлинение в 230 % при скорости $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, напряжение течения при этом также достаточно низкое, около 7 МПа (Рисунок 25б). Более низкое удлинение по сравнению с образцами толщиной 1 мм, вероятно, следствие большей исходной рабочей длины образцов. Для листа толщиной 1 мм наибольшее относительное удлинение в 370 % получили при скорости $8,5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и температуре в 540°C при напряжении течения не более 6 МПа (Рисунок 25б).

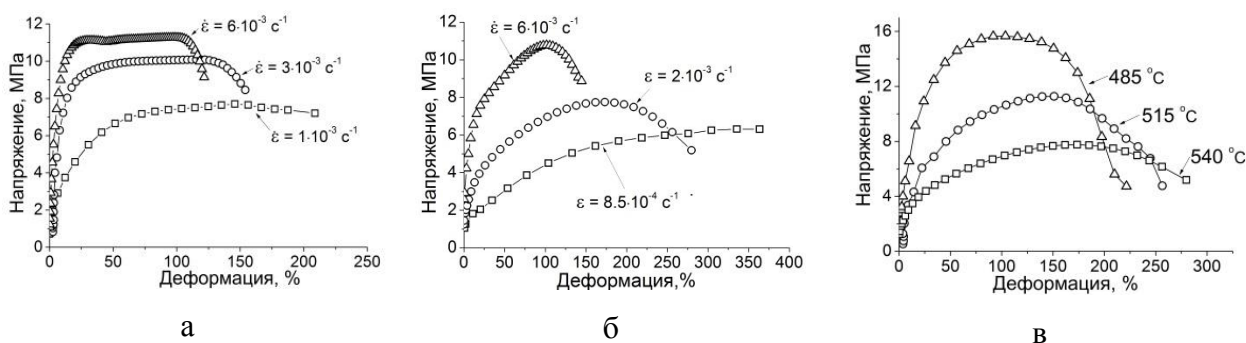


Рисунок 25 – Зависимость напряжения течения от степени деформации образцов сплава 1565 толщиной 5 мм (а) и 1 мм (б) при постоянной температуре 540°C , и образцов толщиной 1 мм (в) при постоянной скорости деформации $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

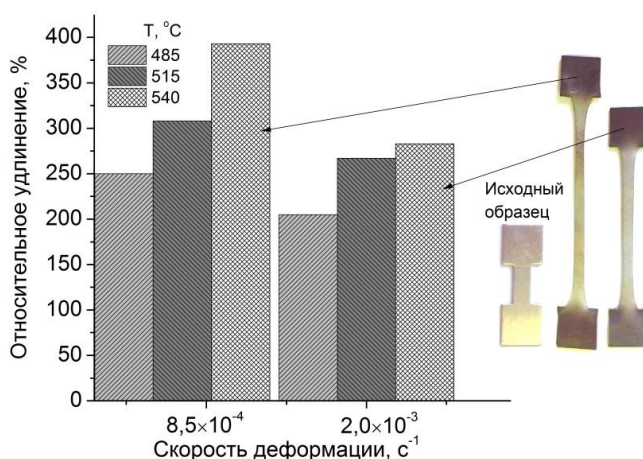


Рисунок 26 – Относительное удлинение образцов после СПД при постоянных скоростях деформации $8,5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и фотографии образцов до и после деформации

Стоит отметить, что полученного относительного удлинения 230% достаточно для формообразования простой детали куполообразной формы, сверхпластическая формовка которой была опробована на листовой заготовке толщиной 5 мм. Такая деталь является прототипом торцевой части цистерны. График подачи давления от времени формовки и схема процесса сверхпластической формовки представлены на рисунке 7. Давление аргона не превысило 0,5 МПа (5,2 атм.), а время получения полной детали составило 4 минуты 15 секунд (Рисунок 27). Рисунок 28 демонстрирует детали, полученные сверхпластической формовкой из листов толщиной 5 мм. Деталь, с максимальной деформацией полностью воспроизводит гравюру матрицы.

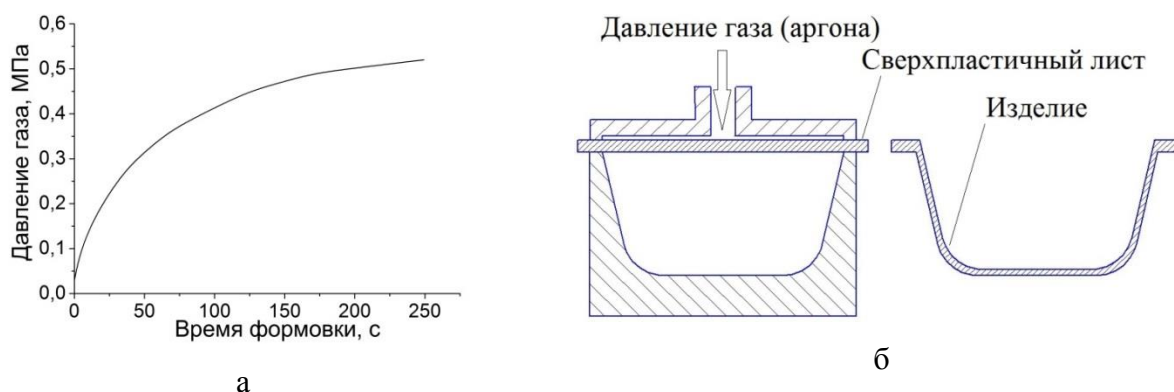


Рисунок 27 – График зависимости давления газа от продолжительности сверхпластической формовки (а) и схема сверхпластической вытяжки (б)

Степень деформации после сверхпластической формовки полной детали в полученных деталях данной формы составила 35% – утонение с 5 до 3,25 мм в углах заготовки, а в вершине – 28% – утонение с 5 до 3,6 мм.



Рисунок 28 – Детали куполообразной формы из 5 мм листа сплава 1565, полученного методом сверхпластической формовки

Выводы по главе

1. Исследовано влияние гетерогенизационного отжига в интервале температур 130–280 °С и времени выдержки 6–24 ч, включенного в технологию получения листа между горячей и холодной прокаткой на 50–80%. Показано, что гетерогенизационный отжиг при 230–250 °С в течение 6–12 часов обеспечивающий выделение частиц β -фазы среднего размера $0,5 \pm 0,1$ мкм приводит к уменьшению среднего размера рекристаллизованного зерна с $20,8 \pm 0,3$ мкм до $16,6 \pm 0,4$ мкм после отжига холоднокатаного листа при 450 °С в течение 20 минут для листов полученных с обжатием при холодной прокатке 50%.
2. Показано, что образцы из листов сплава толщиной 3–5 мм, полученные с включением гетерогенизационного отжига в промежуток между холодными деформациями по 50%, после рекристаллизационного отжига при 540 °С имеют равноосное зерно среднего размера 9–11 мкм, что приводит к повышению предела текучести на 25–27 МПа и относительного удлинения при комнатной температуре на 2–5% по сравнению с образцами промышленных листов с размером зерна около 35 мкм и коэффициентом формы зерен 0.5. Экспериментальные технологии обеспечивают сплаву сверхпластичное состояние с относительным удлинением до 400% при напряжении течения, не превышающем 11 МПа при температуре 540 °С и постоянной скорости деформации $(1-2) \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.
3. Из листовых заготовок толщиной 5 мм методом сверхпластической формовки со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 540 °С получены детали куполообразной формы с точным воспроизведением гравюры матрицы, что подтверждает эффективность применения используемых технологий для получения сверхпластичных листов повышенной толщины.
4. При увеличении степени холодной деформации до 83% при исследованных режимах гетерогенизационного отжига, а также без него формируется зерно средним размером 9 мкм, т.е. гетерогенизация не оказывает влияния на размер зерна, что, вероятно, связано со сменой механизма рекристаллизации при увеличении общей плотности дислокаций в материале из-за большой степени холодной деформации сплава с высоким содержанием магния, и, в результате, зарождение новых зерен на крупных частицах не вносит вклада в измельчение зерна.
5. Листы сплава 1565с толщиной 1 мм, полученные с применением горячей прокатки и холодной прокатки с обжатием 56% имеют равноосную зеренную структуру с коэффициентом формы зерен 0,9, показывают до 370% относительного удлинения при температуре 540 °С и скорости сверхпластической деформации $8,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.

Глава 4 Влияние температуры и степени деформации при всесторонней изотермической осадке на микроструктуру и механические свойства сплава 1565ч

Раздел 1. Эволюция микроструктуры сплава 1565ч в процессе всесторонней изотермической осадки при степени деформации 0.5 за одну ковочную операцию в широком интервале температур

Как рассматривалось в литературном обзоре [28,107,118–122,141,142,108–114,117], применение ИПД является эффективным методом получения ультрамелкозернистой структуры, которая, в свою очередь обеспечивает высокие показатели механических и эксплуатационных свойств. Однако в вышеперечисленных работах недостаточное внимание уделено эволюции микроструктуры в процессе ИПД и её зависимости от температуры, при которой идёт деформация. Целью исследования второй части работы являлось изучение влияния различных степеней деформации в процессе всесторонней изотермической осадки на структуру и свойства сплава 1565ч в интервале температур от 200 до 500 °С. Объектом исследования являлись двадцатимиллиметровая промышленная плита, полученная в результате горячей прокатки при 400 °С а также слитки толщиной 18 и 28 мм, полученные в лабораторных условиях. Гомогенизацию слитков проводили при 430 °С в течение 5 часов и 480 °С в течение 3 часов. Размер зерна в сплаве после гомогенизации определяли методом случайных секущих, который составил $(89,7 \pm 6,7)$ мкм.

Рассмотрим схему всесторонней изотермической осадки, при которой за одну осадочную операцию накапливается 0,5 логарифмической деформации и 1,5 за один полный цикл. Образцы с размерами 14 мм × 10 мм × 10 мм были продеформированы на универсальной испытательной машине UME–10Т с максимальным напряжением 10 тонн с изотермической выдержкой при 200 °С (473 К), 300 °С (573 К), 400 °С (673 К) и 500 °С (773 К) при скорости деформации 6×10^{-1} с⁻¹. Также часть экспериментов была выполнена на комплексе физического моделирования «Gleeble 3800» при скорости деформации 1×10^{-1} с⁻¹.

Для реализации одного полного цикла всесторонней изотермической осадки необходимы 3 технологических этапа: на первом этапе образец деформируется в направлении оси z с 14 до 8,4 мм; при втором этапе деформация происходит в направлении оси y от 12,9 до 7,7 мм; на последнем этапе образец возвращается к

начальному размеру после сжатия по оси X. Деформацию образцов можно определить по уравнению 1, если не учитывать силу трения:

$$\varepsilon = \ln (L_i/L_0), \quad (10)$$

где L_0, L_i начальная и конечная высота образцов, соответственно.

Несмотря на то, что в литературных источниках для призматических образцов рекомендуют использовать формулу, содержащую поправочный коэффициент $\frac{2}{\sqrt{3}}$, в данной работе расчёт деформации велся без его применения, так как на качественную оценку он, являясь константой, не оказывал никакого влияния.

Реализованная схема позволяет накапливать 0,5 логарифмической деформации за один проход и 1,5 за один полный цикл, состоящий из трех проходов. Максимально накопленная деформация для данной схемы составляла 7,5. начальные скорости деформации были – $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и $1 \times 10^1 \text{ с}^{-1}$. Для уменьшения трения использовали графитную смазку.

Исходная микроструктура после гомогенизационного отжига показана на рисунке 29. В гомогенизированном образце средний размер зерна составил $89,7 \pm 1,3$ мкм, причем размер зерна варьировался от 20 до 200 мкм. Фазовый состав сплава представлен твердым раствором алюминия с включениями грубых выделений кристаллизационного происхождения по периферии дендритных ячеек. Были определены два основных типа кристаллизованных фаз: как видно из EDS–карт распределения (Рисунок 29в, г, е–з) светлые частицы, содержащие марганец, железо и кремний, скорее всего, относятся к фазе $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}_2$, а темные серые включения, богатые магнием и кремнием, – к фазе Mg_2Si . Объемная доля светлых железо–марганцовистых включений составила примерно 2%.

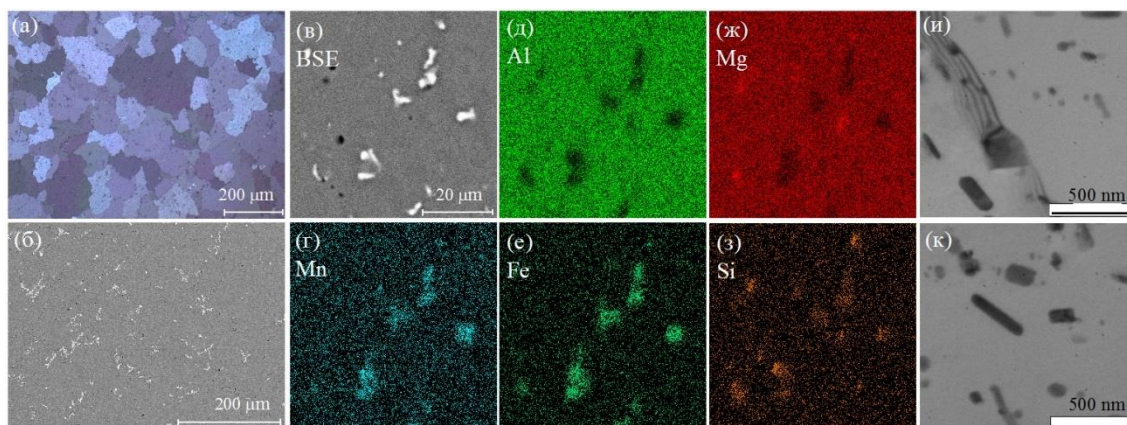


Рисунок 29 – Исходная микроструктура сплава после гомогенизационного отжига: (а) зеренная структура (световая микроскопия); (б, в) фазовое распределение и (г–з) карты распределения по элементам (в) – сектора (сканирующая электронная микроскопия); (и, к) частицы марганцевистой фазы (просвечивающая электронная микроскопия)

Также в гомогенизированном состоянии наблюдали типичные для сплавов пятитысячной серии (AA5000) вторичные пластинчатые выделения (Рисунок 29и, к). Выделения, скорее всего, относятся к фазе типа Al_6Mn [143–147], их толщина варьировалась от 20 до 210 нм, а длина от 70 до 720 нм. Параметры частиц не зависели существенно от режима гомогенизации.

Исследовали эволюцию микроструктуры и свойств образцов сплава 1565ч в процессе ВИО при скорости $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Зеренную структуру в приповерхностном слое изучали после каждой осадки первого цикла и после каждого последующего полного цикла (накопленная деформация 0.5, 1, 1.5, 3, 4.5 и 6). Поверхность образца (плоскость XZ на рисунке Рисунок 4а) была сошлифована на величину 0,2–0,3 мм. Микроструктура и распределение вторых фаз анализировали в срединном поперечном слое (половина плоскости YXZ на рисунке Рисунок 4а) после двух ($\sum e = 3$) и четырех ($\sum e = 6$) циклов. Рисунок 30 демонстрирует эволюцию микроструктуры после первых трех осадок при 500 °C и 400 °C в приповерхностном слое.

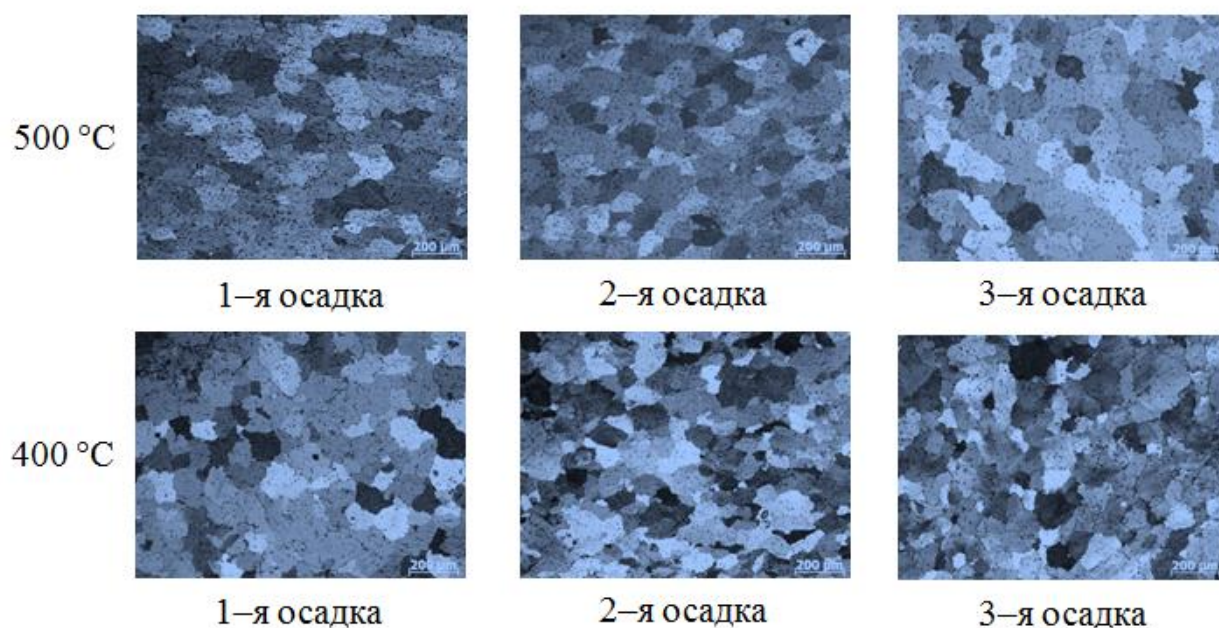


Рисунок 30 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после одного полного цикла: первая осадка по оси Z, вторая по оси Y, третья – по оси X

Данные после эволюции размера зерна в приповерхностном слое представлены на рисунке 31. Размер зерна, как в случае деформации при 500 °C, так и при 400 °C, с увеличением числа осадок, сначала резко уменьшается, а затем меняется слабо вплоть до пяти исследованных циклов.

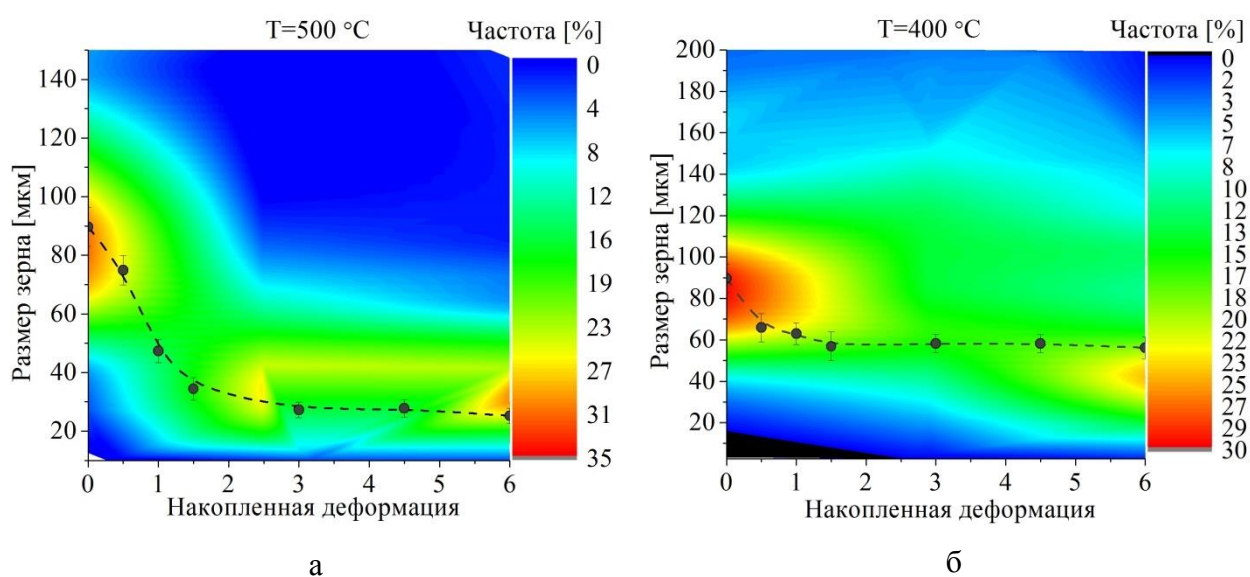


Рисунок 31 – Распределение значений размеров зерен после ВИО при 500°C (а) и 400 °C (б). Пунктиром обозначен средний размер зерна

Видно, что средний размер зерна при 500 °С уменьшается с $89,7 \pm 6,7$ мкм до $74,9 \pm 5,0$ мкм, после второй осадки до $47,0 \pm 4,0$ и в дальнейшем измельчаются слабо: после третьей осадки составляя $34,5 \pm 3,8$ мкм. После ВИО при 400 °С можно отметить, что после первой осадки средний размер зерна измельчается с $89,7 \pm 6,7$ мкм до $65,9 \pm 6,8$ мкм, а при последующих осадках (Рисунок 31б) измельчение зерна менее значительно: после второй осадки средний размер равнялся $62,9 \pm 5,2$ мкм, после третьей – $56,8 \pm 6,9$ мкм. Твердость образцов также меняется незначительно с увеличением количества циклов: после первого цикла HV равнялась $89,0 \pm 4,5$, после второго цикла – $90,0 \pm 7$, после пятого – $93,0 \pm 2,5$. При обеих температурах осадки зерна, в основном, сохраняли равноосную форму с коэффициентом формы около 0,85.

Из анализа графика частотного распределения по размеру зерна в приповерхностном слое можно заключить (Рисунок 31), что измельчение зерна происходит нелинейно: после второго, третьего и четвертого цикла размер зерна стабилизировался, а после пятого наблюдается увеличение количества мелких зерен. Эффект объясняется увеличением внутренней проработанной зоны от центра к периферии за счет протекания динамической рекристаллизации, что видно из анализа микроструктур и графиков зависимости напряжения от деформации после большого количества циклов (Рисунок 32а, б). С другой стороны, снижение эффективности измельчения зерна связано с прохождением динамической полигонизации, в результате которой дислокации выстраиваются в стенки и формируются малоугловые границы (Рисунок 32в, г).

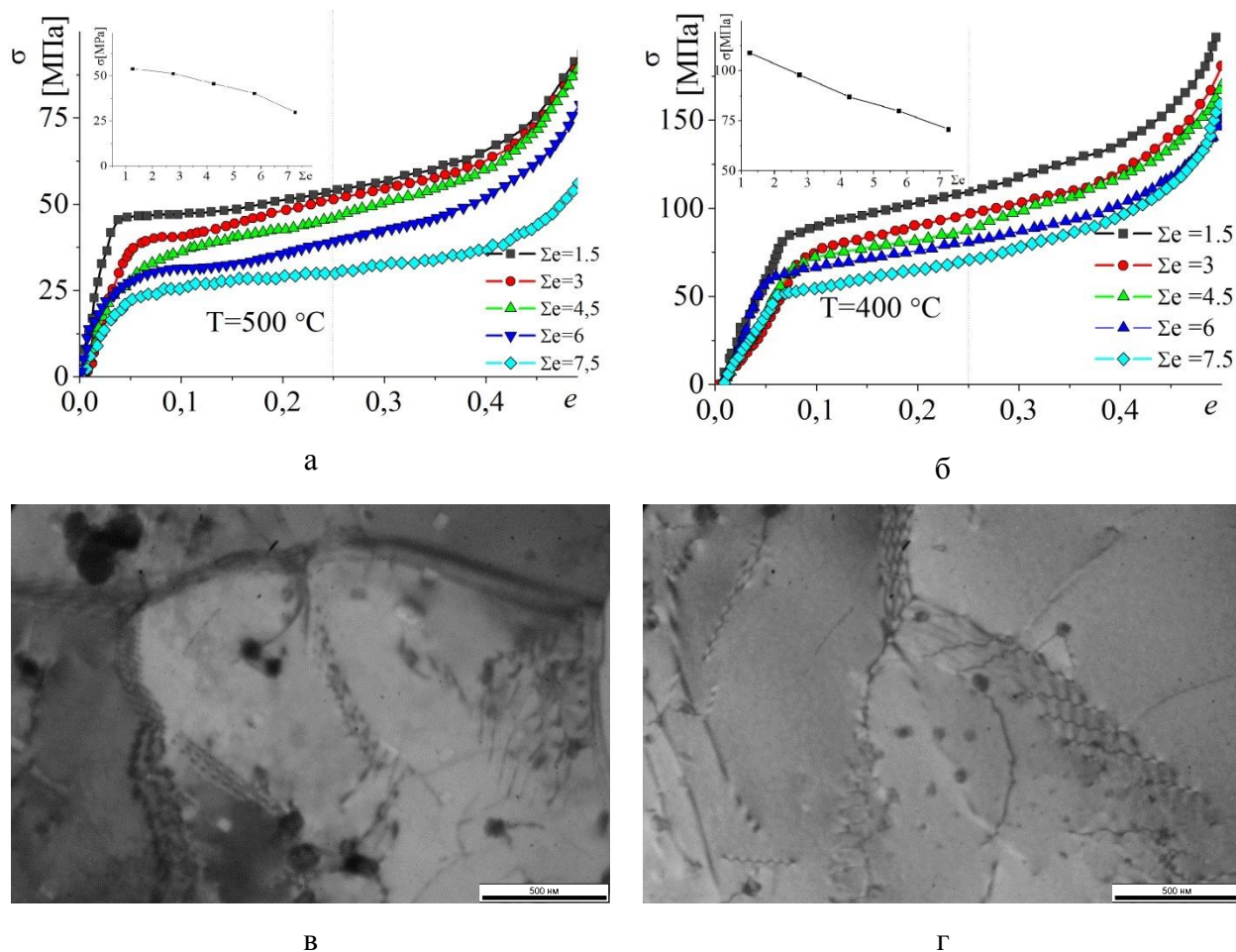


Рисунок 32 – Зависимость напряжения от деформации после всех циклов ВИО при 500°С (а) и при 400°С (б) (на вставках представлено напряжение на устойчивой стадии деформации при каждой температуре); Дислокации, формирующие малоугловые границы в процессе полигонизации после ВИО при 500 °С (в) и 400°С (г), $\Sigma e = 3$

Зависимости напряжения течения от степени деформации имеют схожий вид при разной накопленной деформации, показывают типичный вид кривых горячей деформации. Кривые можно разделить на три основных этапа: (1) – первичная стадия при низких деформациях примерно от 0.05 до 0.08, (2) – стадия течения при низом напряжении в диапазоне от 0.1 до 0.35 и (3) – стадия со значительным деформационным упрочнением при деформации свыше 0.35. Стоит отметить, что этап 3 является результатом изменения условий деформации при сжатии в матрице и усилением влияния трения. При этом, величина напряжения на устойчивой стадии деформации с увеличением ее степени монотонно уменьшалась (Рисунок 32 вставки).

Известно, что при любой осадке вблизи поверхностей, соприкасающихся с плитами, находятся застойные зоны меньшей степени деформации, чем в объеме образца. ВИО считается эффективным методом проработки застойных зон, так как проходит со

сметой оси деформации. При постоянной смене оси проработанная зона постоянно увеличивается с повышением количества циклов, что видно из появления новых мелких зерен (происходит увеличение дисперсии размеров зерен).

Ниже представлена структура срединного продольного сечения образца после двух ($\Sigma e = 3$) и четырех ($\Sigma e = 6$) полных циклов осадки при 500 °С и 400°С (Рисунок 33).

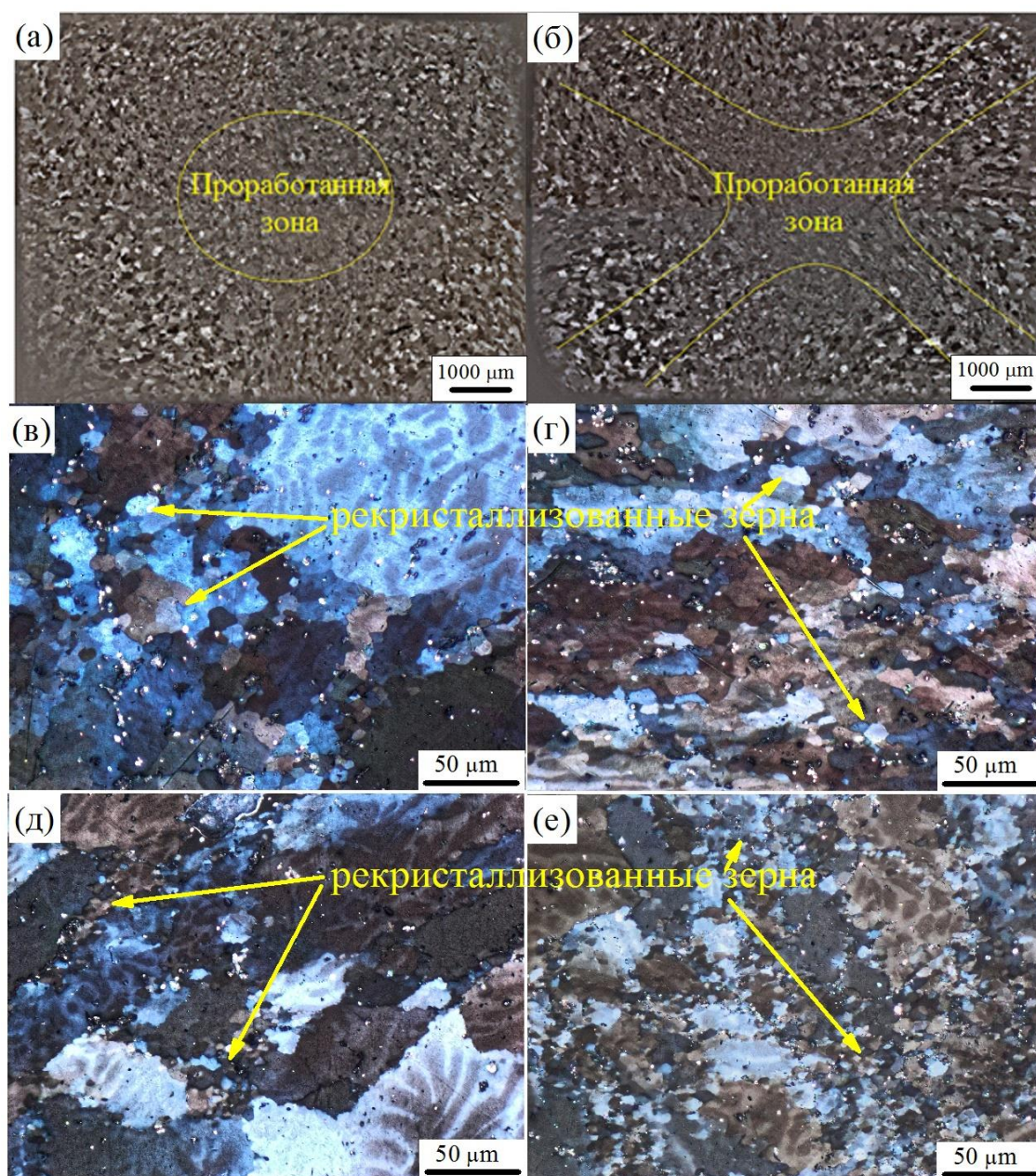


Рисунок 33 – Структура образцов в срединном продольном сечении после двух (а,в) и четырех(б,в) полных циклов ВАО при 500 °С (а–г) и 400°С (д,е)

С увеличением количества циклов ВАО в поверхностных слоях появляются мелкозернистые области, ограниченные желтыми линиями (Рисунок 33а, б). Отметим, что модель достаточно точно предсказывает зоны с большей деформации и, как следствие, с

более мелкозернистой структурой. Для проработки застойных зон ВИО является очень эффективным методом. После двух циклов мелкозернистость наблюдается в центральной эллиптической зоне, а зерна большего размера – по периферии. После четырех циклов центральная зона увеличивается и в приповерхностном слое появляются новые мелкие зерна второй генерации. При постоянной смене оси проработанная зона увеличивается с повышением количества циклов, что видно из появления новых мелких зерен и расширения мелкозернистой области.

Анализ микроструктуры при более высоких увеличениях (Рисунок 33в–е) показали дополнительную неоднородность: крупные зерна размером 50–100 мкм находятся в окружении новых рекристаллизованных зерен 3–10 мкм, что свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации. С увеличением циклов увеличивается доля новых зерен: динамическая рекристаллизация проходит более полно. Размер новых рекристаллизованных зерен в центре с увеличением количества циклов фактически не изменяется: при всесторонней изотермической осадке при 500°C – $10,4 \pm 0,5$ мкм после двух циклов и $10,2 \pm 0,4$ мкм после четырех полных циклов, а при всесторонней изотермической осадке при 400°C – $5,5 \pm 0,5$ мкм после двух циклов и $5,3 \pm 0,4$ мкм. Вероятно, это связано с ограничением роста зерна из-за наличия в сплаве дисперсоидов.

Рисунок 34 демонстрирует результаты EBSD анализа исходного гомогенизированного образца и образцов, обработанных при 400 °C. После гомогенизационного отжига наблюдали крупнозернистую структуру с небольшим количеством малоугловых границ (10%). После двух циклов всесторонней изотермическойковки сформировалась сильная текстура с большой долей (50%) субзеренного (слабодеформированного) объема, причем мелкие равноосные зерна образовывались в основном вблизи начальных границ зерен. После двух полных циклов всесторонней изотермической осадки формируется сильная текстура и наблюдается увеличение доли субзерен с углами разориентировки до 15°, малоугловые границы занимают до 50% всех границ. Причем новые равноосные зерна образуются непосредственно на границах исходных.

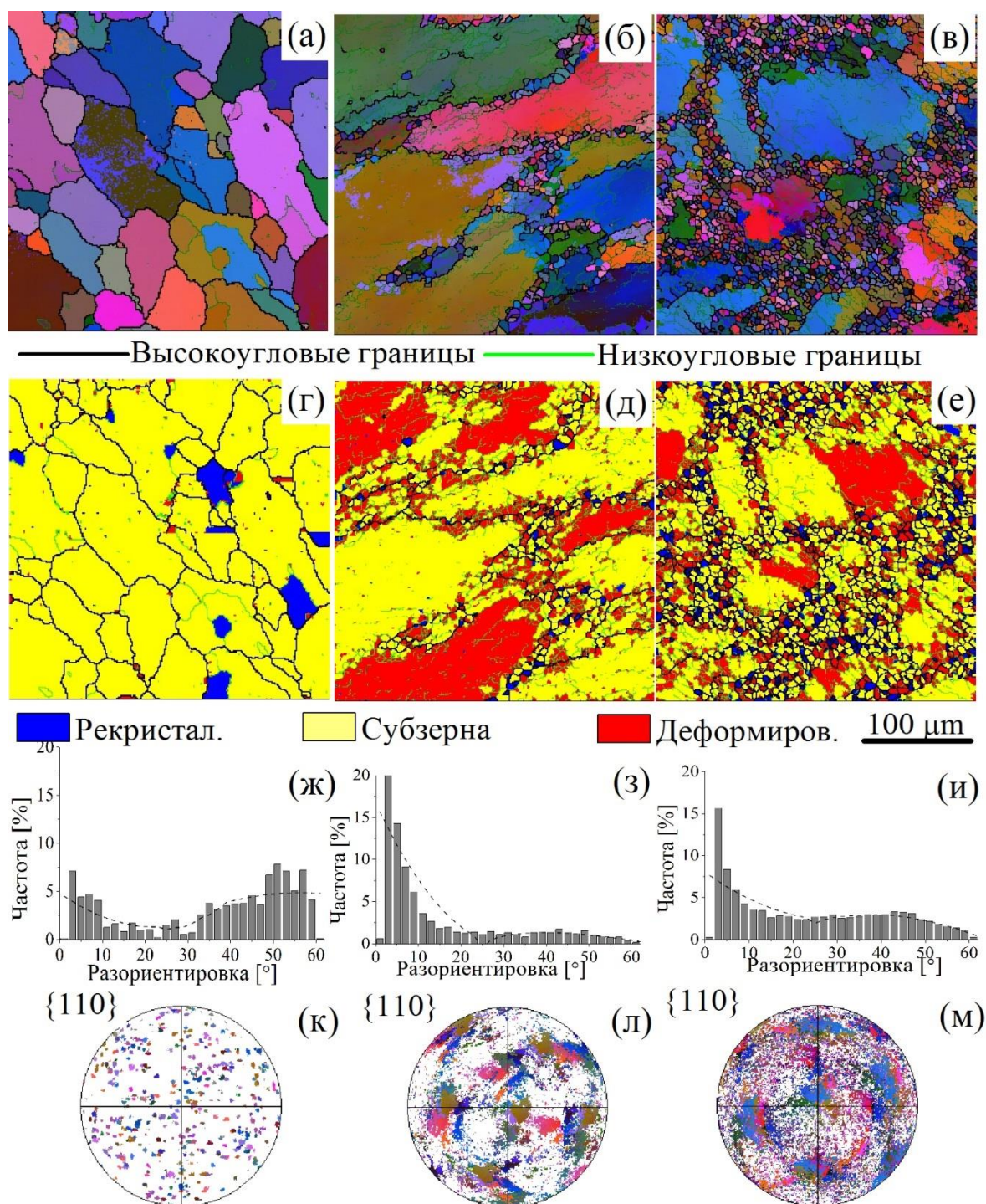


Рисунок 34 – Микроструктуры образцов, полученные методом EBSD анализа (а–е), графики частотного распределения зерен по углам разориентировки (ж–и) и полюсные фигуры: исходная после гомогенизации (а, г, ж, к); после двух циклов (б, д, з, л); после четырех циклов (в, е, и, м)

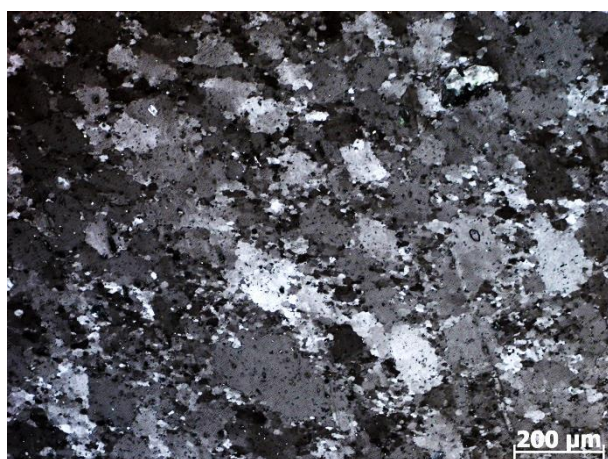
Увеличение количества циклов до четырех приводит к образованию большого количества новых мелких зерен с углами разориентации больше 15° и, соответственно, к уменьшению доли субзерен и некоторому размытию текстуры (Таблица 8). Таким

образом, по результатам EBSD анализа видно, что с увеличением накопленной деформации растет количество новых рекристаллизованных мелких зерен.

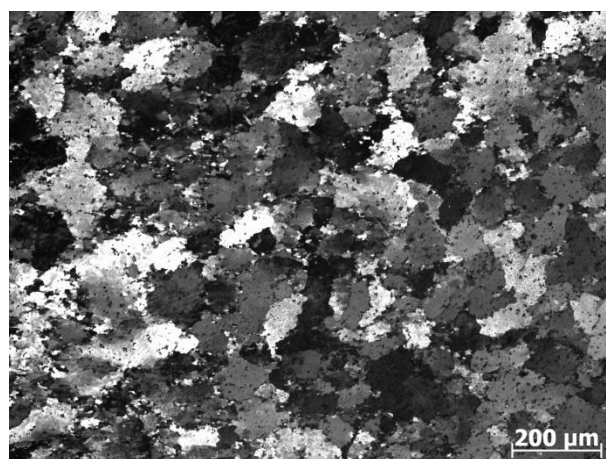
Таблица 8 – Данные EBSD анализа образцов, подвергнутых всесторонней изотермической осадке при 400 °С.

Параметр	$e = 0$	$\Sigma e = 3$ (2 цикла)	$\Sigma e = 6$ (4 цикла)
Размер зерна, мкм	45.1	5.5/мелкозернистая область	5.3/ мелкозернистая область
Доля малоугловых границ, (%)	24.2	73.5	44.0

Стоит также отметить, что 20 минут отжига при 500 °С после ВИО при температуре 400 и 500 °С не приводит к изменению структуры, что говорит о ее стабильности (Рисунок 35).



а



б

Рисунок 35 – Микроструктуры образцов в центре объема после двух циклов ВИО: а) без отжига; б) с отжигом 500 °С 20 мин

В случае снижения температуры ВИО до 300 °С и 200 °С наблюдается различие от двух предыдущих температур. Основная причина различия заключается в том, что 200 °С скорее всего находится ниже температуры начала рекристаллизации, а 300 близко к температуре начала рекристаллизации. Это косвенно подтверждается методом механической спектроскопии на примере образца деформированного в холодную на 50% (Рисунок 12).

После первой осадки при 300 °С структура приповерхностного слоя отличается от структуры, полученной при предыдущих температурах (Рисунок 36).

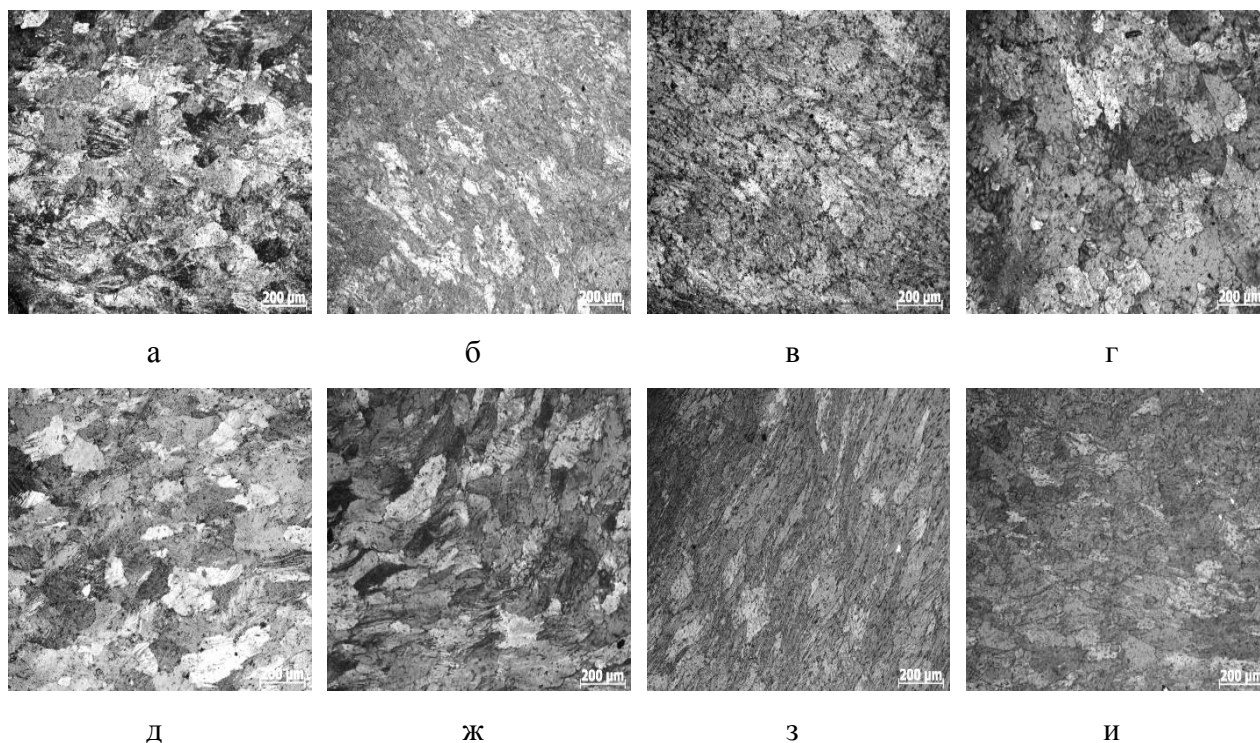


Рисунок 36 – Структура приповерхностного слоя в образца после ВИО: после двух циклов при 300 °С (а); после трёх циклов при 300 °С (б); после четырех циклов при 300 °С (в); после пяти циклов при 300 °С (г); после двух циклов при 200 °С (д); после трёх циклов при 200 °С (ж); после четырех циклов при 200 °С (з); после пяти циклов при 200 °С (и)

Форма зерен значительно меняется в процессе деформации как при 300 °С, так и при 200°С: зерна удлинились уже после первой осадки, коэффициент формы после деформации $e = 0.5$ стал равным 0.56. После третьей осадки первого цикла ($\Sigma e = 1.5$) (Рисунок 37) в структуре зерна видны полосы деформации, находящиеся в теле основных зерен. Данные полосы содержат в себе повышенную степень сдвиговой деформации и за счет этого имеют отличную от основного зерна ориентацию решетки, что влияет на их цвет при оксидировании. Характер образования деформационных полос на сегодняшний день изучен не до конца, но важно отметить, что такие полосы состоят из фрагментов с малоугловыми границами, близкими по структуре к субзернам, а, как известно, прохождение полигонизации и образование субзерен свойственно обычно при температурах выше $0,5T_{пл}$ [109].

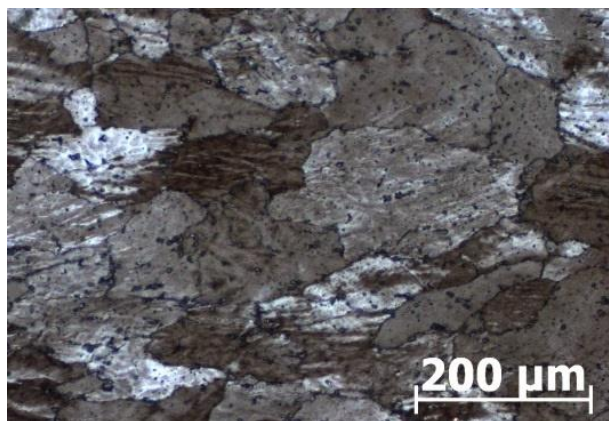


Рисунок 37 – Структура приповерхностного слоя образца после одного полного цикла ВИО при 300 °С

С увеличением количества циклов доля деформационных полос закономерно увеличивается. Причем с увеличением количества циклов полосы переходят от одного зерна к другому, а их разориентированность в разных областях увеличивается – оттенки становятся резко отличающимися. При понижении температуры ВИО до 200 °С плотность полос и их разориентированность выше, чем при 300 °С.

Если говорить о зависимости напряжения от деформации, то можно сделать вывод, что в процессе ВИО как при 300 °С, так и при 200 °С происходит постоянное упрочнение материала вследствие роста плотности дислокаций (Рисунок 38). В процессе пятого цикла ($\Sigma e = 7.5$) наблюдается разупрочнение, вероятно, связанное с прохождением возвратных процессов, в частности, с высокой плотностью дислокаций, их взаимной аннигиляцией, выстраиванием в дислокационные стенки с малоугловыми границами. При увеличении скорости деформации с $6 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ до $1 \times 10^1 \text{ с}^{-1}$ наблюдается эффект разупрочнения в процессе каждой операции осадки: на кривых присутствуют горизонтальные участки (Рисунок 38в), что типично для динамической полигонизации.

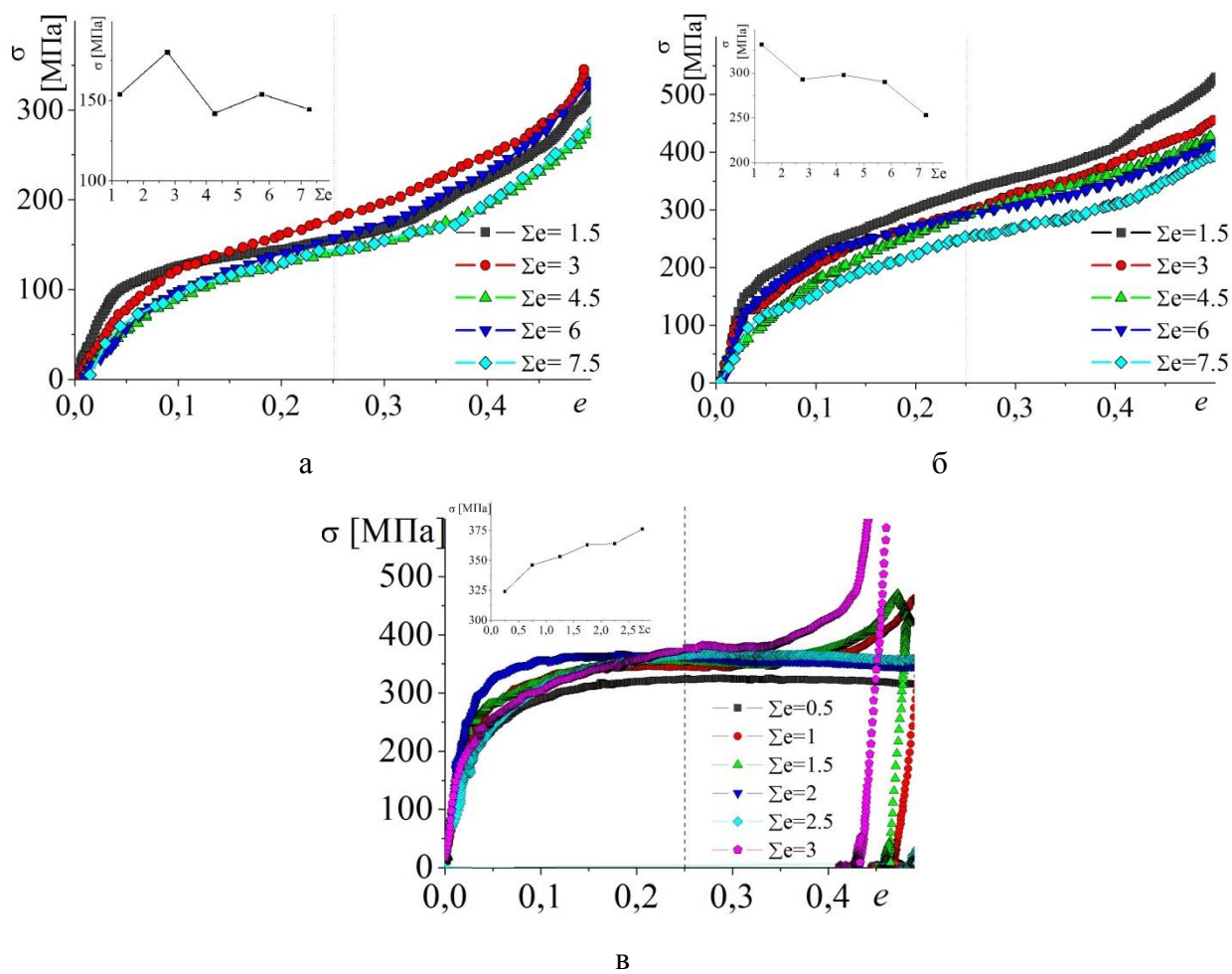


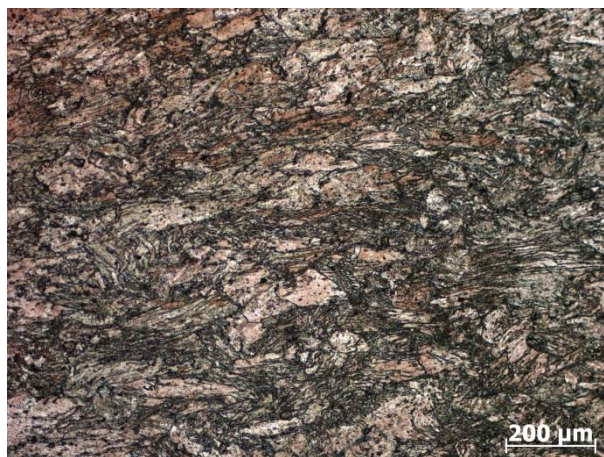
Рисунок 38 – графики зависимости напряжения от деформации в процессе ВАО при: скорости деформации $6 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ и температуре $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (а); скорости деформации $6 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ и температуре $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (б); скорости деформации $1 \times 10^1 \text{ c}^{-1}$ и температуре $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (в). На вставках представлено напряжение на устойчивой стадии кумулятивной деформации при каждой температуре

Напряжение на устойчивой стадии деформации нелинейно зависит от степени деформации, что связано с конкурирующими процессами между возвратом и деформационно–упрочняющими эффектами.

В срединном слое после двух и четырех полных циклов ВАО наблюдаются разнонаправленные деформационные полосы (Рисунок 39).



а



б

Рисунок 39 – Микроструктура срединного сечения после двух и четырёх циклов осадки при 300 °С

Срединный слой представлен зеренной структурой, в которой сдвиговые полосы деформации наблюдаются во всех зернах (Рисунок 40) при большом увеличении видно, что данные полосы имеют средний размер около $1,4 \pm 0,4$ мкм и заполняют почти весь объем материала. Также наблюдается множественное пересечение данных полос одна с другой. В срединном слое после двух и четырех полных циклов ВИО наблюдаются разнонаправленные деформационные зоны.

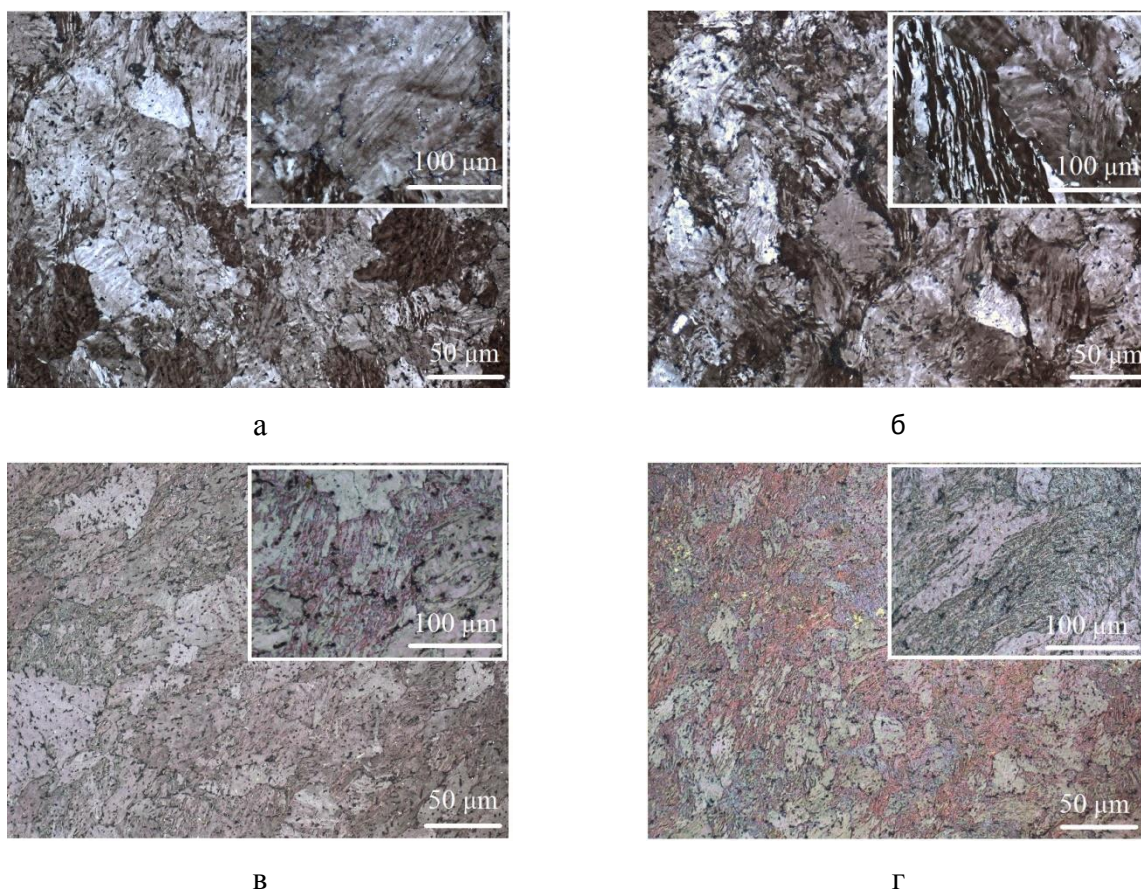
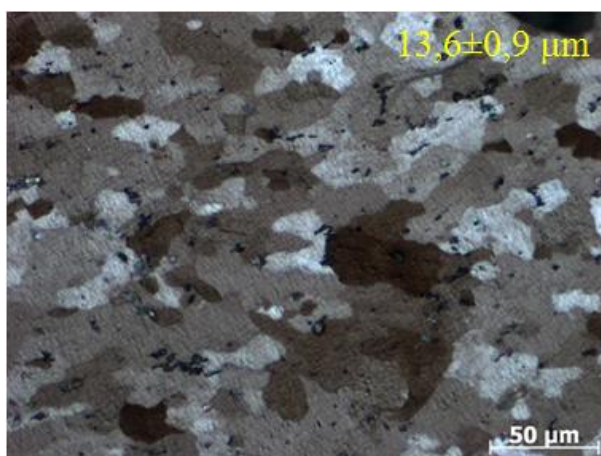
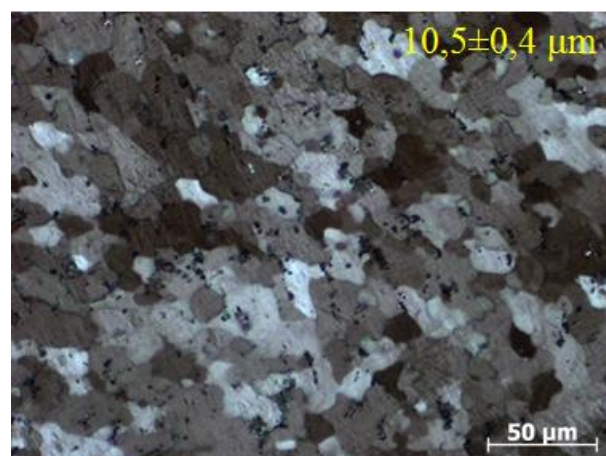


Рисунок 40 – Микроструктура срединного сечения после двух (а, в) и четырёх (б,г) циклов ВИО при 300 °С (а,в) и 200 °С (в,г)

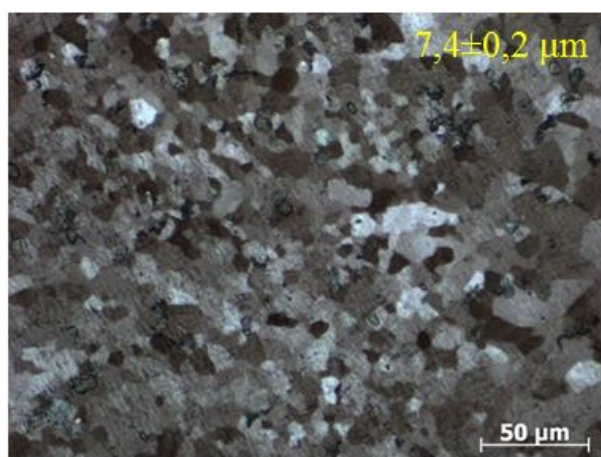
Для оценки влияния ВИО на измельчение зерна в конечном полуфабрикате, образцы после осадок подвергали рекристаллизационному отжигу при 500 °С в течение 20 минут (Рисунок 41). Средний размер зерна после двух полных циклов при 300 °С составил $13,6 \pm 0,9$ мкм, после четырех – $10,5 \pm 0,4$ мкм. Средний размер зерна после двух полных циклов при 200°С составил $7,4 \pm 0,2$ мкм и $7,1 \pm 0,2$ мкм после четырех.



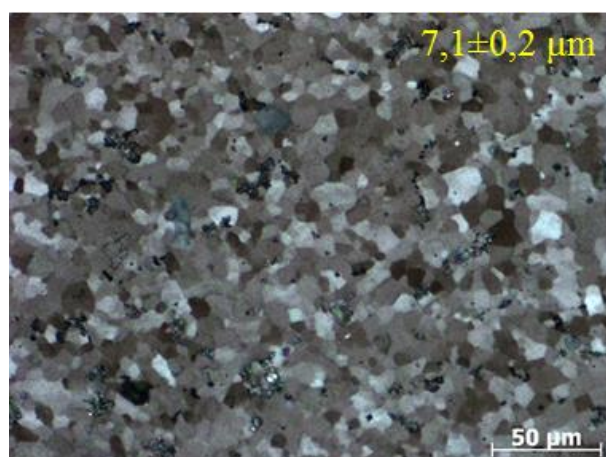
а



б



в



г

Рисунок 41 – Микроструктура срединного сечения после двух (а, в) и четырёх (б, г) циклов ВИО при 300 °С (а, в) и 200 °С (в, г) с последующим рекристаллизационным отжигом при 500 °С в течение 20 минут.

Как уже было показано выше (Рисунок 29), микроструктура сплава после гомогенизации представляла собой твердый раствор алюминия и частицы вторых фаз кристаллизационного происхождения. В процессе всесторонней изотермическойковки происходит фрагментация выделившихся частиц фаз. Причем чем выше температура деформации, тем включения становятся всё меньше: средний размер частиц после осадки при 200 °С с повышением температуры деформации до 500 °С уменьшается с 2,75 мкм до 1,2 мкм (Рисунок 42д), а коэффициент формы увеличивается с 0,45 до 0,7 (Рисунок 42е). Таким образом, применение всесторонней изотермическойковки при 400 °С и 500 °С со степенью деформации $\sum e = 6$ позволяет измельчить фазы кристаллизационного происхождения и увеличить их гомогенное распределение в алюминиевой матрице (Рисунок 42а, б, в, г). Причем агломерации исходных фаз кристаллизационного

происхождения не наблюдались при 400 – 500 °С, а температуры 200 – 300 °С показывали менее существенный эффект на параметры частиц.

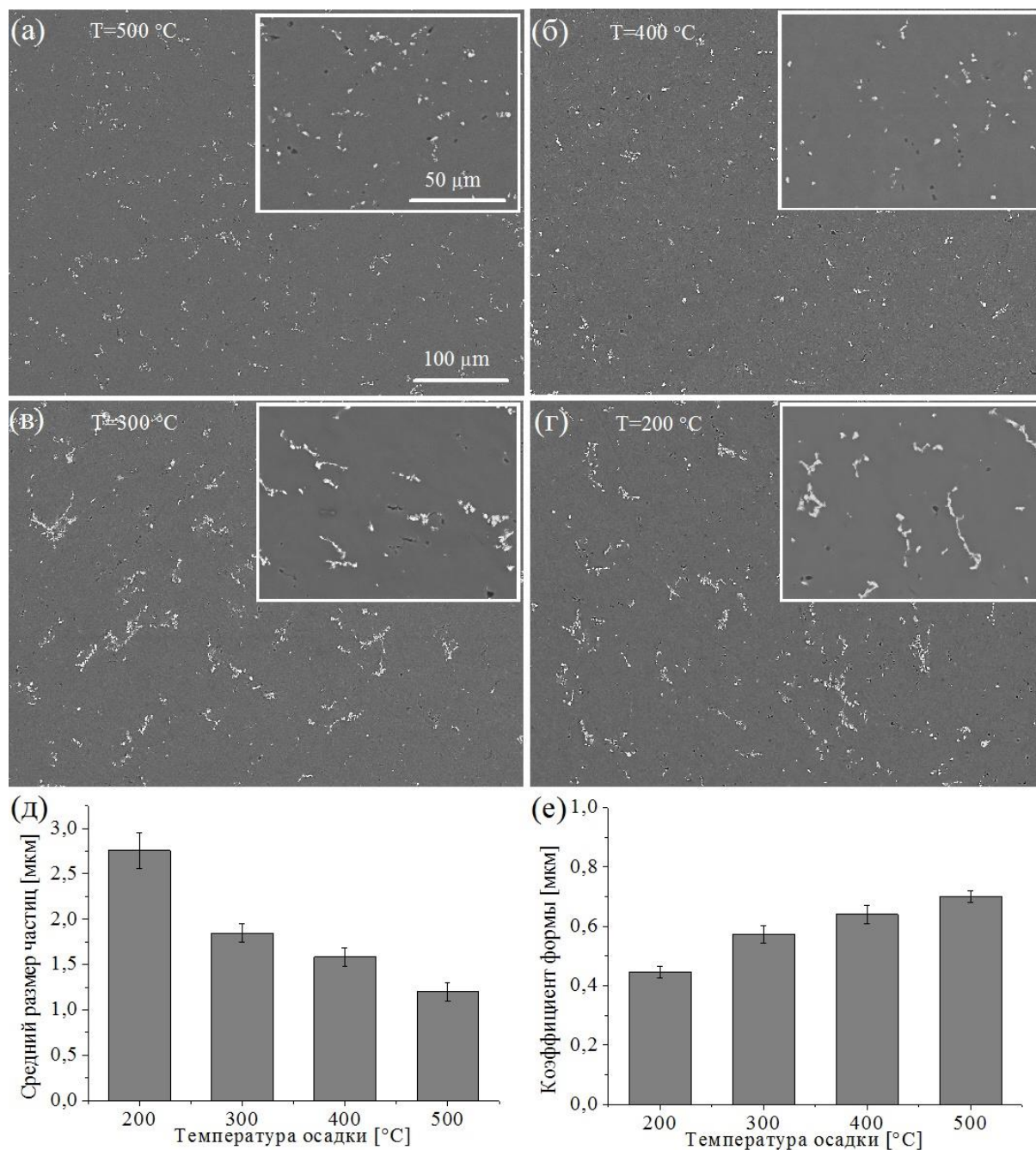


Рисунок 42 – Микроструктуры образцов после четырех циклов всесторонней изотермической осадки ($\sum e = 6$) при 500 °С (а), 400 °С (б), 300 °С (в) и 200 °С; средний размер частиц вторых фаз (д) и коэффициент формы частиц (е) в зависимости от температуры всесторонней изотермическойковки

Рисунок 43 демонстрирует эволюцию дислокационной структуры образца при ВИО при степени деформации $\sum e = 6$. С уменьшением температуры деформации происходит

увеличение количества свободных дислокаций в теле зерен, при этом, дислокационная структура так же неоднородна, как и зеренная. При этом, при температуре 300°C по результатам ПЭМ исследования выявлены признаки рекристаллизации – равноосные зерна частично имеющие ориентировку более 15°. Средний размер частиц дисперсоидов уменьшился с 108±22 нм до 78±11 нм, и слабо зависел от температуры деформации.

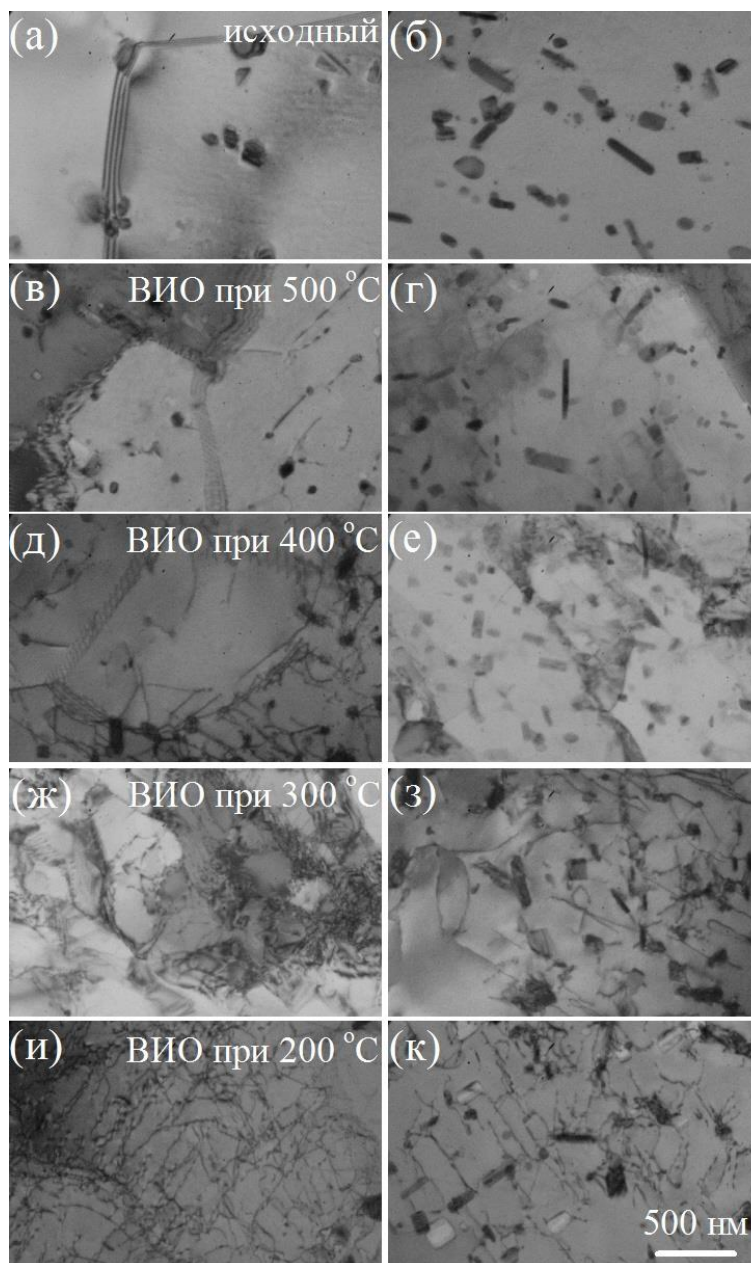


Рисунок 43 – Дислокационная структура исходного образца (а, б) и образцов, подвергнутых ВИО с общей степенью деформации $\Sigma e=3$ при температуре 500 °C (в, г), 400 °C (д, е), 300 °C (ж, з) и 200°C (и, к)

Для оценки влияния ВИО на измельчение микроструктуры в листовых полуфабрикатах были разработаны пять технологических схем их получения,

включающие ВИО при 200 °С и 400°С и без ВИО (Таблица 9). Схема А1 являлась контрольной, не содержащей ВИО, и листы по этой технологии прокатывали из горячекатаной промышленной плиты в промышленности.

Таблица 9 – Технологические схемы получения листовых образцов.

Схемы А1 и А2	Схемы В1 и В2	Схема С
Горячая прокатка при 400 °С (А1) или при 200 °С (А2), $\sum e=2.1$; Холодная прокатка, $e = 0.69$	ВИО при 200 °С, $\sum e=3$ (В1), $\sum e=6$ (В2); Холодная прокатка, $e=0.69$	ВИО при 400 °С, $\sum e=6$; Холодная прокатка, $e=0.69$

Все полученные листы были подвергнуты рекристаллизационному отжигу при 450 °С в течение 30 минут (Рисунок 44а–д). В случае применения ВИО (Схема В (Рисунок 44в, г) и С (Рисунок 44д)) вместо горячей прокатки наблюдается более мелкозернистая структура: увеличивается доля мелких зерен, а их средний размер уменьшается с 15 до 5 мкм (Рисунок 44е и Таблица 10). Примечательно, что листы, включающие в схему получения ВИО, имели более равноосную структуру с коэффициентом формы ~ 0.9 .

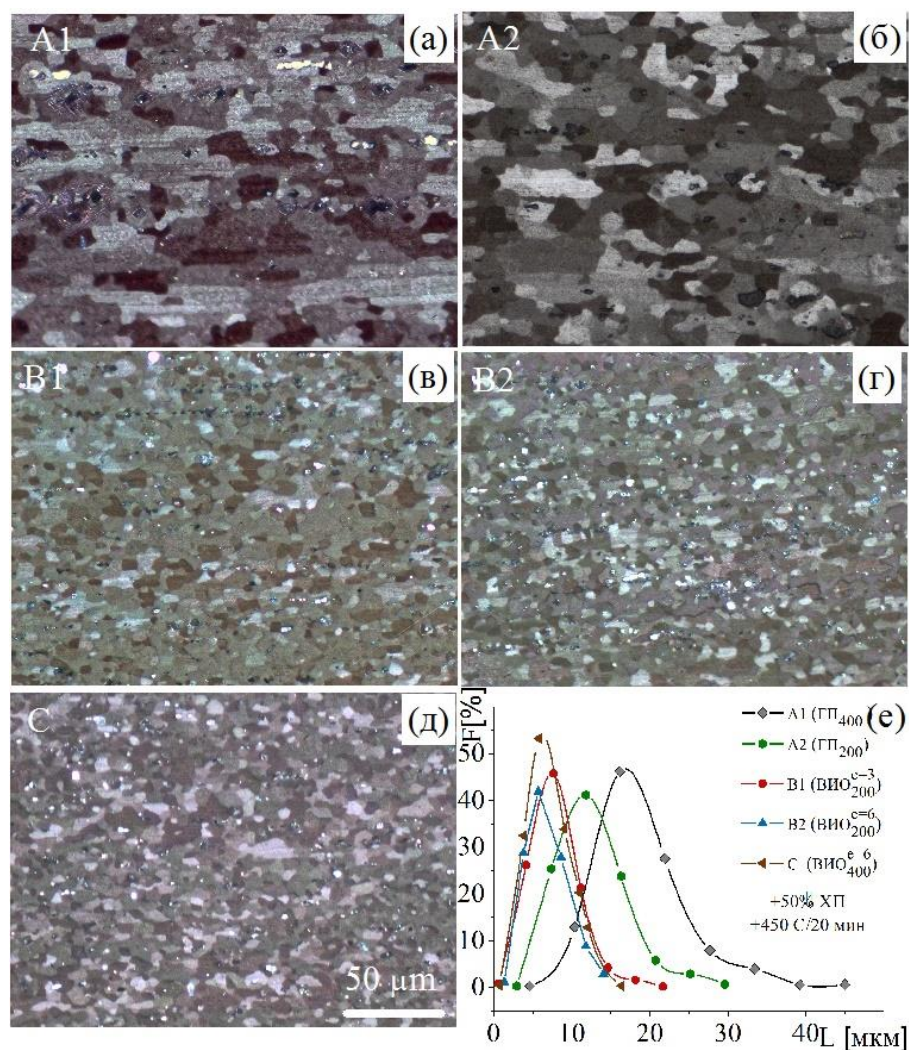


Рисунок 44 – Микроструктуры полученных листов после рекристаллизационного отжига 450 °С 20 минут: (а) схема А1, (б) схема А2, (в) схема В1, (г) схема В2, (д) схема С и (е) зависимость частотного распределения (F) от размера зерна (L) в полученных листах

Испытания на определение механических свойств показали, что прочностные характеристики не зависят от схемы получения листовых полуфабрикатов (Таблица 10). Структура с меньшим средним размером зерна обеспечивает более высокие значения предела текучести и относительного удлинения за счёт включения в технологию ВНО.

Таблица 10 – Механические свойства полученных листов

Схема термомеханической обработки	Средний размер зерна, мкм	Механические свойства		
		Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %
A1	15.6 ± 0.8	150 ± 3	360 ± 3	21 ± 1
A2	10.4 ± 0.5	160 ± 2	362 ± 3	22 ± 1
B1	7.1 ± 0.3	205 ± 1	362 ± 1	27 ± 1
B2	5.1 ± 0.2	205 ± 2	368 ± 4	27 ± 1
C	5.0 ± 0.3	200 ± 2	363 ± 4	27 ± 1

Таким образом можно заключить, что эволюция микроструктуры в процессе всеторонней изотермической осадки существенно зависит от температуры и степени деформации. Все испытания были проведены выше $0,5T_{пл}$, где свободно идут диффузионные процессы, возврат и связанные с ним релаксационные процессы, значительно влияющие на процессы деформации, дислокационную и зеренную структуры. В процессе ВИО при 200 °С и 300°С наблюдается образование деформационных полос микро сдвига, что наблюдали в ряде других работ на разных сплавах [109,148,149], причем появление новых рекристаллизованных зерен практически отсутствует, доминирует возврат в процессе ВИО и в процессе выдержки при данных температурах.

При температурах ВИО 400°С и 500°С, напротив, наблюдается уменьшение среднего размера зерна с увеличением накопленной степени деформации, что указывает на прохождение рекристаллизации. Новые рекристаллизованные зерна, в основном, наблюдаются на границах исходных. Такой же эффект был отмечен и на других сплавах [109,120,148], что является показателем высокой неоднородности деформации: большая доля субзерен с малоугловыми границами формируется по границам больших исходных зерен. Причем в некоторых исходных зернах наблюдается дендритная микроструктура, подтверждающая их литую структуру, и сохраняющаяся даже после высокой степени накопленной деформации. Часть крупных зерен дендритной морфологии не имели, поэтому нельзя полностью исключить их образование уже в процессе ВИО за счёт динамической рекристаллизации и последующего роста, в процессе нагрева и выдержки при заданных температурах.

Частицы кристаллизационного происхождения в процессе ВИО при 400 °С и 500 °С были измельчены до 1,2–1,6 мкм, приобрели более компактную морфологию с более

однородным распределением в алюминиевой матрице. Интенсивная фрагментация и сфероидизация вторичных частиц были следствием, как повышенной температуры, так и эффектов, вызванных деформацией. Важно отметить, что одновременно наблюдались как рекристаллизация, так и эволюция частиц кристаллизационного происхождения. Таким образом, эти частицы могут увеличить скорость прохождения как динамической рекристаллизации при высокотемпературной ВИО, так и статической, проходящей при нагреве и выдержке образца перед следующей осадкой. Этот эффект достигается за счет механизма, в английской литературе называемым «particle-stimulated nucleation», или, если дословно – «частицей стимулированное зарождение» [150,151]. Кроме того, анализ размера зерна показал высокую стабильность в мелкозернистой области. Вторичные выделения марганцовистой фазы препятствуют росту зерна при горячей деформации и нагревании за счёт механизма Зинера [152,153].

ВИО сопровождается значительным увеличением доли субзерен с малоугловыми границами. Поэтому основным механизмом рекристаллизации предполагается непрерывная динамическая рекристаллизация, что согласовывается с предыдущими исследованиями [109,113,154]. Согласно Хампфрису [54], непрерывная динамическая рекристаллизация происходит из-за преобразования малоугловых границ в высокоугловые под влиянием деформации. Мелкие рекристаллизованные зерна равноосной формы наблюдали и после осадки, что говорит о прохождении динамической рекристаллизации. При этом, нельзя исключать явление постдинамической рекристаллизации, протекающей сразу после окончания процесса деформации, как динамическая, так и пост-динамическая рекристаллизации возможны в исследованном сплаве в интервале температур от 400 до 500 °С. Кроме того, предполагается, что статическая рекристаллизация может проходить в образцах при выдержке при заданной температуре перед осадкой.

Мелкозернистая проработанная зона внутри образцов увеличивается с накоплением деформации, однако при накопленной деформации $\sum \epsilon = 6$ в исследованном диапазоне температур не наблюдается однородной структуры. Подобная неоднородность наблюдалась и в других сплавах на основе алюминия и магния [117,155–159]. Несмотря на это, применение ВИО вместо горячей прокатки помогло сформировать мелкозернистую однородную структуру в холоднокатаных и, в последствии, рекристаллизованных листах. Конечный размер зерна в листах уменьшился с 15 до 5 мкм, тем самым увеличив как предел текучести за счёт механизма упрочнения Холла-Петча [160], так и пластичность (на 30% по сравнению с листами, полученными горячей прокаткой).

Раздел 2. Влияние всесторонней изотермической осадки со степенью деформации 0.7 за одну ковочную операцию на микроструктуру, сверхпластичность и механические свойства сплава 1565ч

На втором этапе работ рассматривали другую схему всесторонней изотермической осадки, при которой за одну осадочную операцию накапливается 0,7 логарифмической деформации и 2,1 за один полный цикл. Используемая схема, по сравнению с предыдущей, является более жесткой, так как осадка проводится в один и тот же штамп, где деформация по одной из осей полностью блокируется. Образцы с размерами 9 мм × 9 мм × 18 мм деформировали при помощи универсальной испытательной машины UME–10T с максимальным напряжением 10 тонн с изотермической выдержкой при 200 °C (473 K), 350 °C (623 K), и 500 °C (773 K) при скорости деформации 6×10^{-1} с⁻¹. Также часть экспериментов была продублирована на промышленном прессе Nordberg N365E с усилием 50 тонн и скоростью деформирования 1,5 мм/сек. Основным различием здесь являлся больший размер образцов: 28 мм × 28 мм × 56 мм (пропорции 1:1:2 такие же, как и для испытаний на UME–10T).

На первых циклах осадки при всех исследованных температурах наблюдали картину, подобную той, которая была описана выше в разделе 1 главы 4. При этом, в связи с большей степенью деформации при каждой осадке деформационная картина изменяется более интенсивно. При 200 °C наблюдается образование полос деформации уже после первой осадки в поверхностном слое (Рисунок 45).

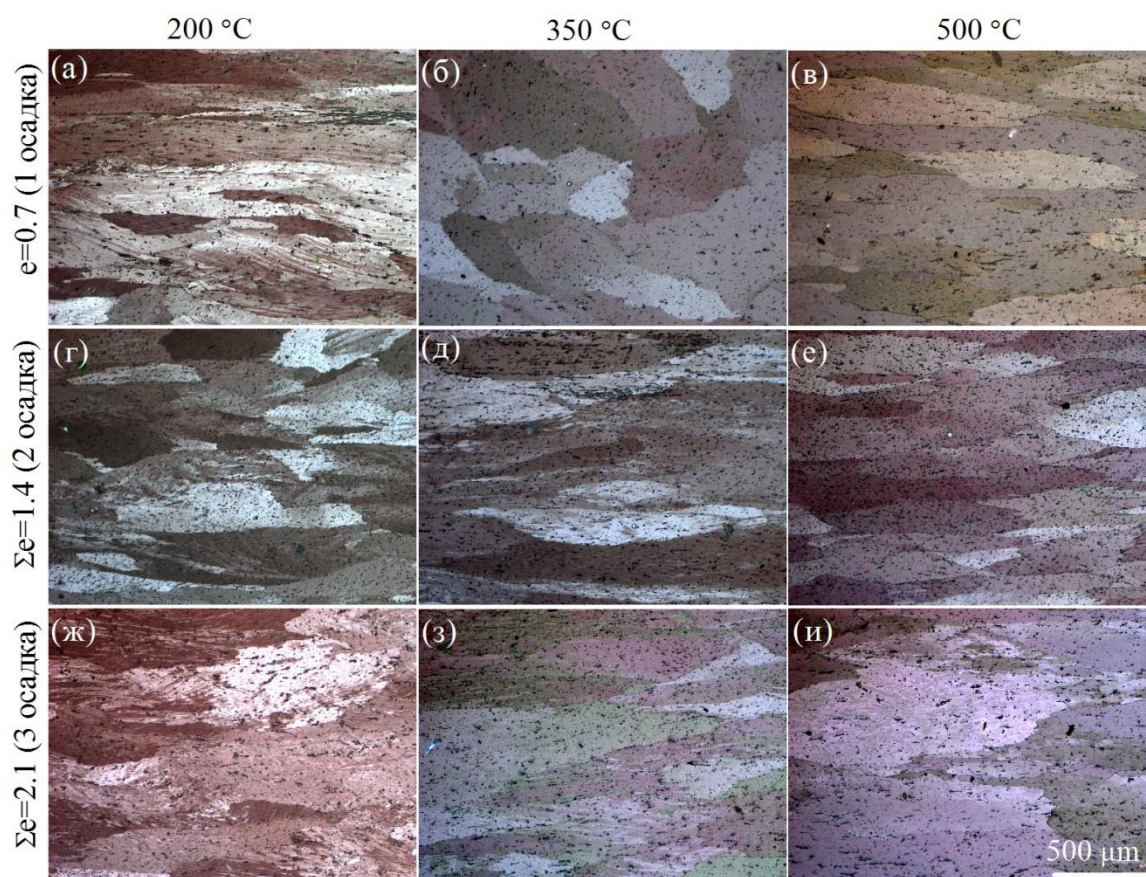
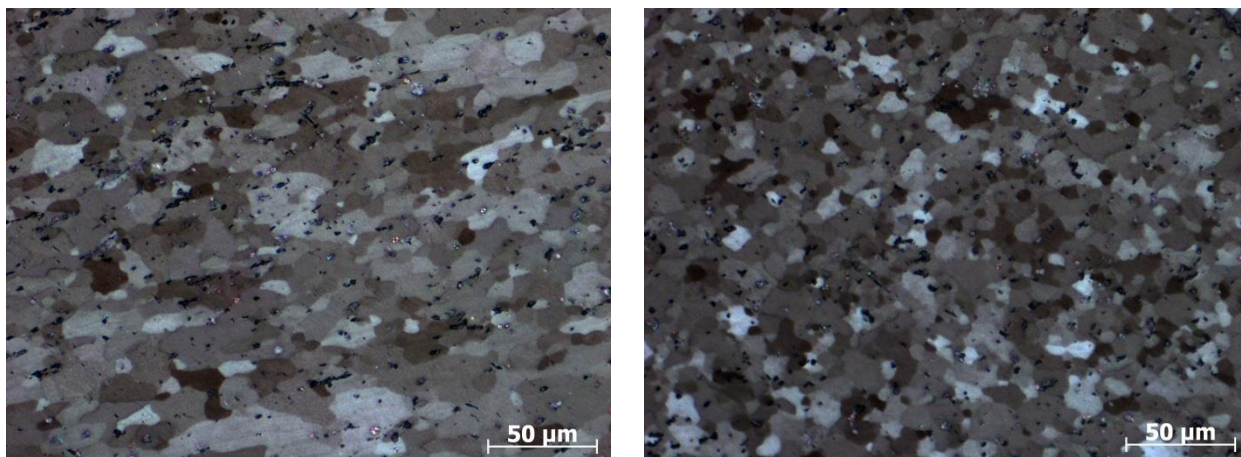


Рисунок 45 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после одного полного цикла ВИО: первая осадка по оси Z, вторая по оси Y, третья – по оси X

С возрастанием количества циклов ВИО при 200 °C наблюдается увеличение искажений в микроструктуре: после каждого цикла количество деформационных полос увеличивается, их длина уменьшается, полосы начинают переходить из одного тела зерна в другое. В случае, если образец после ВИО при данной температуре подвергнуть рекристаллизационному отжигу при 500 °C в течение 20 минут (Рисунок 46), то средний размер зерна после двух и четырех полных циклов составит $7,0 \pm 0,2$ мкм и $4,9 \pm 0,1$ мкм соответственно.



а

б

Рисунок 46 – Микроструктуры образцов в центре объема после двух (а) и четырех (б) циклов ВИО при 200 °С и последующим рекристаллизационным отжигом при 500 °С в течение 20 минут

При проведении эксперимента по вышеописанной схеме не рассматривали температуры 300 и 400 °С. В случае ВИО при 300 °С более активно идут возвратные процессы, не позволяющие накопить достаточно высокие степени деформации, необходимые для образования большого количества деформационных полос, что в результате приводило к большему среднему размеру зерна, формирующемуся при рекристаллизационном отжиге образцов после ВИО при 300 °С по сравнению с ВИО при 200 °С (Рисунок 41). При 300 °С признаки динамической рекристаллизации обнаружены только при анализе в просвечивающем электронном микроскопе, причем количество рекристаллизованных зерен было небольшим. Очевидно, что температуру необходимо повышать, таким образом, вместо температур 300 и 400 °С, проводили исследования влияния степени деформации при осадке на эволюцию микроструктуры в процессе ВИО при температуре 350 °С. За счёт того, что данная температура находится выше температуры начала рекристаллизации в данном сплаве (около 300 °С), но при этом остается относительно не высокой ($0,75 T_{пл}$), предполагается возможным прохождение динамической рекристаллизации за счёт большей степени деформации на каждом этапе ВИО с формированием более мелкого зерна. Уже после первого полного цикла (Рисунок 45) наблюдается активное образование новых рекристаллизованных зерен по границам исходных, а после второго (Рисунок 47) их объем становится близок к объему исходных. Причем размер этих зерен превосходит размер аналогичных, образующихся во время ВИО при 500 °С, почти в 4 раза: $1,3 \pm 0,1$ мкм при 350 °С и $4,9 \pm 0,2$ мкм при 500 °С.

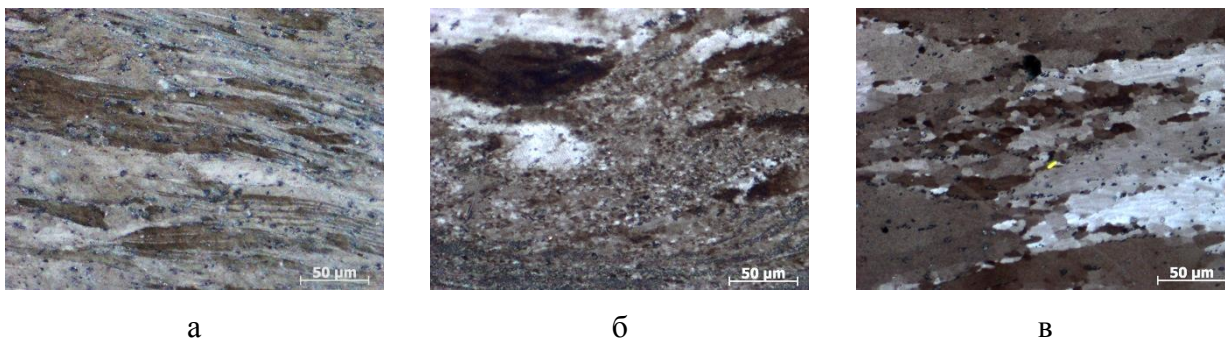


Рисунок 47 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после двух полных циклов ВИО: при 200 °С (а); при 350 °С (б); при 500 °С (в)

Уже после трех полных циклов (Рисунок 48) поверхностный слой образца после ВИО при 350°С представлен подавляющим количеством рекристаллизованных зерен (70%), в то время как после ВИО при 500 °С количество новых зерен меньше.

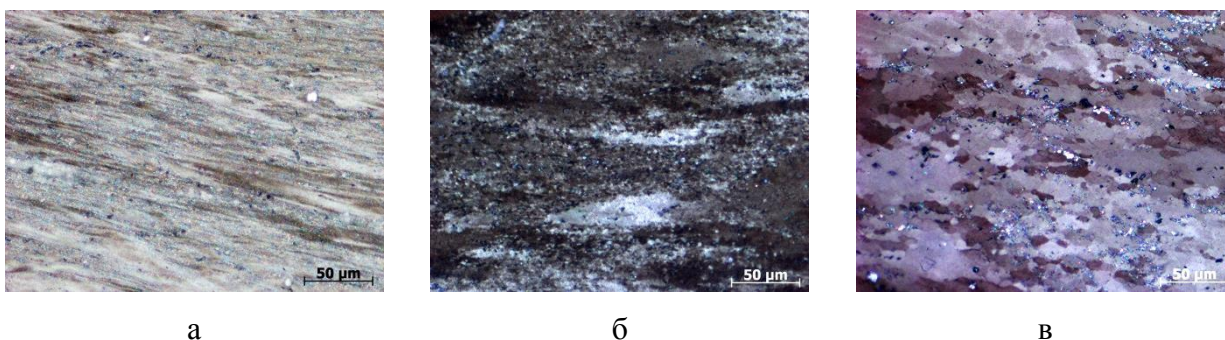


Рисунок 48 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после трех полных циклов ВИО (e=6,3): при 200 °С (а); при 350 °С (б); при 500 °С (в)

После четвертого цикла (Рисунок 49) доля рекристаллизованных зерен после ВИО при 350 и 500 °С становится близок по значениям и фактически занимает весь объем образца (80%). А объем образца, состоящий практически только из рекристаллизованных зерен (90%), достигается после пятого цикла.

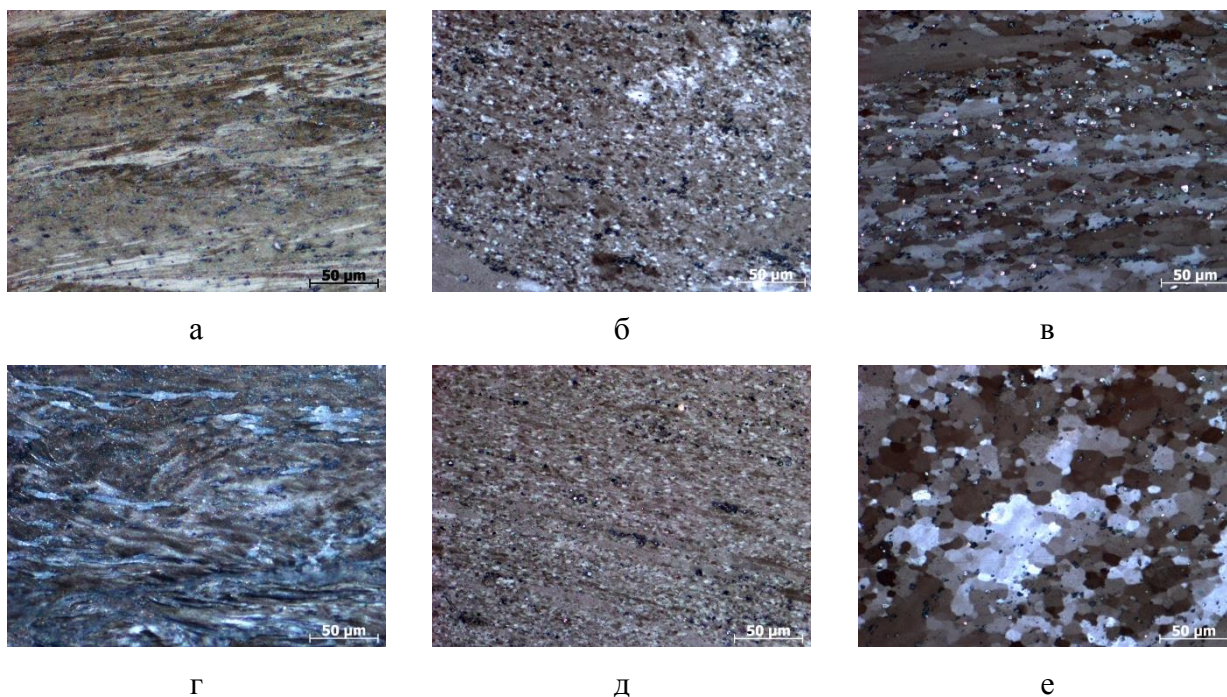


Рисунок 49 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после четырех полных циклов ВИО: при 200 °С (а); при 350 °С (б); при 500 °С (в) и после пяти полных циклов: при 200 °С (г); при 350 °С (д); при 500 °С (е)

Если рассмотреть срединное сечение образца, подвергнутого ВИО при 350 °С (Рисунок 50), то можно сделать вывод, что количество рекристаллизованных зерен сопоставимых с исходными, достигается уже после второго цикла, а к концу третьего занимает фактически всю площадь шлифа. Срединный слой после ВИО при 500 °С представляет из себя бимодальную структуру с большим объемом рекристаллизованных зерен, чем в приповерхностном слое, однако сохраняет высокую неоднородность. Аналогичная неоднородность наблюдалась после ВИО различных алюминиевых сплавов [113,120,161–163].

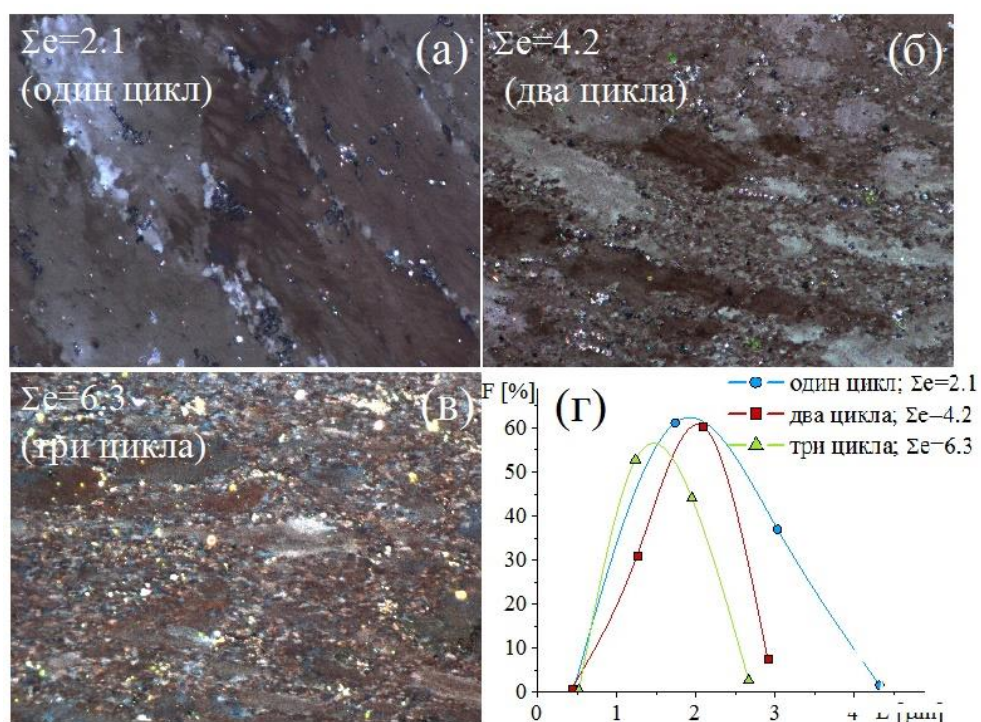


Рисунок 50 – Микроструктуры образцов в центре объема после одного (а), двух (б) и четырех (в) циклов ВАО при 350 °С; частотное распределение размеров рекристаллизованных зерен после ВАО (г)

Средний размер новых рекристаллизованных зерен с увеличением степени накопленной деформации изменялся незначительно: с $1,6\pm0,1$ мкм после первого цикла до $1,2\pm0,1$ мкм после третьего (Рисунок 50г). Однако стоит отметить, что размер этих зерен в центре образца в 2,2 – 2,4 раза меньше, чем по периферии образца.

Ниже приведены кривые зависимостей напряжения от деформации (Рисунок 51). С повышением температуры напряжение в образцах закономерно уменьшается.

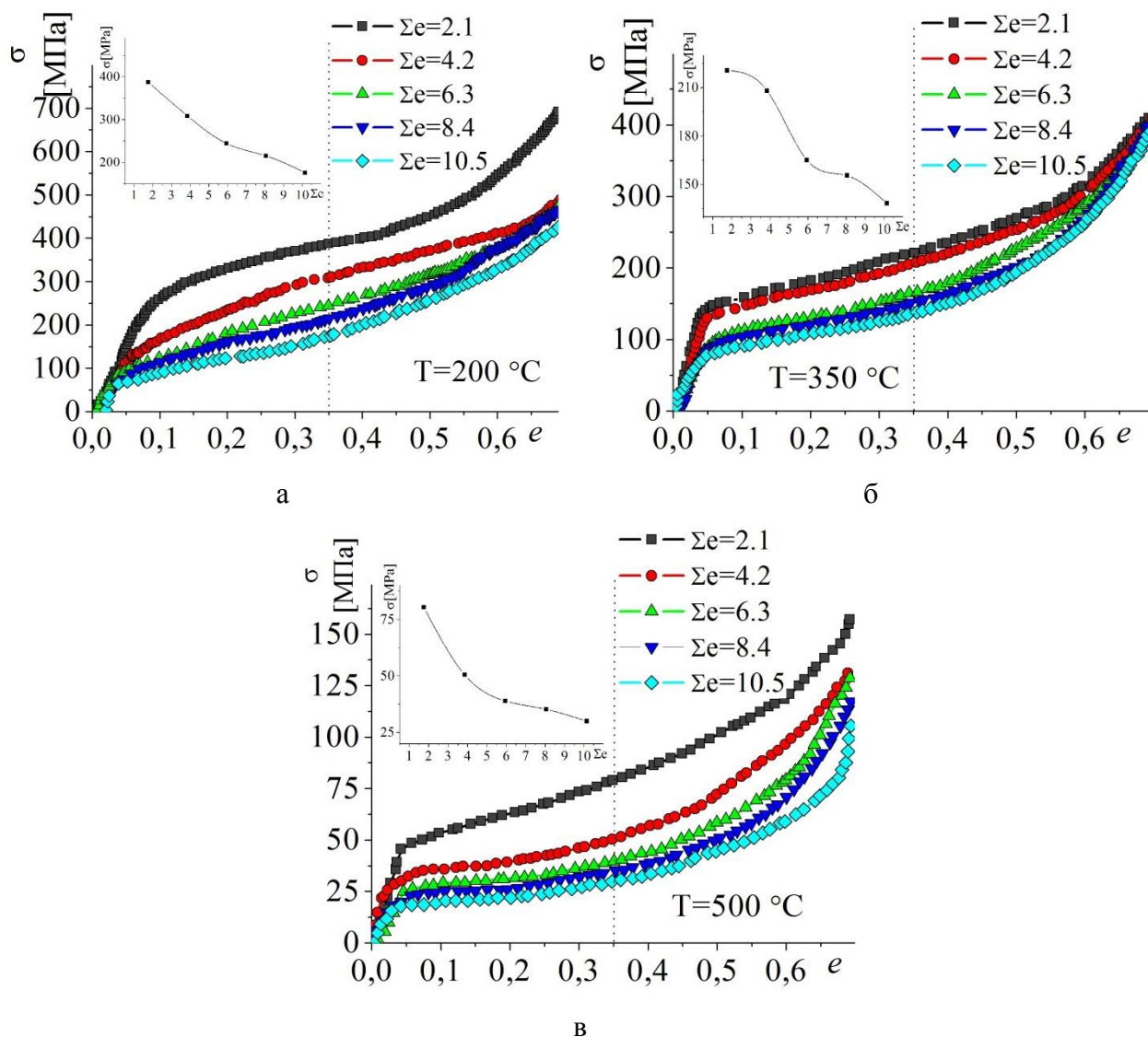


Рисунок 51 – зависимость напряжения от деформации после всех циклов ВЮ при 200 °C (а), при 350 °C (б), при 500 °C (в)

С увеличением количества циклов ВЮ при 200 °C наблюдается уменьшение напряжения при деформации на каждом этапе. Это связано с накоплением высокой плотности дислокации и их последующей аннигиляции в процессе образования полос деформации. В случае ВЮ при 350 и 500 °C снижение напряжения с каждым новым циклом связано с протеканием динамической рекристаллизации, причем при 500 °C на начальных циклах наблюдаются пики повышения напряжения, связанные с бимодальностью структуры образцов.

Рисунок 52 демонстрирует эволюцию дислокационной структуры образца и размер частиц фазы Al_6Mn нанометрического размера в процессе увеличения накопленной степени деформации ВЮ при 350 °C.

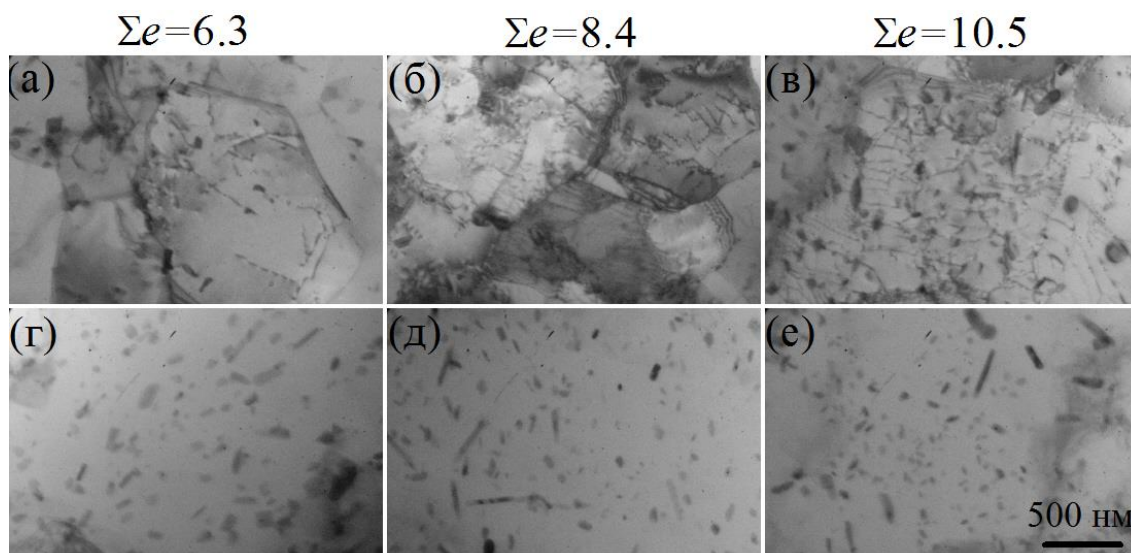


Рисунок 52 – Дислокационная структура образцов, подвергнутых ВКО при 350 °С с общей накопленной деформацией $\Sigma\epsilon = 6.3$ (а, г), $\Sigma\epsilon = 8.4$ (б, д), $\Sigma\epsilon = 10.5$ (в, е)

С увеличением степени накопленной деформации ВКО при 350 °С происходит фрагментация наноразмерных частиц: статистический анализ показал, что их размер уменьшается с 108 ± 22 нм до 42 ± 11 нм при $\Sigma\epsilon = 6.3$ (Рисунок 52г), до 35 ± 11 нм при $\Sigma\epsilon = 8.4$ (Рисунок 52д) и до 18 ± 6 нм при $\Sigma\epsilon = 10.5$ (Рисунок 52е). Также в процессе ВКО при 350 °С происходит эффективное измельчение частиц кристаллизационного происхождения, которое повышает технологичность материала при последующей обработке давлением и служит подложкой для новых рекристаллизованных зерен (Рисунок 53).

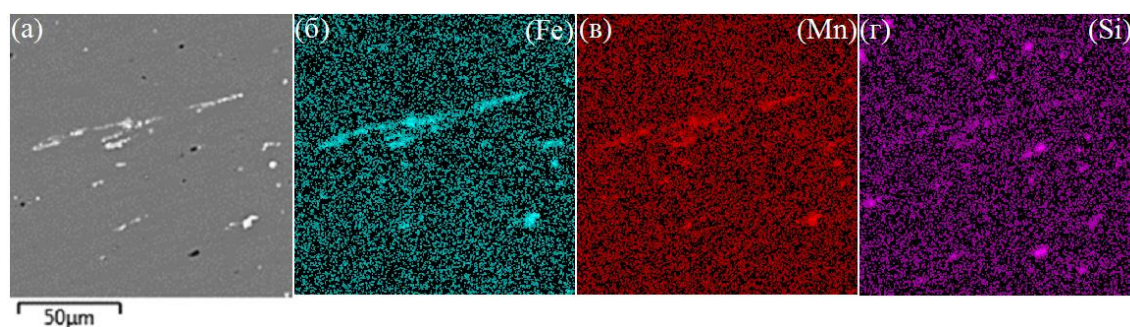


Рисунок 53 – Микроструктура образца в СЭМ после двух полных циклов ВКО при 350 °С: фрагментация железомарганцовистой фазы (а); карты распределения легирующих элементов: железа (б), марганца (в) и кремния (г)

Таким образом можно заключить, что три полных цикла ВКО при 350 °С позволяют измельчить микроструктуру до состояния ультрамелкозернистой и, с точки

зрения замены стандартной горячей прокатки в режимах получения листовых полуфабрикатов, является наиболее оптимальным выбором для дальнейшего исследования. Несмотря на большую однородность при более высокой накопленной степени деформации, увеличение количества циклов ВИО приведет к повышению трудоемкости при производстве листов.

Для определения зеренной стабильности в процессе высокотемпературного нагрева образцы, подвергнутые трем полным циклам ВИО при 350 °С, отжигали в течение 20 минут при температуре 450, 500 и 540 °С (Рисунок 54). Во всем интервале температур в микроструктуре наблюдалась бимодальность. Размер крупных зерен варьировался в диапазоне 13–150 мкм при всех исследованных температурах. Средний размер зерна в мелкозернистой зоне увеличился с $1,2 \pm 0,1$ мкм до $1,9 \pm 0,1$, $5,0 \pm 0,1$ и $9,4 \pm 0,1$ мкм после отжига 450, 500 и 540 °С соответственно. Рост зерна обусловлен высокой нестабильностью ультрамелкозернистой структуры, несмотря на присутствие в сплаве дисперсоидов фазы Al_6Mn .

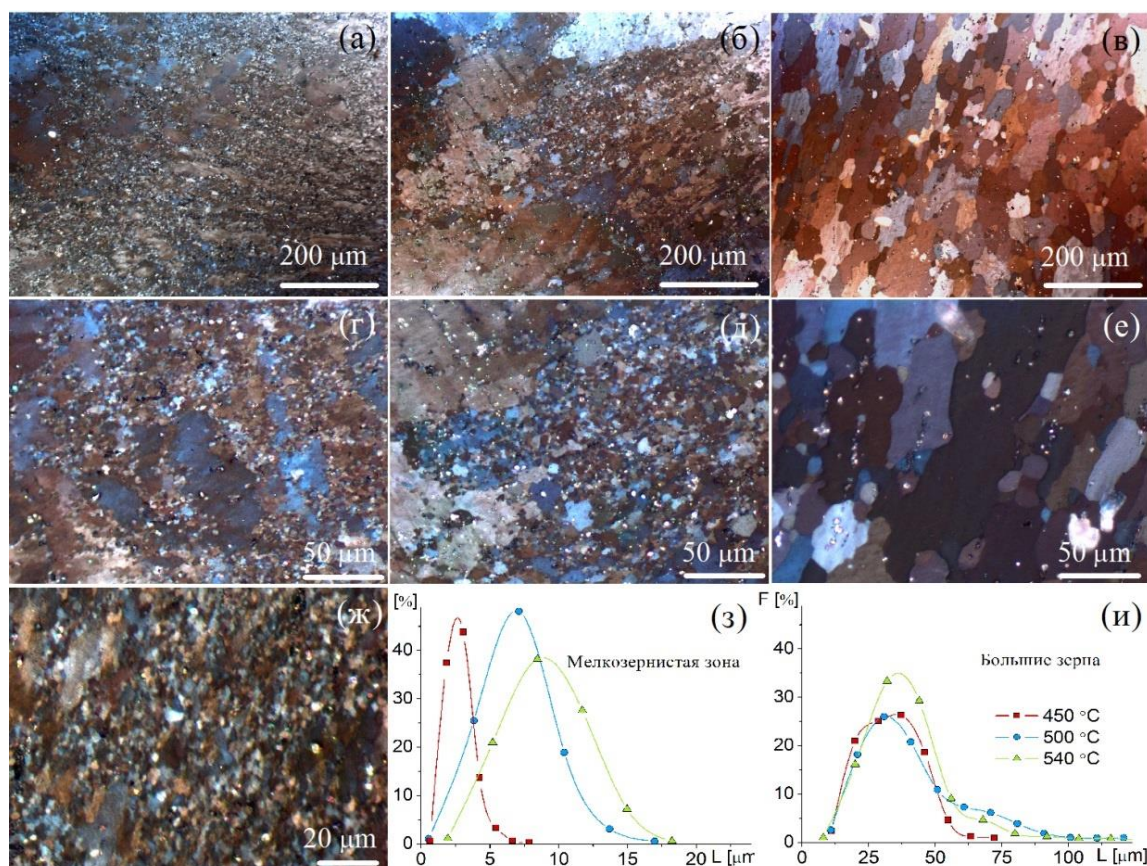


Рисунок 54 – Микроструктуры образцов срединного сечения образцов после трех циклов ВИО при 350 °С с последующим отжигом при 450 °С (а, г, ж), 500 °С (б, д), 540 °С (в, е); частотное распределение размеров зерен мелкозернистой зоны (з) и больших зерен (и)

В большинстве нерекристаллизованных зерен деформация при ВИО не превышала критического значения, необходимого для начала рекристаллизации при последующем отжиге. В результате в образцах как до, так и после отжига наблюдается неоднородность.

Для оценки влияния гетерогенизационного отжига на микроструктуру образцов после ВИО образцы были подвергнуты обработке по двум технологическим режимам:

1. 3 ковочных операции ВИО при 230 °С, 6 ковочных операций ВИО при 350 °С;
2. 1 ковочная операция ВИО при 230 °С, гетерогенизационный отжиг при 230 °С в течение 6 часов, 6 ковочных операций ВИО при 350 °С.

Структура после первой ковочной операции ВИО при 230 °С и после гетерогенизационного отжига представлена на рисунке Рисунок 55.

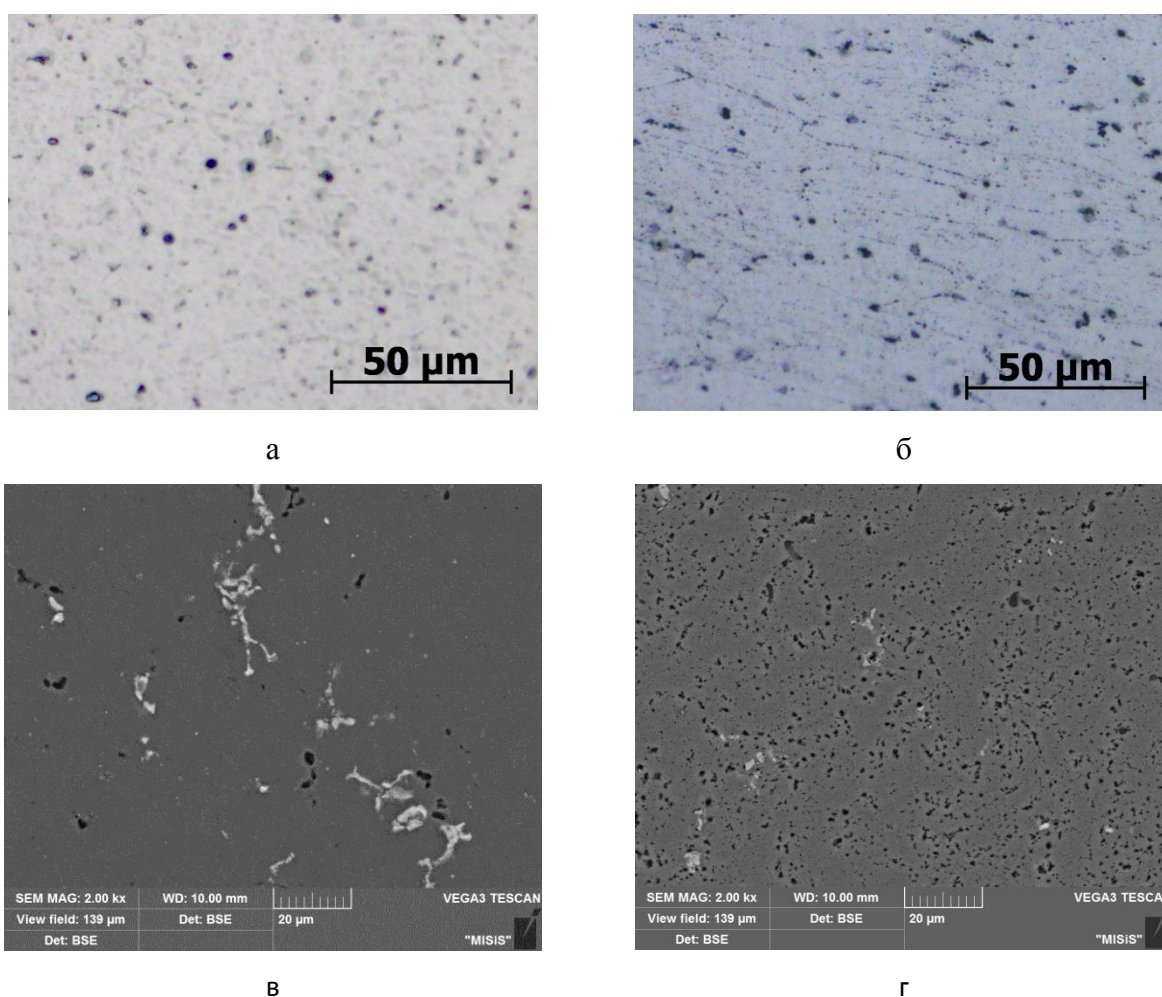


Рисунок 55 – Структуры после одной всесторонней изотермической осадки при 230 °С до (а, в) и после (б, г) гетерогенизационного отжига при 230 °С в течение 6 часов, полученные с помощью световой (а, б) и сканирующей (б, г) микроскопии

Видно, что частицы β -фазы выделяются в объеме и по границам зерен, образованных после первой ковочной операции. Размер частиц составил $0,46 \pm 0,03$ мкм с

разбросом значений от 0,19 до 1,16 мкм. Присутствие крупных частиц второй фазы обеспечило различия в зеренной структуре после последующих циклов осадки (Рисунок 56 и Рисунок 57).

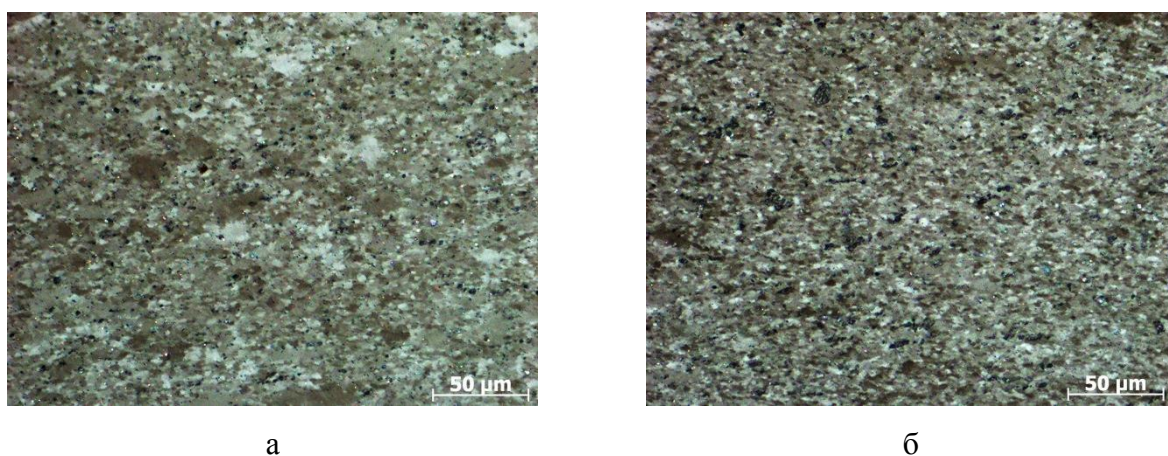


Рисунок 56 – Микроструктура образцов, полученных с помощью световой микроскопии по выбранным технологическим схемам: без гетерогенизационного отжига (а) и с гетерогенизационным отжигом (б)

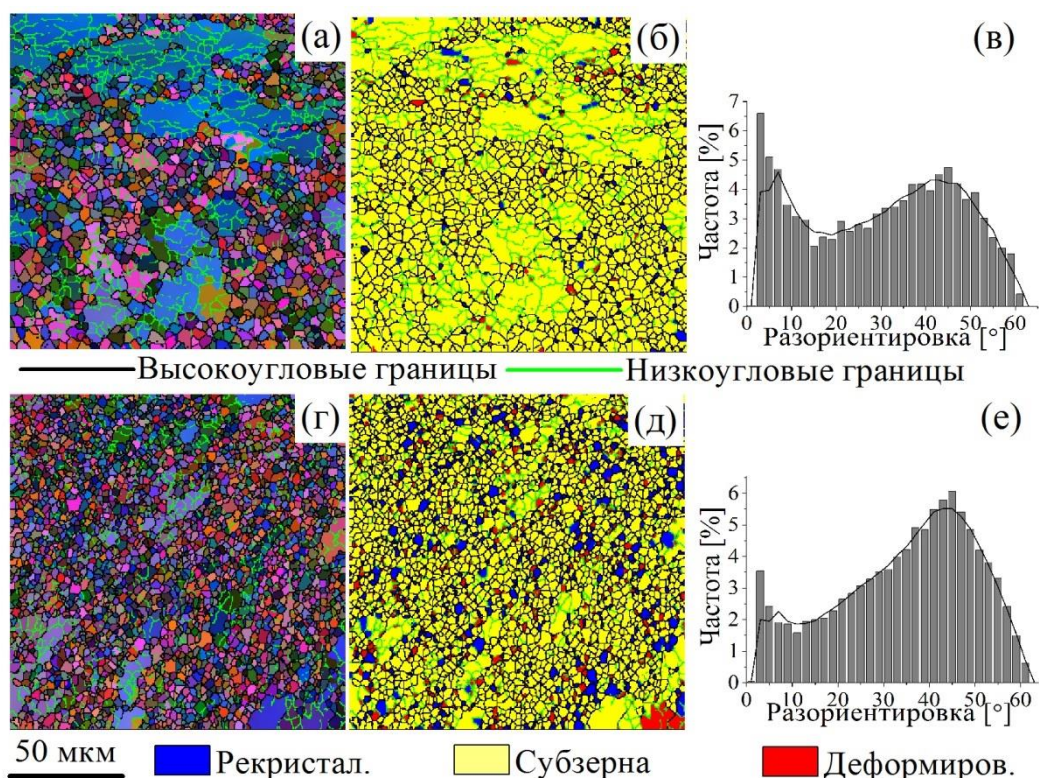


Рисунок 57 – Микроструктуры образцов, полученные методом EBSD анализа (а, б, г, д), графики частотного распределения зерен по углам разориентировки (в, е): полученные по режиму без промежуточного гетерогенизационного отжига (а – в) и с промежуточным гетерогенизационным отжигом (г – е)

В образцах, полученных без промежуточного гетерогенизационного отжига, наблюдали бимодальную структуру с большой долей малоугловых границ (28%) и 94% слабодеформированного (субструктурного) объема. В образце, полученном по технологии включающей промежуточный гетерогенизационный отжиг, наблюдали образование большого количества новых мелких зерен с углами разориентировки больше 15° , что приводит к уменьшению доли малоугловых границ до 15%. Средний размер зерна в срединном сечении образца обработанного по режиму без гетерогенизационного отжига составил $3,5 \pm 0,4$ мкм, а с применением данной термообработки – $1,8 \pm 0,1$ мкм, что говорит об эффективности использования гетерогенизационного отжига, как промежуточной операции при ковке для исследуемого сплава. Отметим, что средний размер зерна в данном случае определен включая рекристаллизованный и нерекристаллизованный объем.

За счёт присутствия частиц β -фазы, вероятно, увеличивается число мест зарождения новых зерен при последующей динамической рекристаллизации, что, в конечном итоге, приводит к большей однородности микроструктуры и уменьшению ее бимодальности. Таким образом, можно заключить, что введение гетерогенизационного отжига позволяет увеличить долю рекристаллизованных зерен, уменьшить неоднородность зеренной структуры и уменьшить средний размер зерен.

Следующим этапом работы было исследование влияния ВИО на микроструктуру и свойства при получении листовых полуфабрикатов. Для этого из образцов после трех полных циклов ВИО при 350°C были получены листы по семи режимам (Рисунок 58). Основным идейным фактором являлась проверка гипотезы о возможности замены стандартной горячей прокатки в стандартных промышленных режимах получения листов на ВИО (режим 1 и 2). Листы, полученные по режимам 3–6, имели большую степень холодной деформации при прокатке. Листовые образцы по режиму 0 были получены в результате электроэрозионной резки кованного образца на пластины заданной толщины, их микроструктура ничем не отличается от образцов сразу после ВИО, подробно рассмотрена ранее и ниже рассматриваться не будет.

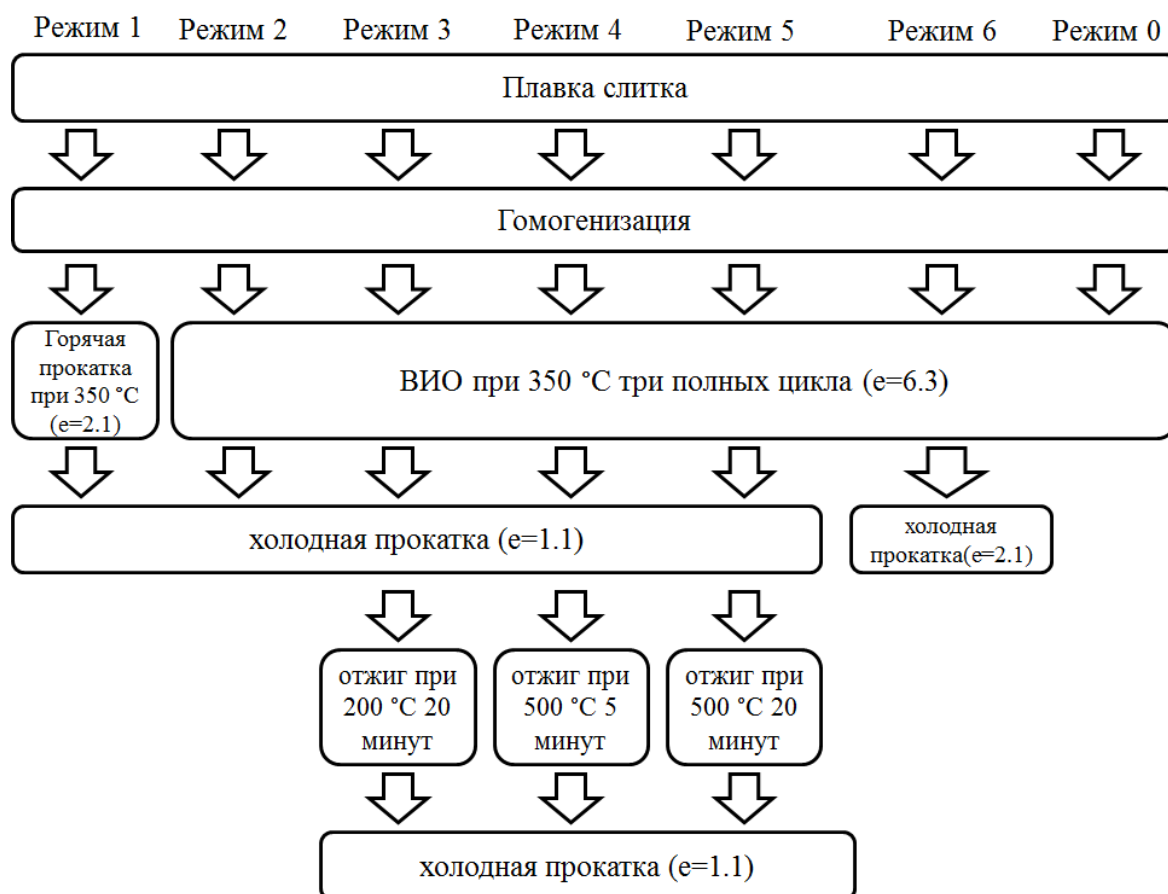


Рисунок 58 – Режимы получения листовых полуфабрикатов

Листы по полученным технологиям были подвергнуты кратковременному и длительному отжигу при 500 °C в течение 5 и 20 минут (Рисунок 59).

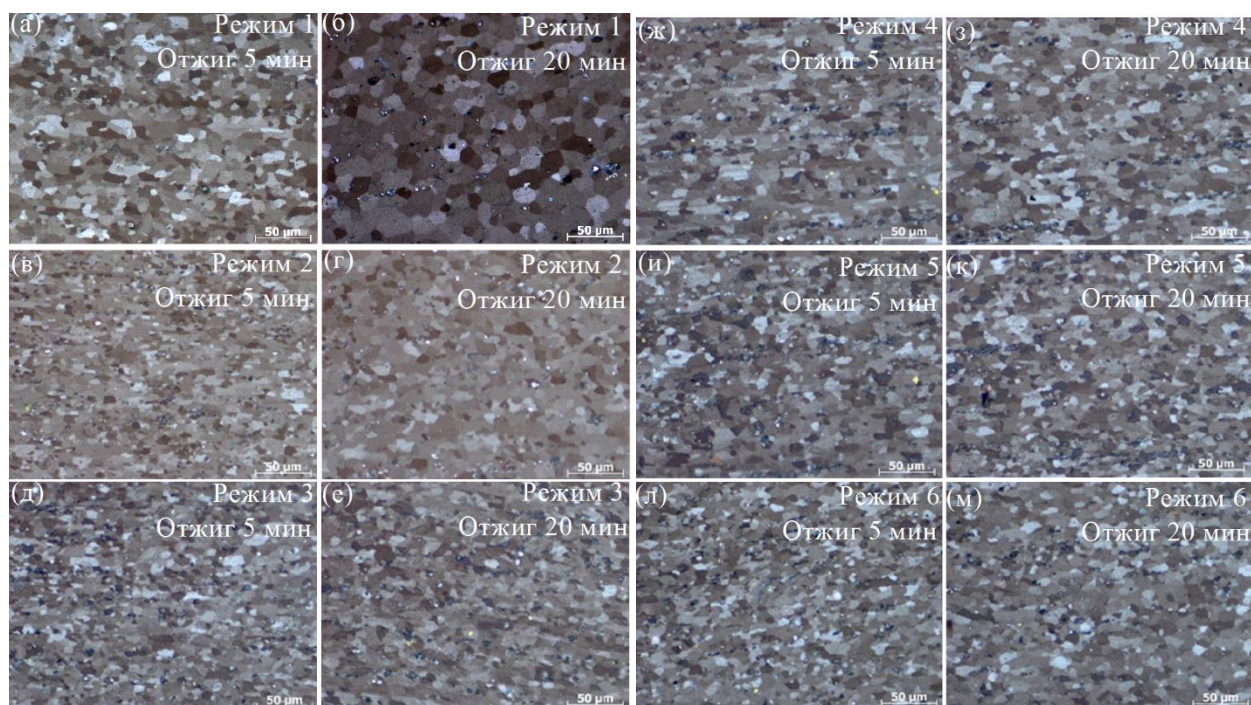


Рисунок 59 – Микроструктура образцов после рекристаллизационного отжига при 500 °С, полученных: по режиму 1 после 5 минут (а) и 20 минут (б); по режиму 2 после 5 минут (в) и 20 минут (г); по режиму 3 после 5 минут (д) и 20 минут (е); по режиму 4 после 5 минут (ж) и 20 минут (з); по режиму 5 после 5 минут (и) и 20 минут (к) ; по режиму 6 после 5 минут (л) и 20 минут (м)

Средний размер зерна в полученных листах представлен в таблице Таблица 11.

Таблица 11 – Средний размер зерна в полученных листах после рекристаллизационного отжига при температуре 500 °С

	Режим 1, мкм	Режим 2, мкм	Режим 3, мкм	Режим 4, мкм	Режим 5, мкм	Режим 6, мкм	Режим 0, мкм
Отжиг 5 мин	9,8±0,3	4,4±0,1	5,0±0,1	6,2±0,2	5,9±0,2	4,7±0,1	3,3±0,1
Отжиг 20 мин	10,9±0,4	4,8±0,1	5,8±0,2	6,1±0,2	5,7±0,2	5,2±0,1	5,0±0,1

Все отожжённые образцы демонстрируют высокую однородность. Из полученных значений среднего размера зерна видно, что увеличение времени выдержки при рекристаллизационном отжиге не вносит весомого вклада в рост зерна, что говорит о зеренной стабильности полученных листов при нагреве. Наименьший размер зерна 4,4±0,1 мкм достигается в листах, полученных по режиму 2: подвергнутых ВЮ при

350 °С и не содержащих промежуточных отжигов. В листах, полученных по режиму 1, содержащему простую термомеханическую обработку без ВИО, средний размер зерна значительно больше – $7,4 \pm 0,2$ мкм. Причем в случае применения ВИО размер зерна в листах по режиму 2 варьировался в диапазоне от 2 до 13 мкм, а в листах, полученных по режиму 1 – от 2 до 26 мкм (Рисунок 60). Коэффициент формы зерен в листах по режиму 1 также выше: 0.79 против 0.73. Также стоит отметить, что увеличение степени деформации при холодной прокатке до 87% не целесообразно – размер зерна остается приблизительно на том же уровне.

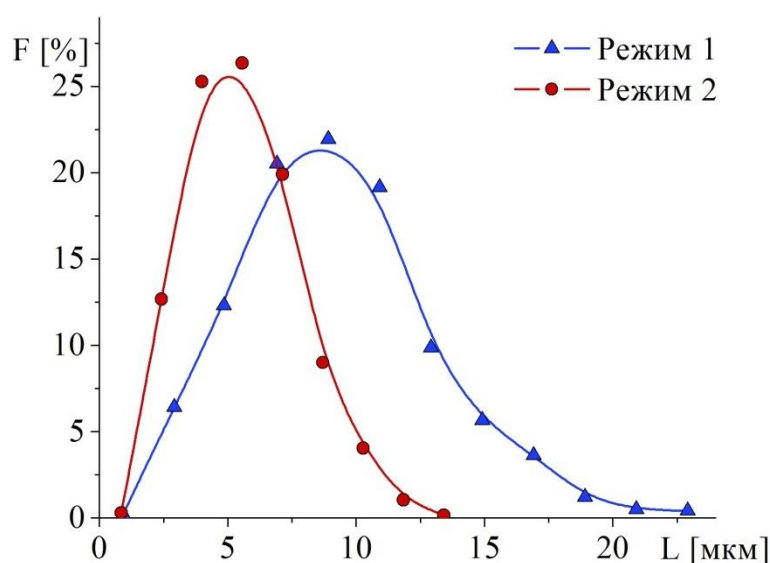


Рисунок 60 – Частотное распределение размеров зерен в листах, полученных по режиму 1 и 2 после рекристаллизационного отжига при 500 °С в течение 20 минут

Механические свойства при комнатной температуре определяли на образцах, полученных по режимам 0, 1 и 2 (Таблица 12):

Таблица 12 – Механические свойства при комнатной температуре в образцах, полученных по вышеописанным технологиям.

Режим	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Пластичность, %
Режим 0	300±5	405±4	17±1
Режим 1	250±5	475±6	10±1
Режим 1, отжиг при 500 °С 30 мин	175±5	320±5	21±1
Режим 2	500±5	525±7	3±1
Режим 2, отжиг при 500 °С 30 мин	190±3	330±5	26±1

Образцы, полученные по режиму 1, уступают своими показателями из-за большего среднего размера зерна и являются стандартными для листов, полученных традиционным способом [164]. Прочностные характеристики в образцах, полученных по режиму 0 (предел текучести 300 – МПа, предел прочности – 405 МПа), являются самыми высокими из всех полученных, что объясняется наличием ультрамелкозернистой структуры в большей части объёма материала. Несмотря на неоднородность структуры, образцы подвергнутые ВИО (режим 0) демонстрируют относительно высокое относительное удлинение (17%), близкое к значениям, получаемым в отожжённых листах. Прокатка при комнатной температуре после ВИО (режим 2) повышает предел текучести до 500 МПа, что сопоставимо с результатами, получаемыми для высокопрочных сплавов семитысячной серии (AA7000) подвергнутых холодной прокатке и термообработке по режиму T6 [165].

Для листов, полученных по режиму 0, 1 и 2, были проведены испытания на определение показателей сверхпластичности. Ниже приведены зависимости напряжения течения и показателя скоростной чувствительности m от скорости деформации, полученные в результате испытаний со скачковым повышением скорости при температурах 500 °С и 540 °С (Рисунок 61).

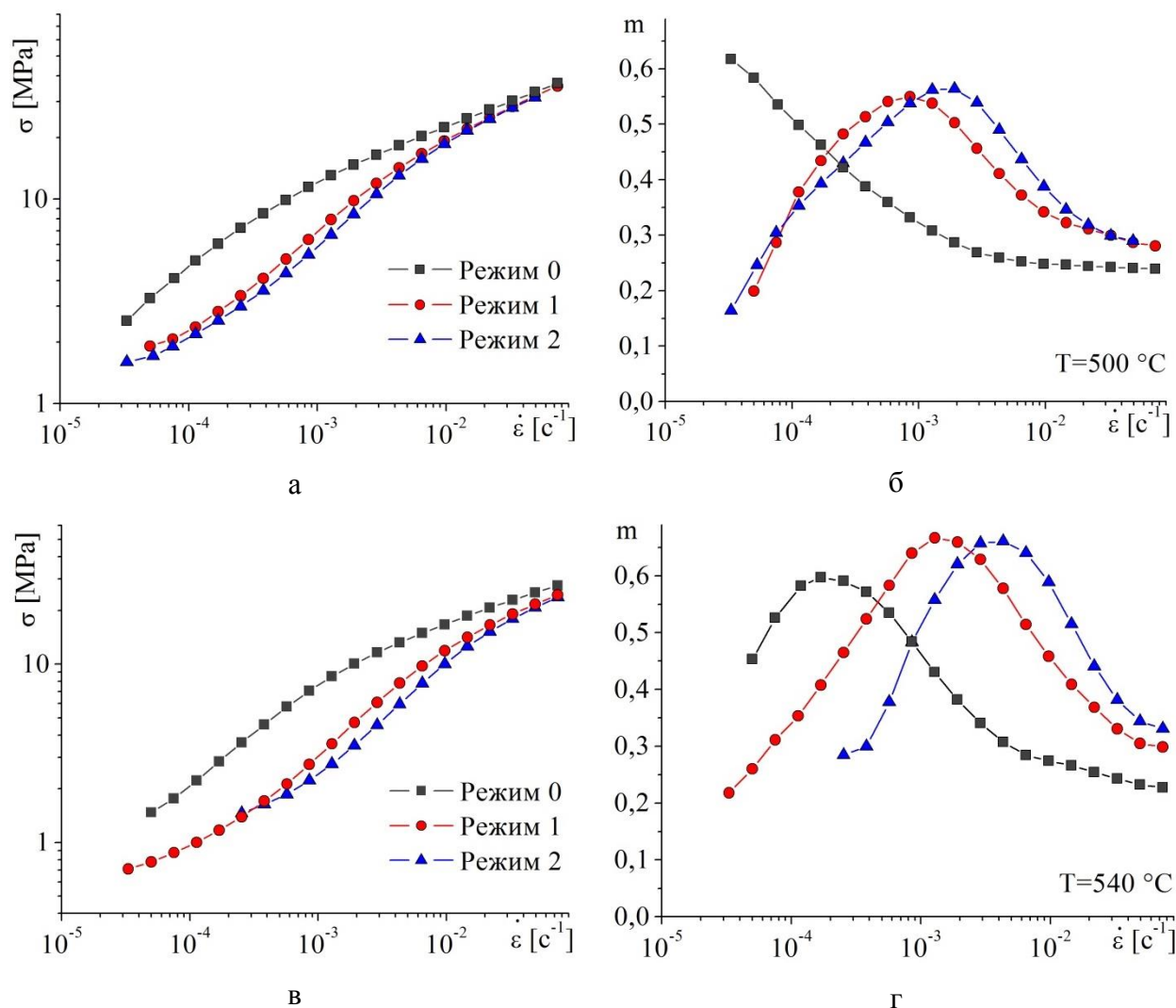


Рисунок 61 – Зависимость напряжения течения (а, в) и показателя скоростной чувствительности m (б, г) от скорости деформации при 500 °C (а, б) и 540 °C (в, г).

С понижением температуры испытания, напряжение течения закономерно увеличивается, а максимум скоростной чувствительности сдвигается влево в сторону более низких скоростей деформации. Напряжение на линейном участке логарифмической зависимости напряжения течения от скорости деформации для образцов, полученных по режиму 2, не превышает 14 МПа и соответствует показателю скоростной чувствительности $m > 0,3$ в диапазоне скоростей от 1×10^{-4} до 2×10^{-2} с⁻¹ при 500 °C и от 1×10^{-3} до 4×10^{-2} с⁻¹ при 540 °C. Максимальное значение показателя m ($m = 0,66$) достигается при температуре 540 °C и соответствует интервалу скоростей $2 \cdot 10^{-3}$ – $1 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹. Образцы, полученные по режиму 1, демонстрируют скорости деформации и значения показателя скоростной чувствительности несколько ниже чем в случае режима 2. Наибольший показатель m в листах, полученных по режиму 0, находится при скоростях

деформации ниже $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, что говорит о низких показателях сверхпластичности ввиду наличия в материале неоднородности.

Испытания с постоянной скоростью деформации проводили при 1×10^{-3} , 5×10^{-3} и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (Рисунок 62).

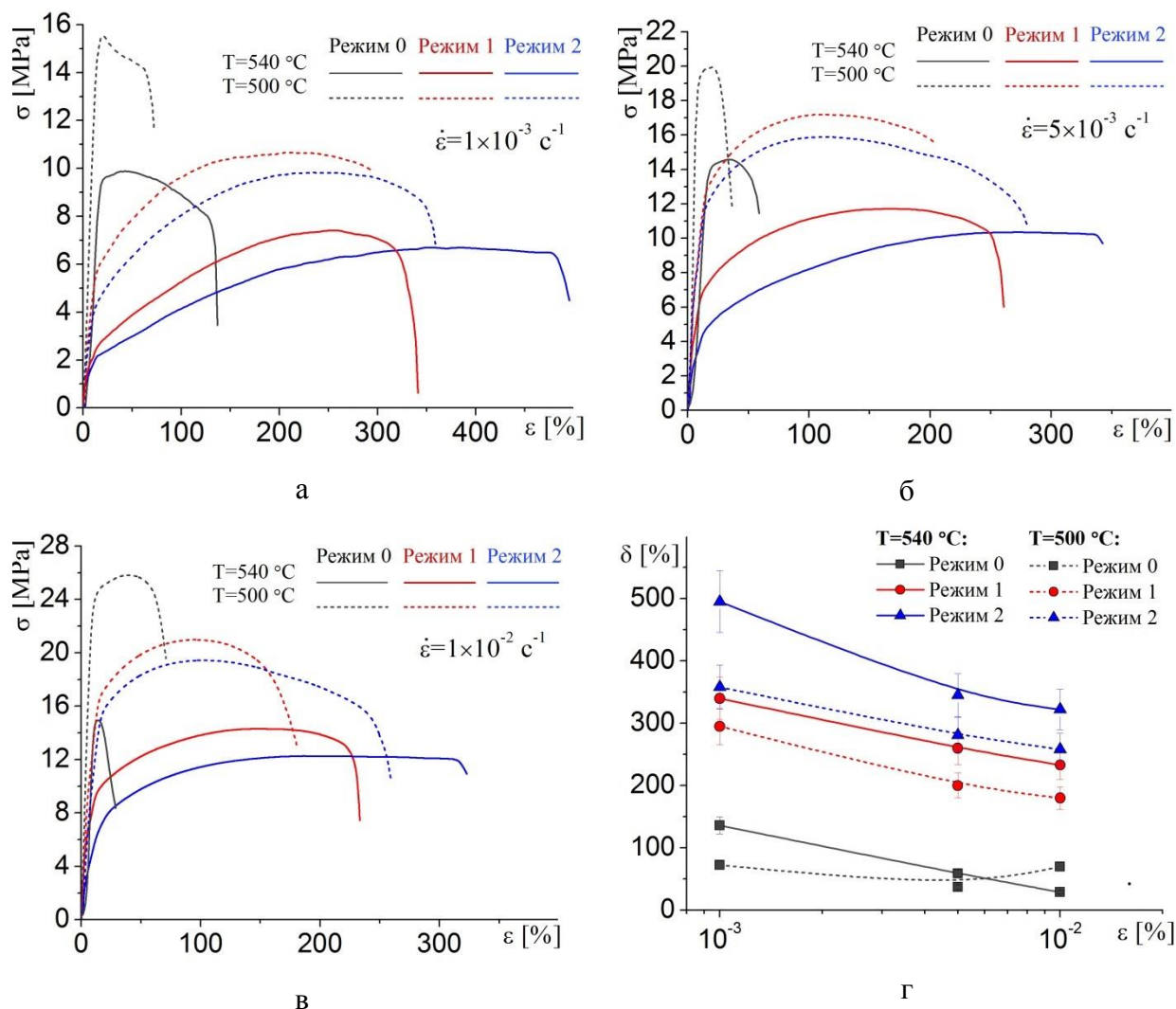


Рисунок 62 – Зависимость напряжения течения от степени деформации образцов сплава 1565 толщиной 1,2 мм при постоянных скоростях деформации $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а), $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (б), $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (в) и температурах эксперимента 500 и 540 °С

Образцы, полученные по режиму 0, не проявляли сверхпластичности в испытанном интервале температур скоростей: из-за неоднородности в микроструктуре происходило разрушение образцов с образованием шейки при достижении относительного удлинения ниже 150%. Образцы, полученные с применением ВИО и холодной прокатки (режим 2), превосходили по показателям относительного удлинения результаты, полученные для образцов, полученных классической технологией (режим 1), имея при этом более низкое

напряжение течения, что связано с меньшим размером зерна. Наибольшее относительное удлинение в 530% было получено при скорости $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре в 540°C при напряжении течения не более 7 МПа (Рисунок 62г) Для листов, полученных по режиму 2 были проведены дополнительные испытания при температуре 450°C и 520°C (Рисунок 63).

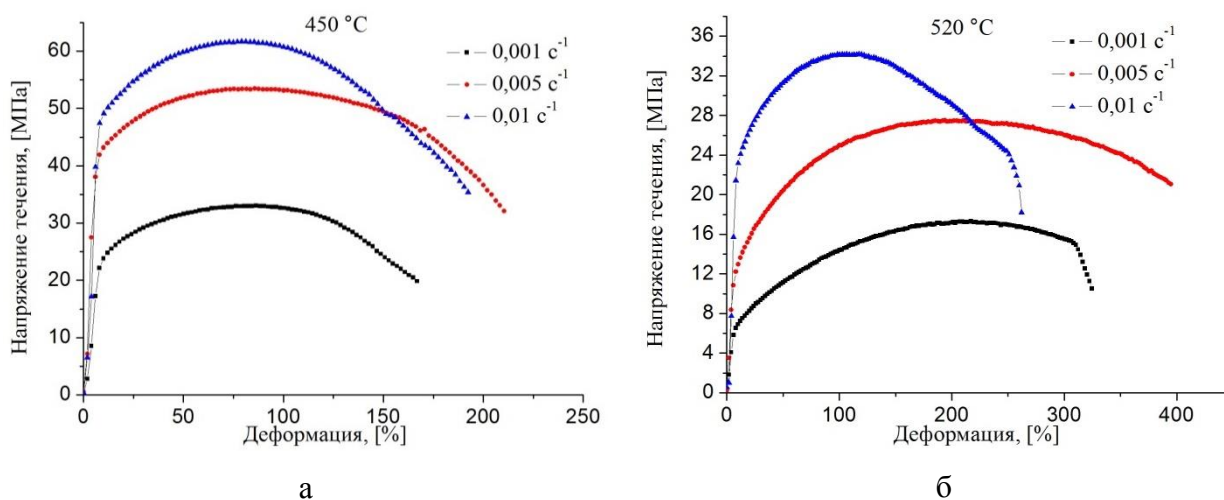


Рисунок 63 – Зависимость напряжения течения от степени деформации образцов, полученных по режиму 2, при постоянных скоростях деформации $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температурах эксперимента 450°C (а) и 540°C (б)

Даже при пониженной температуре 450°C (Рисунок 63,а) наблюдается сверхпластичность: при скоростях деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ – $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ относительное удлинение составляет 210%, чего достаточно для получения методом СПФ деталей несложной геометрии. Однако при данной температуре наблюдаются довольно высокие значения напряжения течения – 50–60 МПа, что может негативно сказаться на технологическом процессе формовки. С увеличением температуры напряжение течения закономерно снижается, а относительное удлинение при СПД возрастает: при 520°C при постоянной скорости деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ удлинение достигает 400% (Рисунок 63б).

Выводы по главе

1. Изучено влияние всесторонней изотермической осадки на структуру и свойства сплава 1565ч в интервале температур от 200 до 500 °С и степени деформации от 0.5 до 10.5 с использованием режимов осадки обеспечивающих деформацию 0.5 и 0.7 за одну ковочную операцию.
2. Показано, что в процессе всесторонней изотермической осадки с деформацией 0.5 за одну ковочную операцию при 400–500 °С средний размер зерна в приповерхностном слое образца эффективно уменьшается с $89,7 \pm 6,7$ мкм до $56,8 \pm 6,9$ мкм при 400°С и до $34,5 \pm 3,8$ мкм при 500°С после первого цикла всесторонней осадки и слабо меняется при последующих циклах, а в центре образца формируется бимодальная зеренная структура с участками, имеющими средний размер 3–10 мкм в зависимости от температуры и степени деформации и участками крупных зерен размерами 50–100 мкм.
3. Показано, что уменьшение температуры осадки до 200–300 °С приводит к сильному искажению формы и внутреннего строения исходных зерен, в которых формируются деформационные полосы со средним размером $1,4 \pm 0,4$ мкм. С увеличением накопленной степени деформации количество деформационных полос увеличивается, полосы начинают переходить из одного тела зерна в другое. Рекристаллизационный отжиг при температуре 500 С после всесторонней осадки со степенью деформации 6,0 (0,5 за одну ковочную операцию) при 200 и 300 °С позволяет получить зерно размером 7,1 мкм и 10,5 мкм, соответственно.
4. С увеличением степени деформации за одну ковочную операцию с 0.5 до 0.7 в процессе ВИО при 200 °С наблюдается образование полос деформации уже после первой осадки в поверхностном слое, а при 500 °С размер новых рекристаллизованных зерен уменьшается с $10,4 \pm 0,5$ мкм при $\epsilon=0.5$ до $4,9 \pm 0,2$ мкм при $\epsilon=0.7$.
5. Показано, что после всесторонней осадки при 350 °С с деформацией 0.7 за одну ковочную операцию в центральном сечении сохраняется бимодальное распределение зерен по размерам: после первого полного цикла по границам деформированных зерен размером до 80 мкм формируются мелкие рекристаллизованные зерна среднего размера 1,3 мкм, объемная доля которых увеличивается до 70% после третьего цикла ($\sum \epsilon=6.3$) и до 90% после пятого цикла всесторонней осадки.
6. Установлено, что включение гетерогенизационного отжига при 230 °С в течение 6 часов между ковочными операции всесторонней изотермической осадки приводит к выделению частиц β фазы размером $0,5 \pm 0,1$ мкм и формированию однородной зеренной структуры в объеме образца со средним размером зерна $1,8 \pm 0,1$.

7. Показано, что повышение температуры ВИО с 200 °С до 500 °С при накопленной деформации $\sum e=6$ ($e=0.5$ за проход) приводит к уменьшению среднего размера частиц фаз кристаллизационного происхождения с 2,8 до 1,2 мкм и увеличению их коэффициента формы с 0,4 до 0,7. В процессе всесторонней осадки при 350 °С ($e=0.7$ за проход) также наблюдали измельчение частиц фаз содержащих железо, кремний и марганец, посредством их фрагментации в процессе деформации. Повышение компактности частиц фаз кристаллизационного происхождения обеспечивает повышение пластичности материала при последующей холодной обработке по сравнению с горячекатаным материалом.
8. ВИО при 350 °С приводит к уменьшению среднего размера частиц вторичных дисперсоидов с 108 ± 22 нм в исходном гомогенизированном состоянии до 42 ± 11 нм при $\sum e=6.3$ и до 18 ± 6 нм при $\sum e=10.5$.
9. Образцы после ВИО при 350 °С и $\sum e=6.3$, зеренная структура которых представлена на 70% рекристаллизованными зернами среднего размера 1.3 мкм и на 30% зернами размером 10–80 мкм, демонстрируют предел текучести 300 МПа, предел прочности 405 МПа и относительное удлинение 17%, при этом, из-за неоднородности зеренной структуры образцы не проявляют признаков сверхпластичности.
10. Листы, полученные с применением ВИО при 350 °С, $\sum e=6.3$ и последующей холодной деформации с обжатием 50%, имеют средний размер зерна 4,8 мкм, что обеспечивает показатель скоростной чувствительности $m=0,66$, относительное удлинение 500–320%, напряжение течения 7–12 МПа и в процессе сверхпластической деформации при температуре 540 °С и постоянных скоростях деформации $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.
11. Образцы, полученные с использованием всесторонней изотермической осадки, холодной прокатки и последующего рекристаллизационного отжига при 500 °С демонстрируют предел текучести 190 МПа, предел прочности 330 МПа и относительное удлинение 26%. При этом предел текучести листов на 15 МПа, а относительное удлинение в среднем на 5% выше, чем у листов, полученных с применением традиционной горячей прокатки.

Выводы по работе

1. Изучено влияние промежуточного гетерогенизационного отжига в интервале температур 130–280 °С и всесторонней изотермической осадки в интервале температур 200–500 °С и накопленной степени деформации до $\sum \epsilon = 10.5$, при режимах деформации реализующих $\epsilon = 0.5$ или $\epsilon = 0.7$ обжатия за проход, на структуру, механические свойства при комнатной температуре и показатели сверхпластичности полуфабрикатов сплава 1565ч.
2. Установлено, что применение перед холодной прокаткой на 50% гетерогенизационного отжига при 230–250 °С в течение 6–12 часов, обеспечивающего выделение частиц β -фазы среднего размера $0,5 \pm 0,1$ мкм, приводит к уменьшению среднего размера зерна после рекристаллизационного отжига в 1.3 раза, предположительно за счет увеличения числа зародышей при статической рекристаллизации.
3. Применение для горячекатаных в промышленных условиях образцов сплава 1565ч холодной прокатки 30–50%, гетерогенизационного отжига в течение 6 часов при температуре 230 °С, и последующей холодной прокатки с обжатием 30–50% приводит к формированию в листах толщиной 3–5 мм после рекристаллизационного отжига при 540 °С равноосной зеренной структуры с коэффициентом формы 0.9 и средним размером зерен 9–11 мкм, что обеспечивает повышение предела текучести на 25–27 МПа и относительного удлинения при комнатной температуре на 2–5% по сравнению с образцами промышленных листов с продольным размером зерна около 35 мкм и коэффициентом формы 0,5.
4. Показано что экспериментальные технологии включающие гетерогенизационный отжиг обеспечивают исследуемому сплаву относительное удлинение до 400%, напряжение течения менее 11 МПа при температуре сверхпластической деформации 540 °С и постоянной скорости деформации $(1-2) \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, при этом сверхпластическая формовка куполообразных деталей из листовых заготовок толщиной 5 мм в данных температурно-скоростных условиях обеспечила точное воспроизведение гравюры матрицы, что подтверждает эффективность применения используемых технологий для получения сверхпластичных листов повышенной толщины.
5. Показано, что при температуре всесторонней изотермической осадки 200–300 °С происходит значительное искажение формы и внутреннего строения исходных зерен и формирование деформационных полос, количество которых увеличивается, а размер уменьшается с увеличением накопленной степени деформации. Рекристаллизационный отжиг при температуре 500 °С после всесторонней осадки со степенью деформации 6.0

(0,5 за одну ковочную операцию) при 200 °С позволяет получить зерно среднего размера 7,1 мкм.

6. Повышение температуры всесторонней изотермической осадки до 350–500 °С при накопленной степени деформации от 1,5 до 10,5 приводит к прохождению динамической/постдинамической рекристаллизации и обеспечивает формирование неоднородной зеренной структуры с участками, имеющими средний размер от 1,3 до 10 мкм, в зависимости от температуры осадки и степени накопленной деформации, и участками крупных зерен размерами от 50 до 100 мкм, при этом доля крупнозернистой структуры уменьшается до 10% при увеличении накопленной степени деформации до 10,5.

7. Установлено, что благодаря выделению частиц β -фазы среднего размера $0,5 \pm 0,1$ мкм использование гетерогенизационного отжига при 230 °С между ковочными операциями при всесторонней осадке по режиму $\sum \epsilon = 2,1$ при 230 °С и последующей осадке с $\sum \epsilon = 4,2$ при 350 °С, приводит к формированию в центральном сечении образца практически однородной зеренной структуры и уменьшению среднего размера зерна в два раза.

8. Показано, что в процессе всесторонней осадки происходит уменьшение среднего размера частиц вторичных дисперсоидов с 110 нм в исходном гомогенизированном состоянии до 42 нм при $\sum \epsilon = 6,3$ и до 18 нм при $\sum \epsilon = 10,5$, а так же измельчение частиц фаз кристаллизационного происхождения, посредством их фрагментации, при этом повышение температуры осадки с 200 до 500 °С приводит к уменьшению среднего размера частиц фаз кристаллизационного происхождения с 2,8 до 1,2 мкм и увеличению их коэффициента формы с 0,4 до 0,7.

9. Образцы после всесторонней изотермической осадки при 350 °С и $\sum \epsilon = 6,3$, зеренная структура которых представлена на 70% рекристаллизованными зернами среднего размера 1,3 мкм и на 30% зернами размером 10–80 мкм, демонстрируют предел текучести 300 МПа, предел прочности 405 МПа и относительное удлинение 17%, при этом, из-за неоднородности зеренной структуры образцы не проявляют сверхпластичности.

10. Листы, полученные с применением всесторонней изотермической осадки при 350 °С и $\sum \epsilon = 6,3$ и последующей холодной деформации с обжатием 50%, демонстрируют прочностные свойства при комнатной температуре на уровне высокопрочных алюминиевых сплавов с пределом текучести 500 МПа, а после рекристаллизационного отжига при 500 °С имеют средний размер зерна 4,8 мкм с коэффициентом формы близким к 1, что обеспечивает показатель скоростной чувствительности $m = 0,66$, относительное удлинение 500–320% и напряжение течения 7–12 МПа в процессе сверхпластической

деформации при постоянных скоростях деформации в интервале $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, при этом предел текучести листов в рекристаллизованном состоянии 190 МПа, предел прочности 330 МПа и относительное удлинение 26%.

Список литературы

1. Гуляев А.П. Металловедение 5-е переработанное издание. М // Металлургия. 1977.
2. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов.(Пер. с англ.). 1979. Р. 640.
3. Wang M., Jia P., Lv D., Geng H. Study on the microstructure and liquid – solid correlation of Al – Mg alloys // Phys. Chem. Liq. 2015. P. 10.
4. Новиков И.И., Золоторевский В.С., Портной В.К., Белов Н.А., et al. Металловедение Том II. Термическая обработка. Сплавы. Москва: МИСИС, 2008. 526 р.
5. Белецкий В.М., Кривов Г.А. Алюминиевые сплавы (состав, свойства, технология, применение) справочник. Киев: К: “КОМИНТЕХ,” 2005. 365 р.
6. Horváth G., Chinh N.Q., Gubicza J., Lendvai J. Plastic instabilities and dislocation densities during plastic deformation in Al-Mg alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2007. Vol. 445–446. P. 186–192.
7. Hughes D.A. The evolution of deformation microstructures and local orientations. Livermore, CA 94550, USA: Center for Materials and Applied Mechanics Sandia National Laboratories, 1996.
8. Nikulin I., Kipelova A., Malopheyev S., Kaibyshev R. Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an Al-Mg-Mn alloy // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2012. Vol. 60, № 2. P. 487–497.
9. Алиева С.Г., Альтман М.Б., Амбарцумян С.М. Промышленные алюминиевые сплавы: Справочник // М. Металлургия. 1984. Р. 528.
10. Sauvage X., Dédé A., Muñoz A.C., Huneau B. Precipitate stability and recrystallisation in the weld nuggets of friction stir welded Al-Mg-Si and Al-Mg-Sc alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2008. Vol. 491, № 1–2. P. 364–371.
11. Patankar S.N., Jen T.M. Strain rate insensitive plasticity in aluminum alloy 5083 // Scr. Mater. 1998. Vol. 38, № 8. P. 1255–1261.
12. Елагин В. Легирование деформируемых алюминиевых сплавов переходными металлами. М.: Металлургия, 1975. 248 р.
13. Mikhaylovskaya A. V., Kotov A.D., Pozdniakov A. V., Portnoy V.K. A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity // J. Alloys Compd. Elsevier B.V., 2014. Vol. 599. P. 139–144.
14. Kannan K., Hamilton C. Inhomogeneities in initial cavity distribution in a superplastic Al 5083 alloy // Scr. Mater. 1997. Vol. 38, № 2. P. 299–305.
15. Humphreys F.J., Bate P.S. Refinement and Stability of Grain Structure // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 357–359. P. 477–488.
16. Yakovtseva O.A., Mikhaylovskaya A. V., Levchenko V.S., Irzhak A. V., et al. Study of the mechanisms of superplastic deformation in Al–Mg–Mn-based alloys // Phys. Met. Metallogr. 2015. Vol. 116, № 9. P. 908–916.

17. Mikhailovskaya A. V., Golovin I.S., Zaitseva A.A., Portnoi V.K., et al. Effect of Mn and Cr additions on kinetics of recrystallization and parameters of grain-boundary relaxation of Al-4.9Mg alloy // *Phys. Met. Metallogr.* 2013. Vol. 114, № 3. P. 246–255.
18. Portnoy V.K., Rylov D.S., Levchenko V.S., Mikhaylovskaya A. V. The influence of chromium on the structure and superplasticity of Al-Mg-Mn alloys // *J. Alloys Compd.* Elsevier B.V., 2013. Vol. 581. P. 313–317.
19. Бочвар А.А., Сви́дерская З.А. Явление сверхпластичности сплава цинк-алюминий // *Изв. АН СССР ОТН.* 1945. Vol. 9. P. 821–824.
20. Новиков И.И., Портной В.К. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном. Москва: Металлургия, 1981. 168 p.
21. Кайбышев О.А. Сверхпластичность промышленных сплавов. М.: Металлургия, 1984. 263 p.
22. Новиков И.И., Золоторевский В.С., Портной В.К., Белов Н.А., et al. *Металловедение Часть I. Основы металловедения.* 2008. 544 p.
23. Langdon T.G. The mechanical properties of superplastic materials // *Metall. Trans. A.* 1982. Vol. 13, № 5. P. 689–701.
24. Ghosh a. K., Hamilton C.H. Influences of material parameters and microstructure on superplastic forming, // *Metall. Trans. A.*, 1982. Vol. 13A, № May. P. 733-743.
25. Ллойд Д., Мур Д.М. Сверхпластичная формовка конструкционных сплавов: Пер. с англ. Под ред. Н. Пейтона и К. Гамильтона. М.: Металлургия, 1985.
26. Грабский М.В. Структурная сверхпластичность металлов. М.: Металлургия, 1975. Vol. 21.
27. Рабинович М.Х., Кайбышев О.А., Трифонов В.Г. Сверхпластичность сплава В96Ц // *Металловедение и термическая обработка металлов.* 1978. Vol. 3. P. 55–56.
28. Перезвенцев В.Н. Высокоскоростная сверхпластичность алюминиевых сплавов с субмикро- и нанокристаллической структурой // *Вестник Нижегородского Университета Им. Н.И. Лобачевского.* 2010. Vol. 5, № 2. P. 58–69.
29. Petty E.R. DEFORMATION BEHAVIOUR OF SOME ALUMINIUM ALLOYS CONTAINING INTERMETALLIC COMPOUNDS // *J. Inst. Met. INST MATERIALS 1 CARLTON HOUSE TERRACE, LONDON SW1Y 5DB, ENGLAND,* 1963. Vol. 91, № 8. P. 274.
30. Matuki K., Yamada M. Superplastic Behavior of Al-Zn-Mg Alloys // *J. Japan Inst. Met.* 1973. Vol. 37, № 4. P. 448–454.
31. Matuki K., Ueno Y., Yamada M. The Role of Grain Boundary Sliding in the Superplastic Deformation of an Al-Zn-Mg Alloy // *J. Jap. Inst. Met.* 1974. Vol. 38, № 3. P. 219–226.
32. Mikhaylovskaya A. V., Yakovtseva O.A., Golovin I.S., Pozdniakov A. V., et al. Superplastic deformation mechanisms in fine-grained Al-Mg based alloys // *Mater. Sci. Eng. A. Elsevier,* 2015. Vol. 627. P. 31–41.
33. Barnes A.J. Industrial Applications of Superplastic Forming: Trends and Prospects // *Mater. Sci. Forum.* 2001. Vol. 357–359. P. 3–16.

34. Grimes R., Dashwood R.J., Flower H.M. High Strain Rate Superplastic Aluminium Alloys: The Way Forward // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 357–359. P. 357–362.
35. Мартин Д., Доэрти Р., Быков В.Н., Быков В.Н. Стабильность микроструктуры металлических систем. Атомиздат М., 1978. 280 р.
36. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов // М., Металлургия. 1986. P. 480.
37. Dunwoody B.J. The production of automotive body panels in 5083 SPF aluminium alloy // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 357. P. 59–64.
38. Mikhailovskaya A. V., Levchenko V.S., Sagalova T.B., Portnoi V.K. Effect of additions of zirconium, chromium, and nickel on the structure and characteristics of superplasticity of alloys of the Al-Zn-Mg-Cu system // Russ. J. Non-Ferrous Met. 2008. Vol. 49, № 4. P. 253–257.
39. Mikhaylovskaya A. V., Ryazantseva M.A., Portnoy V.K. Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys // Mater. Sci. Eng. A. Elsevier B.V., 2011. Vol. 528, № 24. P. 7306–7309.
40. Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V., Golovin I.S., Portnoy V.K. Fine-grained structure and superplasticity of Al - Cu - Mg - Fe - Ni alloys // Mater. Sci. Forum. 2013. Vol. 735. P. 55–60.
41. Kotov A.D., Mikhailovskaya A. V., Portnoy V.K. Superplasticity of alloy Al - 11% Zn - 3% Mg - 0.8% Cu - 0.3% Zr with Fe and Ni additives // Met. Sci. Heat Treat. 2013. Vol. 55, № 7–8. P. 364–367.
42. Hefti L.D. Commercial airplane applications of superplastically formed AA5083 aluminum sheet // J. Mater. Eng. Perform. 2007. Vol. 16, № 2. P. 136–141.
43. Superplastic 5083 Aluminum Alloy Sheet “ALNOVI†-1” was approved by Airbus // Furukawa Rev. 2004. Vol. 26. P. 60–61.
44. Рылов Д.С. Исследование и разработка алюминиевого сплава сверхпластической формовки с повышенными скоростями деформации. Дисс... канд. техн. наук - М., 2005. 136 р.
45. Орыщенко А.С., Осокин Е.П., Барахтина Н.Н., Дриц А.М., et al. Патент РФ № 2010125006/02, Сплав на основе алюминия и изделие, выполненное из этого сплава, 20.10.2011 // Патент России № 2431692. 2011.
46. Орыщенко А.С., Осокин Е.П., Барахтина Н.Н., Дриц А.М., et al. Алюминиево-магниевый сплав 1565ч для криогенного применения // Цветные металлы. Закрытое акционерное общество "Издательский дом "Руда и металлы", 2012. № 11. P. 84–90.
47. Schulthess T.C., Turchi P.E.A., Gonis A., Nieh T. SYSTEMATIC STUDY OF STACKING FAULT ENERGIES OF RANDOM Al-BASED ALLOYS. 1998. Vol. 46, № 6. P. 2215–2221.
48. Kocks U.F., Mulford R.A. NEW OBSERVATIONS ON THE MECHANISMS OF DYNAMIC STRAIN AGING AND OF JERKY FLOW // Act. 1979. Vol. 27. P. 1125–1134.
49. Бочвар А.А., Меркурьев Н.Е. Рекристаллизация твердых

растворов. (Рекристаллизация сплавов олова с сурьмой, висмутом, свинцом, медью и алюминием) // Цветные металлы. 1930. № 4. Р. 495.

50. Савицкий Е.М. Влияние температуры на механические свойства металлов и сплавов. АН СССР, 1957. 324 р.
51. McQueen H.J., Jonas J.J. Recovery and recrystallization during high temperature deformation // Treatise Mater. Sci. Technol. 1975. Vol. 6. P. 393–493.
52. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов // М.:Металлургия. 1978. Р. 568.
53. Haessner F. Recrystallization of metallic materials // Stuttgart Dr. Riederer Verlag GmbH. 1978. P. 293.
54. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena. Oxford. Elsevier, 2012. 497 р.
55. Портной В.К. Оптимизация гетерогенности – общий принцип подхода к получению ультрамелкого зерна в сверхпластичных сплавах разного типа // Цветные металлы. 1987. Р. 79–88.
56. Портной В.К. Роль оптимизации гетерогенизации в подготовке ультрамелкозернистой структуры сверхпластичных сплавов // Известия Вузов. Цветные металлы. 1987. Vol. 5.
57. Shabani M.J., Emamy M., Nemati N. Effect of grain refinement on the microstructure and tensile properties of thin 319 Al castings // Mater. Des. Elsevier Ltd, 2011. Vol. 32, № 3. P. 1542–1547.
58. Кищик А.А., Михайловская А.В., Левченко В.С., Портной В.К. Формирование Микроструктуры И Сверхпластичность Магналиев // Физика Металлов И Металловедение. 2017. Vol. 118, № 1. P. 101–108.
59. Humphreys F.J. Recrystallization mechanisms in two-phase alloys // Met. Sci. 1979. Vol. 13, № 3–4. P. 136–145.
60. Humphreys F.J. The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium // Acta Metall. 1977. Vol. 25, № 11. P. 1323–1344.
61. Маркушев М.В. О принципах деформационных методов измельчения зерен алюминиевых сплавов до ультрамелких размеров. Мелкозернистые сплавы. Ч.1 // Физика Металлов И Металловедение. 2009. Vol. 108, № 1. P. 46–53.
62. Маркушев М.. О принципах деформационных методов измельчения зерен алюминиевых сплавов // Мелкозернистые сплавы // Физика металлов и металловедение. 2009. Vol. 108. P. 46–53.
63. Shin D.H., Kim K.S., Kum D.W., Nam S.W. New aspects on the superplasticity of fine-grained 7475 aluminum alloys // Metall. Trans. A. 1990. Vol. 21, № October 1990. P. 2729–2737.
64. Mabuchi M., Imai T., Kubo K., Higashi K., et al. Superplastic properties in a Si₃N₄/Al-Zn-Mg composite extruded at a reduction ratio of 100:1 // Mater. Lett. 1991. Vol. 12, № 5. P. 330–334.
65. Mabuchi M., Imai T., Kubo K., Higashi K., et al. Superplastic-like behavior in Al-Mg-Si

- composites reinforced with α -Si₃N₄ or β -Si₃N₄ whiskers, Original Research Article // Mater. Lett. 1991. Vol. 12, № 4. P. 276–280.
66. Hosokawa H., Higashi K. Microstructural design for large superplastic elongations in aluminum-base materials containing particles // Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 2006. Vol. 37, № 10. P. 2947–2953.
 67. Robson J.D. Microstructural evolution in aluminium alloy 7050 during processing // Mater. Sci. Eng. A. 2004. Vol. 382, № 1–2. P. 112–121.
 68. Du Y.X., Zhang X.M., Ye L.Y., Liu S.D. Evolution of grain structure in AA2195 Al-Li alloy plate during recrystallization // Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 2006. Vol. 16, № 2. P. 321–326.
 69. Humphreys F.J. Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel // Scr. Mater. 2000. Vol. 43. P. 591–596.
 70. Qian M., Lippold J.C. Investigation of grain refinement during a rejuvenation heat treatment of wrought Alloy 718 // Mater. Sci. Eng. A. 2007. Vol. 456, № 1–2. P. 147–155.
 71. Weaver D.S., Semiatin S.L. Recrystallization and grain-growth behavior of a nickel-base superalloy during multi-hit deformation // Scr. Mater. 2007. Vol. 57, № 11. P. 1044–1047.
 72. Портной В.К. Формирование ультрамелкозернистой структуры сплавов на разной основе для сверхпластической формовки, дис. док. тех. наук // Москва. 1988.
 73. Grimes R., Baker C., Stowell M.J. Development of superplastic aluminium alloys. Aluminium // Bd.51. 1975. Vol. 11.
 74. Дискин А.М. Исследование сплавов на базе систем Al – Cu, Al – Mg, Al – Cu – Mg и разработка режимов сверхпластической формовки листов сплава 01570. 1987.
 75. Nieh T.G., Hsiung L.M., Wadsworth J., Kaibyshev R. High strain rate superplasticity in a continuously recrystallized Al-6%Mg-0.3%Sc alloy // Acta Mater. 1998. Vol. 46, № 8. P. 2789–2800.
 76. Михайловская А.В. Формирование гетерогенной структуры алюминиевых сплавов, обладающих повышенными скоростями сверхпластической деформации. 2008. 137 р.
 77. Haghayeghi R., Zoqui E.J., Eskin D.G., Bahai H. Grain refinement of an Al-10% Mg alloy by intensive shearing in the liquid state // J. Alloys Compd. 2009. Vol. 485, № 1–2. P. 807–811.
 78. 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 // Phys. Met. Metallogr. 2014. Vol. 115, № 7. P. 730–735.
 79. Mikhaylovskaya A. V., Portnoy V.K. Superplasticity of the aluminum alloys containing the Al 3Ni eutectic particles // Materwiss. Werksttech. 2012. Vol. 43, № 9. P. 772–775.
 80. Churyumov A.Y., Mikhailovskaya A.V., Kotov A.D., Bazlov A.I., et al. Development of mathematical models of superplasticity properties as a function of parameters of aluminum alloys of Al-Mg-Si system // Phys. Met. Metallogr. 2013. Vol. 114, № 3. P. 272–278.

81. Wert J. a., Paton N.E., Hamilton C.H., Mahoney M.W. Grain refinement in 7075 aluminum by thermomechanical processing // *Metall. Trans. A*. 1981. Vol. 12, № July. P. 1267–1276.
82. Горелик С.С., Добатки С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов // Москва, МИСиС. 2005. P. 431.
83. Roters F., Raabe D., Gottstein G. Work hardening in heterogeneous alloys—a microstructural approach based on three internal state variables // *Acta Mater.* 2000. Vol. 48, № 17. P. 4181–4189.
84. Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов // М., Металлургия. 1983. P. 232.
85. Ferry M., Munroe P.R. Recrystallization kinetics and final grain size in a cold rolled particulate reinforced Al-based MMC // *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 2004. Vol. 35, № 9. P. 1017–1025.
86. Jia Z., Hu G., Forbord B., Solberg J.K. Effect of homogenization and alloying elements on recrystallization resistance of Al-Zr-Mn alloys // *Mater. Sci. Eng. A*. 2007. Vol. 444, № 1–2. P. 284–290.
87. Ferry M., Humphreys F.J. The deformation and recrystallization of particle-containing {011}<100> aluminium crystals // *Acta Mater. Acta Metallurgica Inc.*, 1996. Vol. 44, № 8. P. 3089–3103.
88. Humphreys F.J., Prangnell P.B., Priestner R. Fine-grained alloys by thermomechanical processing // *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 2001. Vol. 5, № 1. P. 15–21.
89. Jazaeri H., Humphreys F.J. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys I - The deformed state // *Acta Mater.* 2004. Vol. 52, № 11. P. 3239–3250.
90. Глезер А.М., Громов В.Е. Наноматериалы, созданные путем экстремальных воздействий. 2010.
91. Добаткин С.В., Захаров В. в., Ростова Т.Д., Красильников Н.А., et al. Формирование нано-и субмикроструктурной структуры в алюминиевом сплаве Д16 в ходе интенсивной пластической деформации // *Технология легких сплавов*. 2006. Vol. 1–2. P. 62–66.
92. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные материалы: получение, структура и свойства // М. ИКЦ Академкнига. 2007. P. 398.
93. Werenskiold J.C., Roven H.J. Microstructure and texture evolution during ECAP of an AlMgSi alloy: Observations, mechanisms and modeling // *Mater. Sci. Eng. A*. 2005. Vol. 410–411. P. 174–177.
94. Ning J.L., Jiang D.M. Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al-Mg-Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature // *Mater. Sci. Eng. A*. 2007. Vol. 452–453. P. 552–557.
95. Mogucheva A., Kaibyshev R. Microstructure and Mechanical Properties of an Al-Li-Mg-Sc-Zr Alloy Subjected to ECAP // *Metals (Basel)*. 2016. Vol. 6, № 11. P. 254.
96. Leuthold J., Reglitz G., Wegner M., Wilde G., et al. Local texture-microstructure

- correlation due to deformation localization in ECAP-processed nickel // Mater. Sci. Eng. A. Elsevier, 2016.
97. Ashouri S., Nili-Ahmadabadi M., Moradi M., Iranpour M. Semi-solid microstructure evolution during reheating of aluminum A356 alloy deformed severely by ECAP // J. Alloys Compd. 2008. Vol. 466, № 1–2. P. 67–72.
 98. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов // М. Металлургия. 1986. P. 224.
 99. Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. The use of severe plastic deformation for microstructural control // Mater. Sci. Eng. A. 2002. Vol. 324, № 1–2. P. 82–89.
 100. Xu C., Horita Z., Langdon T.G. The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed using high-pressure torsion // Acta Mater. 2008. Vol. 56, № 18. P. 5168–5176.
 101. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2013. Vol. 61, № 19. P. 7035–7059.
 102. Кузнецов Р.И., Быков В.И., Чернышев В.П., Пилюгин В.П., et al. Пластическая деформация твердых тел под давлением // Препринт 4/85, ИФМ УРО АН СССР. Свердловск. СССР. 1985. Vol. 4. P. 85.
 103. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // Prog. Mater. Sci. 2008. Vol. 53, № 6. P. 893–979.
 104. Terada D., Inoue S., Tsuji N. Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process // J. Mater. Sci. 2007. Vol. 42, № 5. P. 1673–1681.
 105. Tsuji N., Saito Y., Utsunomiya H., Tanigawa S. Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process // Scr. Mater. Pergamon, 1999. Vol. 40, № 7. P. 795–800.
 106. Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N., Sakai T. Novel ultra-high straining process for bulk materials development of the accumulative roll-bonding (ARB) process // Acta Mater. 1999. Vol. 47, № 2. P. 579–583.
 107. Салищев Г.А., Галеев Р.М., Малышева С.П., Жеребцов С.В., et al. Формирование субмикроструктурной структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства // Металловедение и термическая обработка металлов. Общество с ограниченной ответственностью Фолиум, 2006. № 2. P. 19–26.
 108. Салищев Г.А., Галеев Р.М., Жеребцов С.В., Смыслов А.М., et al. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микроструктурной и субмикроструктурной структурами // Металлы. 1999. № 6. P. 84–87.
 109. Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., et al. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions // Prog. Mater. Sci. Elsevier Ltd, 2014. Vol. 60, № 1. P. 130–207.
 110. Estrin Y., Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2013. Vol. 61, № 3. P. 782–817.

111. Утяшев Ф.З., Рааб Г.И. Деформационные методы получения и обработки ультрамелкозернистых и наноструктурных материалов // Уфа Гилем, НИК Башк.энцикл. 2013. Р. 376.
112. Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Даниленко В.Н., Корзников А.В. Влияние низкотемпературной прокатки на структуру меди // Физика металлов и металловедение. 2010. Vol. 110. Р. 336–348.
113. Reza M., Pouraliakbar H. On the effect of non-isothermal annealing and multi-directional forging on the microstructural evolutions and correlated mechanical and electrical characteristics of hot-deformed Al-Mg alloy // Mater. Sci. Eng. A. Elsevier, 2016. Vol. 657. Р. 431–440.
114. Guo W., Wang Q., Ye B., Zhou H. Microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy processed by cyclic closed-die forging // J. Alloys Compd. 2013. Vol. 558. Р. 164–171.
115. Wang B., Liu C., Gao Y., Jiang Y., et al. Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Ag-Як alloy fabricated by multidirectional forging and ageing treatment // Mater. Sci. Eng. A. 2017. Vol. 702. Р. 22–28.
116. Nie K.B., Deng K.K., Wang X.J., Xu F.J., et al. Multidirectional forging of AZ91 magnesium alloy and its effects on microstructures and mechanical properties // Mater. Sci. Eng. A. 2015. Vol. 624. Р. 157–168.
117. Armstrong P.E., Hockett, J E O.D.S. LARGE DEFORMATION OF 1100 ALUMINUM AT 300 K // J. Mech. Phys. Solids. 1982. Vol. 30, № 1. Р. 37–58.
118. Montazeri-pour M., Parsa M.H., Jafarian H.R., Taieban S. Microstructural and mechanical properties of AA1100 aluminum processed by multi-axial incremental forging and shearing // Mater. Sci. Eng. A. 2015. Vol. 639. Р. 705–716.
119. Maruff H., P. N., Dharmendra S., Jayaganthan R., et al. Comparative study of Microstructure and Mechanical properties of Al 6063 alloy Processed by Multi axial forging at 77K and Cryorolling // Procedia Eng. 2014. Vol. 75. Р. 129–133.
120. Sitdikov O., Sakai T., Miura H., Hama C. Temperature effect on fine-grained structure formation in high-strength Al alloy 7475 during hot severe deformation // Mater. Sci. Eng. A. 2009. Vol. 516. Р. 180–188.
121. Nakao Y., Miura H., Sakai T. Microstructural evolution and recrystallization behavior in copper multi-directionally forged at 77 K // Advanced Materials Research. 2007. Vol. 15. Р. 649–654.
122. Padap A.K., Chaudhari G.P., Nath S.K., Pancholi V. Ultrafine-grained steel fabricated using warm multiaxial forging: Microstructure and mechanical properties // Mater. Sci. Eng. A. 2009. Vol. 527, № 1–2. Р. 110–117.
123. Wang M., Huang L., Liu W., Ma Y., et al. Influence of cumulative strain on microstructure and mechanical properties of multi-directional forged 2A14 aluminum alloy // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 674. Р. 40–51.
124. Kobayashi C., Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain development in copper during multidirectional forging at 195 K // Philos. Mag. Lett. 2007. Vol. 87, № 10. Р. 751–766.

125. Rao P.N., Singh D., Jayaganthan R. Mechanical properties and microstructural evolution of Al 6061 alloy processed by multidirectional forging at liquid nitrogen temperature // J. Mater. Elsevier Ltd, 2014. Vol. 56. P. 97–104.
126. Miura H., Maruoka T., Yang X., Jonas J.J. Microstructure and mechanical properties of multi-directionally forged Mg-Al-Zn alloy // Scr. Mater. Acta Materialia Inc., 2012. Vol. 66, № 1. P. 49–51.
127. Khani Moghanaki S., Kazeminezhad M., Loge R. Effect of concurrent precipitation on the texture evolution during continuous heating of multi directionally forged solution treated Al-Cu-Mg alloy // Mater. Charact. 2017. Vol. 131. P. 399–405.
128. Khani Moghanaki S., Kazeminezhad M., Loge R. Heating rate effect on particle stimulated nucleation and grains structure during non-isothermal annealing of multi-directionally forged solution treated AA2024 // Mater. Charact. 2017. Vol. 127. P. 317–324.
129. Aoba T., Kobayashi M., Miura H. Effects of aging on mechanical properties and microstructure of multi-directionally forged 7075 aluminum alloy // Mater. Sci. Eng. A. 2017. Vol. 700. P. 220–225.
130. ГОСТ 23677-79 Металлы. Метод и измерения по Виккерсу // Москва, ИПК Издательство стандартов, Государственный стандарт союза ССР. 1987.
131. Гост 1497-84 Металлы. Методы Испытаний На Растяжение // Москва, ИПК Издательство стандартов, Государственный стандарт союза ССР. 1986.
132. Методическая рекомендация. Определение показателей сверхпластичности // ВИЛС. 1986.
133. Масюков С.А. Влияние условий прокатки на текстуру, неоднородность выделения дисперсных фаз и рекристаллизацию сплавов АМГ6, 1420 и 1570. 204AD. 126 p.
134. Schurmann E., Geissler I.K. Phase Equilibria in the Solid Condition of Aluminum: the Magnesium-Rich Corner of the Ternary System of Aluminum-- Lithium-- Magnesium // Giessereiforschung. 1980. Vol. T.32, № 4. P. 163–174.
135. Massalski T.B. Binary alloy phase diagrams // ASM Int. 1992. Vol. 3. P. 2874.
136. Михайловская А.В., Головин И.С., Зайцева А.А., Портной В.К. ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК Mn И Cr НА КИНЕТИКУ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ПАРАМЕТРЫ ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ РЕЛАКСАЦИИ СПЛАВА Al – 4 . 9Mg // Физика Металлов И Металловедение. 2013. Vol. 114, № 3. P. 268–278.
137. Kang H., Li X., Su Y., Liu D., et al. 3-D morphology and growth mechanism of primary Al₆Mn intermetallic compound in directionally solidified Al-3at.%Mn alloy // Intermetallics. 2012. Vol. 23. P. 32–38.
138. Zhu Y. Characterization of beta phase growth and experimental validation of long term thermal exposure sensitization of AA5XXX alloys: a dissertation submitted to the faculty of The University of Utah in partial fulfillment of the requirements for the degree of. 2013. № May. P. 116.
139. Novikov I.I., Portnoy V.K., Levchenko V.S., Nikiforov A.O. Subsolidus superplasticity of aluminium alloys // Mater. Sci. Forum. 1997. Vol. 243–245. P. 463–468.

140. Zhang K.F., Yan H.H. Deformation behavior of fine-grained 5083 Al alloy at elevated temperature // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. The Nonferrous Metals Society of China)*, 2009. Vol. 19, № SUPPL. 2. P. s307–s311.
141. Liao W., Ye B., Zhang L., Zhou H., et al. Microstructure evolution and mechanical properties of SiC nanoparticles reinforced magnesium matrix composite processed by cyclic closed-die forging // *Mater. Sci. Eng. A*. 2015. Vol. 642. P. 49–56.
142. Nie K.B., Deng K.K., Wang X.J., Xu F.J., et al. Multidirectional forging of AZ91 magnesium alloy and its effects on microstructures and mechanical properties // *Mater. Sci. Eng. A*. 2015.
143. Engler O., Miller-Jupp S. Control of second-phase particles in the Al-Mg-Mn alloy AA 5083 // *J. Alloys Compd. Elsevier B.V*, 2016. Vol. 689. P. 998–1010.
144. Lucadamo G., Yang N.Y.C., Marchi C.S., Lavernia E.J. Microstructure characterization in cryomilled Al 5083 // *Mater. Sci. Eng. A*. 2006. Vol. 430, № 1–2. P. 230–241.
145. Engler O., Kuhnke K., Westphal K., Hasenclever J. Impact of chromium on the microchemistry evolution during solidification and homogenization of the Al-Mg alloy AA 5052 // *J. Alloys Compd. Elsevier B.V*, 2018. Vol. 744. P. 561–573.
146. Engler O., Liu Z., Kuhnke K. Impact of homogenization on particles in the Al-Mg-Mn alloy AA 5454-Experiment and simulation // *J. Alloys Compd.* 2013. Vol. 560. P. 111–122.
147. Yi G., Sun B., Poplawsky J.D., Zhu Y., et al. Investigation of pre-existing particles in Al 5083 alloys // *J. Alloys Compd. Elsevier B.V*, 2018. Vol. 740. P. 461–469.
148. Sitdikov O., Garipova R., Avtokratova E., Mukhametdinova O., et al. Effect of temperature of isothermal multidirectional forging on microstructure development in the Al-Mg alloy with nano-size aluminides of Sc and Zr // *J. Alloys Compd. Elsevier B.V.*, 2018.
149. Jandaghi M.R., Pouraliakbar H. Study on the effect of post-annealing on the microstructural evolutions and mechanical properties of rolled CGPed Aluminum-Manganese-Silicon alloy // *Mater. Sci. Eng. A. Elsevier*, 2017. Vol. 679, № August 2016. P. 493–503.
150. Nes E. Primary Recrystallization in Two-phase Alloys. *Mater. Sci. Technol.*, 2001. 7850-7854 p.
151. Churyumov A.Y., Mikhaylovskaya A. V., Bazlov A.I., Tsarkov A.A., et al. Influence of Al₃Ni crystallisation origin particles on hot deformation behaviour of aluminium based alloys // *Philos. Mag. Taylor & Francis*, 2017. Vol. 97, № 8. P. 572–590.
152. Manohar P.A., Ferry M., Chandra T. Five Decades of the Zener Equation. // *ISI Int.* 1998. Vol. 38, № 9. P. 913–924.
153. Smith C.S. Grains, Phases, and Interfaces—An Interpretation of Microstructure. // *Met. Mater. Trans. A*. 1948. № 175. P. 15.
154. Sitdikov O., Garipova R., Avtokratova E., Mukhametdinova O., et al. Effect of temperature of isothermal multidirectional forging on microstructure development in the Al-Mg alloy with nano-size aluminides of Sc and Zr // *J. Alloys Compd. Elsevier B.V*, 2018. Vol. 746, № March. P. 520–531.

155. Xu X., Zhang Q., Hu N., Huang Y., et al. Using an Al – Cu binary alloy to compare processing by multi-axial compression and high-pressure torsion // *Mater. Sci. Eng. A*. 2013. Vol. 588. P. 280–287.
156. Hao Huang J.Z. Microstructure and Mechanical properties of AZ31 magnesium alloy processed by multi-directional forging at different temperatures // *Mater. Sci. Eng. A*. 2016. Vol. 674. P. 52–58.
157. Sitdikov O.S., Avtokratova E. V, Mukhametdinova O.E., Garipova R.N., et al. Effect of the Size of Al₃(Sc,Zr) Precipitates on the Structure of Multi-Directionally Isothermally Forged Al-Mg-Sc-Zr Alloy // *Phys. Met. Metallogr.* 2017. Vol. 118, № 12. P. 1215–1224.
158. Reza Jandaghi M., Pouraliakbar H., Khanzadeh Gharah Shiran M., Khalaj G., et al. On the effect of non-isothermal annealing and multi-directional forging on the microstructural evolutions and correlated mechanical and electrical characteristics of hot-deformed Al-MgAlloy // *Mater. Sci. Eng. A*. 2016. Vol. 657. P. 431–440.
159. Asadi S., Kazeminezhad M. Multi Directional Forging of 2024 Al Alloy After Different Heat Treatments: Microstructural and Mechanical Behavior // *Trans. Indian Inst. Met.* Springer India, 2017. Vol. 70, № 7. P. 1707–1719.
160. Глезер А.М., Андриевский Р.А. Прочность наноструктур // *УФН*. 2009. № 4. P. 337–358.
161. Sitdikov O., Sakai T., Goloborodko A., Miura H., et al. Effect of Pass Strain on Grain Refinement in 7475 Al Alloy during Hot Multidirectional Forging // *Mater. Trans.* 2004. Vol. 45, № 7. P. 2232–2238.
162. Khani Moghanaki S., Kazeminezhad M., Logé R. Mechanical behavior and texture development of over-aged and solution treated Al-Cu-Mg alloy during multi-directional forging // *Mater. Charact. Elsevier*, 2018. Vol. 135, № November 2017. P. 221–227.
163. Dashti A., Shaeri M., Taghiabadi R., Djavanroodi F., et al. Microstructure, Texture, Electrical and Mechanical Properties of AA-6063 Processed by Multi Directional Forging // *Materials (Basel)*. 2018. Vol. 11, № 12. P. 2419.
164. Kishchik M.S., Mikhaylovskaya A. V., Kotov A.D., Mosleh A.O., et al. Effect of multidirectional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al-Mg-Mn alloy // *Materials (Basel)*. 2018. Vol. 11, № 11.
165. TANAKA H., MINODA T. Mechanical properties of 7475 aluminum alloy sheets with fine subgrain structure by warm rolling // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2014. Vol. 24. P. 2187–2195.