

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

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

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук

Михайловская Анастасия Владимировна

Научный консультант: доктор технических наук,

профессор Портной Владимир Кимович

Москва, 2019

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. На сегодняшний день темпы развития промышленности предъявляют всё более высокие требования к материалам, что создаёт необходимость в разработке новых материалов и технологий получения полуфабрикатов и готовых изделий с улучшенным комплексом свойств. В промышленности широко используют алюминиево–магниевые сплавы (магналии), входящие в группу термически неупрочняемых деформируемых алюминиевых сплавов. Полуфабрикаты из этих сплавов имеют высокую коррозионную стойкость, но, по сравнению с термически упрочняемыми сплавами, относительно невысокие прочностные характеристики. Актуальной задачей является повышение механических свойств магналиев – предела прочности, предела текучести, относительного удлинения, а также показателей сверхпластичности, что возможно реализовать за счет измельчения зерна.

Сверхпластическая формовка (СПФ) позволяет повысить надежность получаемых деталей, так это позволит снизить количество сварных швов и заклепок, что важно в авиастроении. Основное требование к сверхпластичному материалу – мелкозернистая структура менее 10 мкм. Классические методы деформационной обработки в традиционных магналиях и отжига позволяют достигать размера зерна 10–15 мкм, но стоит отметить, что при такой структуре реализуемая скорость формовки обычно не велика, менее $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$: изготовление детали не сложной геометрии будет занимать значительное время. Существенное уменьшение размера зерна возможно благодаря интенсивной пластической деформации, для чего применяют разные методы, например, равноканальное угловое прессование, кручение под гидростатическим давлением, аккумулятивную прокатку, сварку трением с перемешиванием, всестороннюю ковку. Для промышленного применения сегодня наиболее перспективной и простой можно считать всестороннюю ковку, позволяющую получать заготовки технически значимых размеров на промышленных мощностях.

Учитывая вышеизложенного, были сформированы цели и задачи данного исследования.

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

Для достижения поставленной цели решали 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 осадки (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 подтверждается участием соискателя в таких проектах как:

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 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 термдеформационной 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 микрозеренной структуры в листах сплава системы Al–Mg, обеспечивающая повышение механических свойств за счёт образования более равноосной микрозеренной структуры.
5. Разработана и защищена Ноу-Хау №39–013–2016 ОИС от «15» ноября 2016 г.: Технология получения равноосной микрозеренной 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.

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 металлословов–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 15 публикациях и изданиях.

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 научному консультанту 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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ сформулирована актуальная задача выполненной научной работы, сформированы основные цели, задачи, приведены положения, выносимые на защиту, сформирована научная новизна и практическая значимость данной диссертации.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ рассмотрена система Al–Mg, сплавы этой системы, влияние примесей и т.д. Проанализировано влияние состава на свойства сплавов типа магналии. Описано явление сверхпластичности в алюминиевых сплавах и основные требования для получения высоких показателей этого феномена. Подробно проанализированы основные методы получения ультрамелкозернистой структуры, включающие в себя торможение роста зерна, создание мест предпочтительного зарождения центров рекристаллизации, холодную деформацию с последующей статической рекристаллизацией и интенсивную пластическую деформацию. Рассмотрены основные методы интенсивной пластической деформации. Наиболее подробно рассмотрена всесторонняя изотермическая ковка, её влияние на микроструктуру и свойства промышленных сплавов. Сделаны выводы по обзору литературы.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ описан исследуемый материал и основные методики. Объектом исследования служил промышленно выпускаемый Самарским металлургическим заводом коррозионностойкий термически неупрочняемый сплав 1565ч, состав которого Al-5.7%Mg-0.81%Mn-0.67%Zn-0.09%Zr-0.07%Cr-0.04%Ti (0.3% Fe+Si). Материалом для исследований являлись горячекатаные листы различной толщины, холоднокатаные листы, полученные на Самарском металлургическом заводе, а также слитки этого сплава с размерами 20×40×104 мм³ и 28×110×200 мм³, полученные в лабораторных условиях. Для приготовления 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 графитошамотном тигле.

Разливку расплава проводили в медные водоохлаждаемые изложницы – методом наполнительного (слитки толщиной 20 мм) и полунепрерывного (слитки толщиной 28 мм) литья.

Термическую обработку образцов исследуемых сплавов 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 К. 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.

Пластическую деформацию проводили на лабораторном прокатном стане марки УСП 133 с диаметром валков 200 мм. Пластическую деформацию образцов методом всесторонней изотермической осадки 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 °С. 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

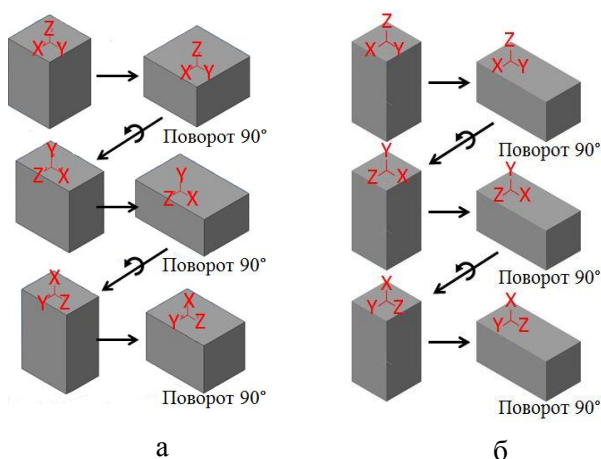


Рис. 1 – Схемы изменения геометрии образцов в процессе всесторонней изотермической осадки: с логарифмической деформацией 0,5 (а) и 0,7 (б) за одну деформационную операцию

(рис. 1, 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 поворачивался 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 5 полных циклов всесторонней изотермической осадки. Для физического моделирования процессов осадки использовали комплекс физического моделирования Gleeble 3800. Образцы зажимали между плоскими бойками прямоугольной формы в закрытом штампе. Для контроля температуры к образцам приваривали термопару.

Анализ микроструктуры проводили при помощи световой микроскопии (СМ) на микроскопе Axiovert 200MMat, просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEOL JEM 2010, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA с приставкой для энергодисперсионного анализа (EDS) и дифракции

время осадки использовали специальные ограничители и штампы, позволяющие получать заведомо известные размеры образцов и контролировать степень деформации на каждом этапе. Были реализованы две основные схемы, в результате которых форма и размеры образцов возвращались к исходным.

Реализованные схемы накапливали за одну осадку 0,5 и 0,7 истинной деформации и 1,5 и 2,1 за полный цикл соответственно. В случае первой схемы (рис. 1, а) деформация шла по трем осям за каждую осадку. В случае второй схемы

обратно рассеянных электронов (EBSD). Шлифы готовили на установке Struers LaboPol методом механического шлифования, полирования с окончательной полировкой в суспензии на основе коллоидного кремнезема и электролитической полировкой в хлорно-спиртовом электролите 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. Шлифы анализировали в продольно-толщинном сечении листа или в боковой грани осаженного образца. Образцами для ПЭМ служили фольги, полученные из образцов исследованного материала. Пластины механическим шлифованием утоняли до толщины 0,25 мм, вырубали из них диски диаметром 3 мм и электролитически, с помощью электролита 20% HClO_4 + 80% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ утоняли и полировали дальше в приборе приготовления фольг Struers TenuPol-5.

Температуру солидуса сплава определяли при помощи дифференциального термического анализа на калориметре «Setaram Labsys DSC 1600». Объектами исследования служили образцы размером (3 × 3 × 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.

Для определения температуры начала рекристаллизации методом механической спектроскопии использовали динамический механический анализатор ДМА Q800 TA Instruments в режиме вынужденных изгибных колебаний на образцах размером (60–30)×(8–10)×(1–2) мм.

Для комплексного фазового анализа использовали рентгеновский дифрактометр Bruker D8 ADVANCE. Величину твердости определяли по методу Виккерса на автоматизированном универсальном твердомере Wolpert 930 по ГОСТ 23677 – 79.

Механические свойства при комнатной температуре определяли при помощи универсальной испытательной машины Zwick Z250 по ГОСТ 1497–84 со скоростью деформирования 4 мм/мин.

Для проведения механических испытаний при повышенных температурах и определения показателей сверхпластичности образцов в разных температурно-скоростных условиях, используя универсальную разрывную машину Walter Bay LFM100. Обработка данных включала вычисление следующих параметров: показатель m , определяемый как производная по результатам испытаний со скачковым изменением скорости растяжения, напряжение течения и относительное удлинение при разных постоянных скоростей деформации.

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние гетерогенизационного отжига (ГО) на структуру и свойства алюминиевого сплава 1565ч. Исходная структура горячекатанной плиты – зерна, вытянутые в виде волокон вдоль оси деформации. Как показали результаты EBSD анализа, сплав имел частично рекристаллизованную структуру с долей рекристаллизованного объема около 9%. В структуре в исходном состоянии наблюдали грубые, размерами от 1 до 20 мкм, частицы избыточных фаз, кристаллизационного происхождения, содержащие по результатам энерго-дисперсионного анализа в СЭМ алюминий, железо, кремний, марганец и хром. Помимо основной фазы, алюминиевого твердого раствора, наблюдали фазу Al_6Mn с орторомбической решеткой, β -фазу Al_3Mg_2 с гексагональной решеткой. Известно, что ГО для измельчения зерна применяют к термически упрочняемым сплавам, у которых упрочняющую фазу выделяют в размерах 0,5–2 мкм. Эти частицы после холодной деформации, собирая вокруг себя повышенную плотность дислокаций, являются местами образования дополнительных новых рекристаллизованных зерен. В работе была поставлена задача изучить возможность использования β -фазы как фазы,

способствующей повышению плотности дислокаций во время холодной деформации, что в результате поможет увеличить количество мест образования рекристаллизованных зерен.

С целью определения оптимального режима исследовали влияние времени выдержки и температуры ГО перед холодной прокаткой на микроструктуру и свойства рекристаллизованного сплава 1565ч. Листы получали по технологии включающей горячую и холодную прокатку с промежуточным ГО в интервале температур 130–280 °С в течение 6, 12 и 24 часов при каждом режиме (рис. 2). Температуры выбирали, ориентируясь на температуру сольвуса сплава, по литературным данным, результатам термического анализа.

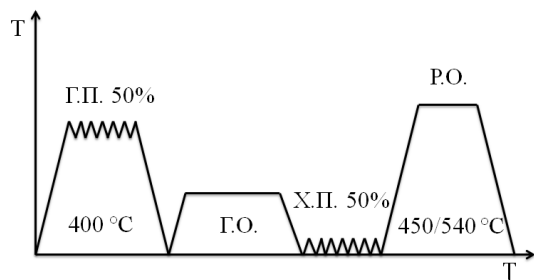


Рисунок 2 – Технологическая схема получения образцов: Г.П. – горячая прокатка при 400 °С, Г.О. – гетерогенизационный отжиг, Х.П. – холодная прокатка, Р.О. – рекристаллизационный отжиг

наибольшей доли частиц при этой температуре размером больше критического для рентгенофазового анализа.

По данным микроскопических методов после ГО при температуре ГО 130 °С вне зависимости от времени выдержки, β – фаза выделяется преимущественно гетерогенно, по границам зёрен. При температуре 180 °С с увеличением времени выдержки до 24 часов количество частиц β –фазы увеличивается и она распределяется более равномерно. После 6 часов отжига при 230 °С наблюдается большая плотность частиц β – фазы, равномерно распределенной в матрице, и при дальнейшем увеличении времени выдержки видимых изменений в структуре не происходит. Изменения структуры после ГО 250 °С аналогичны температуре 230 °С, а при ГО 280 °С наблюдается растворение (уменьшение количества) частиц β –фазы.

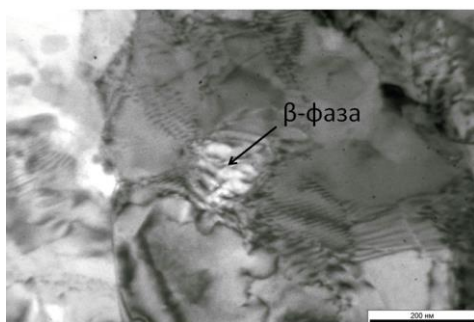


Рис. 3 – Выделенные ГО частицы β –фазы в окружении дислокаций после холодной деформации в сплаве 1565ч (ПЭМ).

После ГО и последующей холодной деформации методом ПЭМ выявлено присутствие повышенного количества дислокаций вокруг выделенных частиц β –фазы (рис. 3).

Образцы после ГО при разных температурах и временах выдержки, прокатанные при комнатной температуре с обжатием 50 или 83%, подвергали рекристаллизационному отжигу при температуре 450 °С в течение 20 мин и анализировали зеренную структуру. Зависимости размера рекристаллизованного зерна от времени выдержки при разных температурах ГО представлены на рис. 4.

Размер рекристаллизованного зерна не зависит от времени ГО 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 ГО до 24 часов при температуре 180 °С, при этом в структуре

наблюдали однородно распределенные частицы β -фазы. Использование в технологической цепочке ГО в течение 6 часов при температуре 230-250 °С позволяет сформировать зерно наименьшего размера – 16,6 мкм, дальнейшее увеличение времени выдержки при ГО приводит к увеличению размера конечного рекристаллизованного зерна, что, вероятно, связано с огрублением частиц β -фазы и увеличением расстояния между ними.

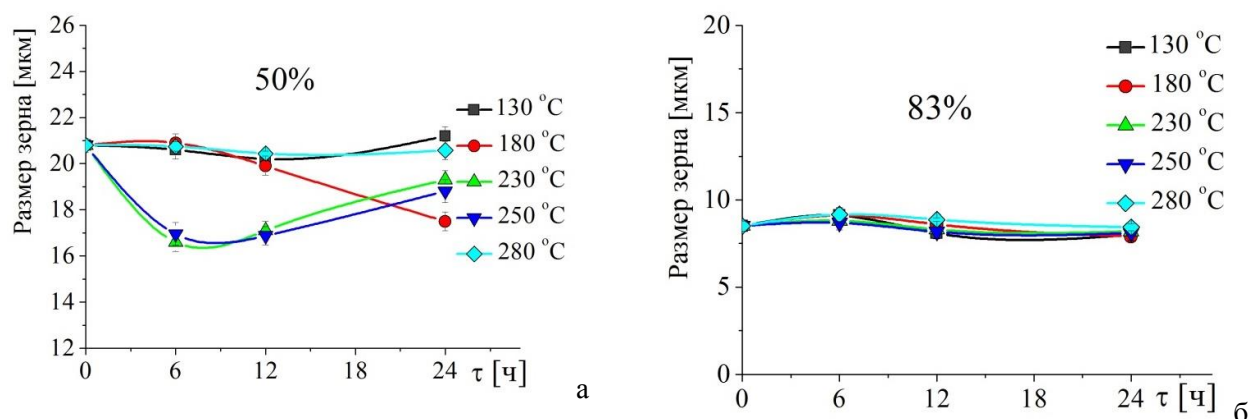


Рисунок 4 – Зависимости среднего размера зерен рекристаллизованных образцов при 450 °С от времени выдержки при разных режимах гетерогенизационного отжига и последующей холодной прокатки с обжатиями 50% (а) и 83% (б)

При увеличении степени холодной деформации до 83% ГО слабо сказывается на рекристаллизованной структуре. Зерно размером около 9 мкм формируется при любом режиме гетерогенизации и без нее. Это, вероятно, связано с общей высокой плотностью дислокаций в материале в результате значительной степени холодной деформации сплава с высоким содержанием магния. При этом, отметим, что обжатия при холодной прокатке более 50% редко применяются в промышленном производстве сплава.

Для оценки влияния ГО на зеренную структуру при степенях деформации менее 50% были получены листы по 4 технологическим схемам: включающим холодную прокатку с обжатиями 17 и 25% без ГО и с предварительным ГО при 230 °С в течении 6 часов. Прокатка с обжатием 17% не зависимо от использования предварительного ГО и последующего рекристаллизационного отжига при 450 °С приводит к неоднородной структуре. Микроструктура после прокатки с 25% деформации и отжига при 450 °С полностью рекристаллизованная, но зерно неравноосной формы, вытянуто в направлении прокатки. При 25% прокатке благодаря ГО достигается некоторое уменьшение среднего размера зерна в продольном направлении с 27 до 23 мкм и, соответственно, увеличивается его равноосность – коэффициент формы 2.1 при использовании отжига против 2.5 в случае режима без отжига.

На образцах, полученных по разным режимам обработки с обжатиями до 50%, определили механические свойства при комнатной температуре в поперечном прокатке направлении после рекристаллизационного отжига (табл. 1). Выбор такого направления вырезки образцов обусловлен требованиями определения минимальных гарантированных значений относительного удлинения.

Таблица 1 – Механические свойства листов в поперечном направлении по отношению к холодной прокатке и после 20 минут отжига при 450 °С

Технология получения	Продольный размер зерна, мкм	Коэф. Формы зерна	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
1.1 (17% Х.П. без гет. отжига)	част. рекристал. стр-ра	—	205±5	370±5	16,4±0,5
2.1 (17% Х.П. с гет. отжигом)	част. рекристал. стр-ра	—	200±5	375±5	16,7±0,2
1.2 (25% Х.П. без гет. отжига)	26,7±0,2	2,5	165±5	355±5	17,9±0,3
2.2 (25% Х.П. с гет. отжигом)	23,1±0,1	2,1	165±5	355±5	19,9±0,3
1.3 (50% Х.П. без гет. отжига)	20,8±0,3	1,8	170±5	350±5	21,2±0,2
2.3 (50% Х.П. с гет. отжигом)	16,6±0,4	1,3	175±5	350±5	23,5±0,4
Промышленная технология	34,7±1,6	2,2	150	360	21

Как видно из таблицы 1, ГО 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 в листах, полученных с 17 % холодной деформации результат практически

нерекристаллизованной зеренной структуры. При одинаковых значениях предела прочности предел текучести мелкозернистой заготовки на 25–27 МПа выше и относительное удлинение также несколько выше, чем у листа, полученного по промышленной технологии. Таким образом, включение в технологическую схему ГО эффективно влияет на микроструктуру и механические свойства конечного листа.

Для образцов толщиной 3-5 мм с микрозеренной структурой, размером зерен 9-10 мкм, полученных по режимам, включающих холодную прокатку с промежуточным ГО между обжатиями, определяли показатели сверхпластичности и проводили сверхпластическую формовку модельного образца. Для сравнения был испытан промышленный сплав AA5083sp, используемый для промышленной формовки фирмой «ALU SPF» (рис.5). Оба сплава относятся к группе сплавов с подсолидусной сверхпластичностью, поэтому лучшие показатели сверхпластичности можно ожидать при температуре 0,95–0,97 $T_{пл}$. Результаты испытаний со скачковым повышением скорости деформации при температуре 0,97 $T_{пл}$ (540 °С) представлены на рис. 5а. 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 $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

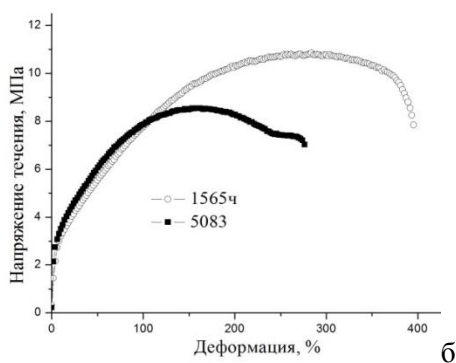
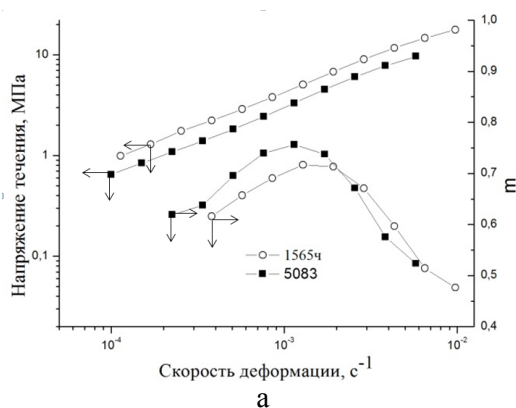


Рис. 5 – Зависимость напряжения течения и показателя скоростной чувствительности m сплавов 1565ч и AA5083 от скорости деформации при испытаниях со скачковым повышением скорости деформации (а) и от степени деформации при испытаниях с постоянной скоростью деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (б) при 0,97 $T_{пл}$



Рис. 6 – Детали куполообразной формы из 5 мм листа сплава 1565ч, полученного методом сверхпластической формовки

сверхпластической формовкой из листов толщиной 5 мм. Деталь, с максимальной деформацией полностью воспроизводит гравюру матрицы.

Для листа толщиной 5 мм, полученного по режиму, включающему холодную прокатку на 30 %, ГО 230 °С в течение 6 часов и последующую холодную прокатку еще на 30 %, получено относительное удлинение в 230 % при скорости $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, напряжение течения при этом также достаточно низкое, около 7 МПа, чего достаточно для формообразования простой детали куполообразной формы, являющейся прототипом торцевой части цистерны. Давление аргона не превысило 0,5 МПа (5,2 атм.), а время получения полной детали составило 4 минуты 15 секунд. Рис. 6 демонстрирует детали, полученные

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ, раздел 1, рассмотрена эволюция микроструктуры сплава 1565ч в процессе всесторонней изотермической осадки в интервале температур 200–500 °С. Размер зерна в сплаве после гомогенизации определяли методом случайных секущих и он составил $89,7 \pm 6,7$ мкм.

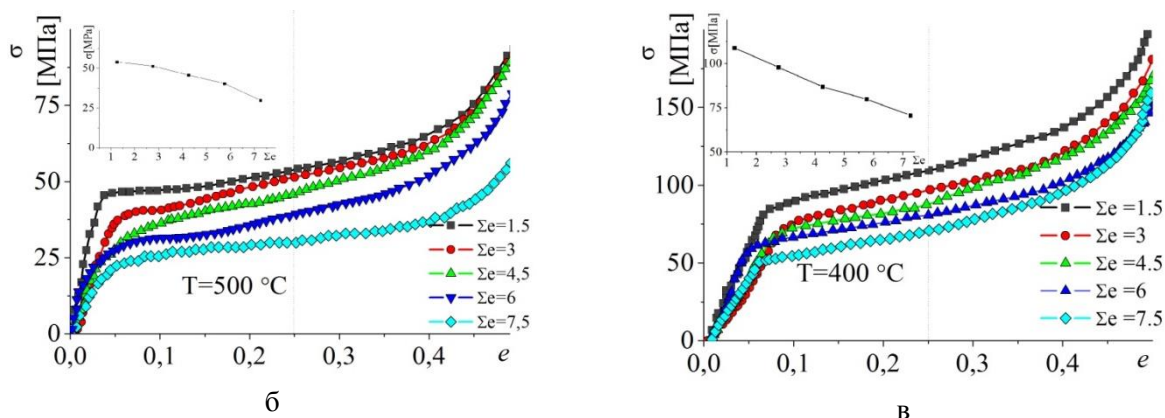


Рис. 7– Средний размер зерна в приповерхностном слое после ВИО при 500 °С и 400 °С (а); зависимость напряжения от деформации после ВИО при 500 °С (б); зависимость напряжения от деформации после ВИО при 400 °С (в)

В разделе 1 описаны результаты по схеме всесторонней изотермической осадки, при которой за одну осадочную операцию накапливается 0,5 логарифмической деформации и 1,5 за один полный цикл (три осадки по каждой из осей) с возвращением к исходным размерам образца. Максимально накопленная деформация из пяти циклов составляла 7,5. Скорости деформации $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.

Зависимости напряжения от деформации (рис. 7) показывают типичный вид кривых, соответствующих горячей деформации, когда резкий наклёп сменяется устойчивой стадией течения, которая может быть результатом динамического возврата, полигонизации и динамической рекристаллизации.

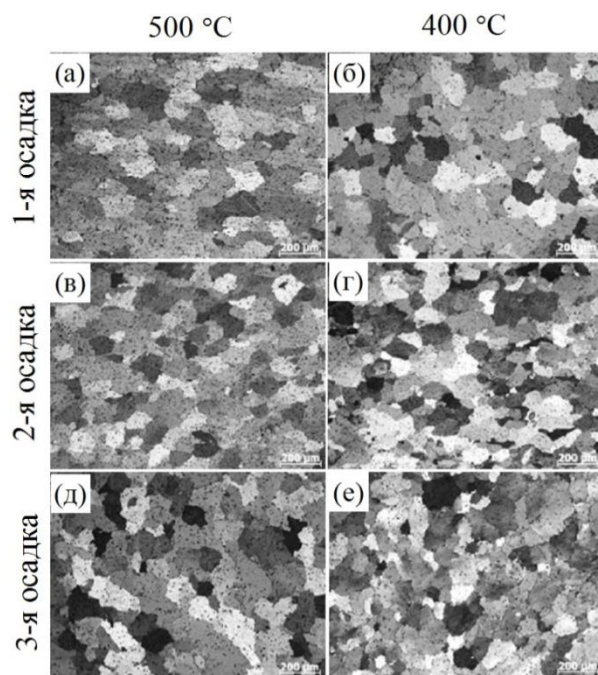


Рис. 8 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после одного полного цикла: первая осадка по оси Z (а, б), вторая по оси Y (в, г), третья – по оси X (д, е)

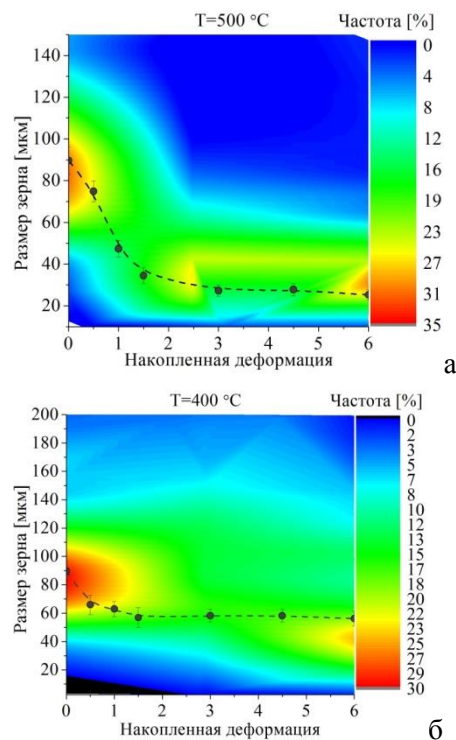


Рис. 9 – Распределение значений размеров зерен после ВИО при 500°С (а) и 400 °С (б). Пунктиром обозначен средний размер зерна

Эволюция микроструктуры в приповерхностном слое после первых трех осадок с $\epsilon=0,5$ (один цикл) при скорости $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ представлена на рис. 8. Размер зерна (рис. 9), как в случае деформации при 500°С, так и при 400°С, с увеличением числа осадок, сначала снижается, а затем меняется слабо. Размер зерна при 500 °С уменьшается с $89,7 \pm 6,7$ мкм до $74,9 \pm 5,0$ мкм, после второй осадки до $47 \pm 4,0$ мкм, после третьей осадки до $34,5 \pm 3,8$ мкм. При 400 °С 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 измельчение зерна незначительно: 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 $89 \pm 4,5$, после второго цикла – $90 \pm 7,4$ и после пятого – $93 \pm 2,5$. При обеих температурах осадки зерна, в основном, сохраняли равноосную форму с коэффициентом формы около 0,85. Из анализа графика распределения зерен по размерам (рис.9) в приповерхностном слое видно, что измельчение зерна происходит нелинейно: после второго, третьего и четвертого цикла размер зерна стабилизировался, а после пятого наблюдается заметное измельчение. 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.

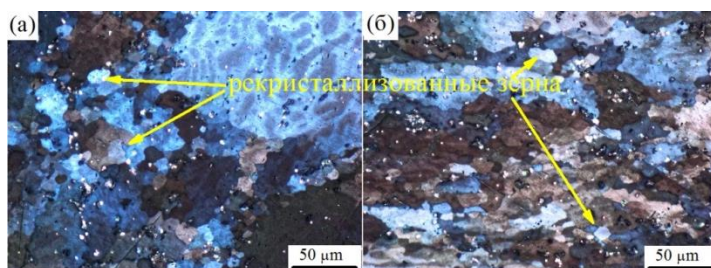


Рис. 10 – Бимодальная структура образца в центре объема после двух (а) и четырех (б) циклов ВИО при 500 °С

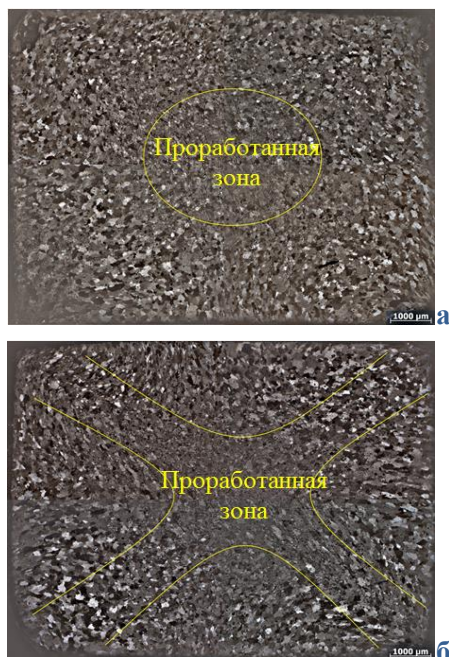


Рис. 11 – Структура образцов в срединном продольном сечении после двух (а) и четырех(б) полных циклов ВИО при 500 °С

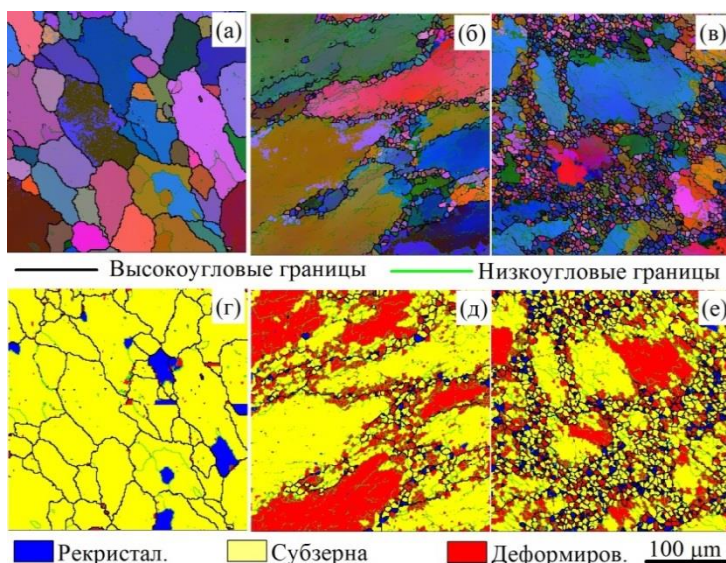


Рис. 12 – Микроструктуры образцов и распределения зерен по размерам, полученные методом EBSD анализа: исходная (а,г); после двух циклов (б,д); после четырех циклов (в,е)

Анализ микроструктуры в центральном сечении свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации, что видно из рис. 10, на котором представлена бимодальная структура из-за образования новых мелких зерен по

границам исходных после двух и четырех циклов ВИО при 500 °С.

С увеличением числа циклов увеличивается доля новых зерен: динамическая рекристаллизация проходит более полно. Размер новых рекристаллизованных зерен в центре с увеличением количества циклов фактически не изменяется: $10,4 \pm 0,5$ мкм после двух циклов и $10,2 \pm 0,4$ мкм после четырех полных циклов. При осадке со сменой оси проработанная центральная зона постоянно увеличивается с повышением количества циклов, о чем свидетельствует появление новых мелких зерен.

На рис. 11 показана макроструктура всего образца в срединном сечении после двух и четырех полных циклов ВИО при 500 °С. Размер зерна закономерно увеличивается от центра к поверхности. Это связано с наличием в образце застойных зон по периферии, где деформация меньше, чем в центре.

Как и в случае 500 °С, в образцах после осадки при 400 °С наблюдается подобная неоднородность: в

центре образца более сильное измельчение зерен, чем в приповерхностном слое (рис. 12). В образце после двух полных циклов ВИО увеличивается центральная зона: на первичных границах образуется большое количество рекристаллизованных зерен размером 2–3 мкм (рис. 12б, д). Увеличение количества циклов до четырех приводит к образованию большого количества новых мелких зерен с углами разориентировки больше 15° и, соответственно, к уменьшению доли субзерен и

некоторому размытию текстуры. Таким образом, по результатам EBSD анализа видно, что с увеличением накопленной деформации растут неоднородность структуры и количество новых рекристаллизованных мелких зерен.

В случае снижения температуры ВИО до 300 °С и 200 °С наблюдаются отличия в структуре от предыдущих температур. Основная причина различий заключается в том, что вышеописанные температуры находятся ниже температуры рекристаллизации.

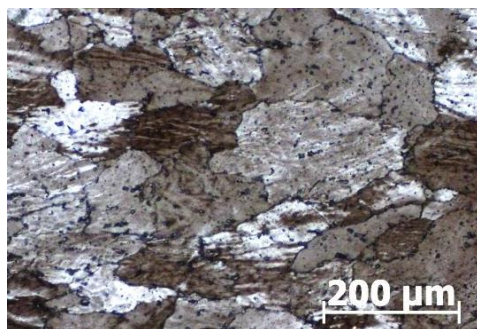


Рис. 13 – Структура приповерхностного слоя образца после одного полного цикла ВИО при 300 °С

После первой осадки при 300 °С в теле некоторых зерен в поляризованном свете наблюдаются деформационные искажения, имеющие другой цветовой оттенок и, как следствие, другую ориентировку кристаллической решетки. После третьей осадки первого цикла (рис. 13) в теле зерна видны полосы деформации. В этих полосах локализована сдвиговая деформация, из-за чего имеют место развороты решетки и при окисдировании изменяется их цвет. Такие полосы разбивают зерна на фрагменты. 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 все больше. При понижении температуры ВИО до 200 °С плотность полос и их разориентированность гораздо выше, чем при 300 °С.

В процессе ВИО как при 300 °С, так и при 200 °С происходит постоянное упрочнение материала вследствие роста плотности дислокаций (Рис. 14). В процессе пятого цикла ($\Sigma \epsilon = 7.5$) 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, что типично для динамической полигонизации.

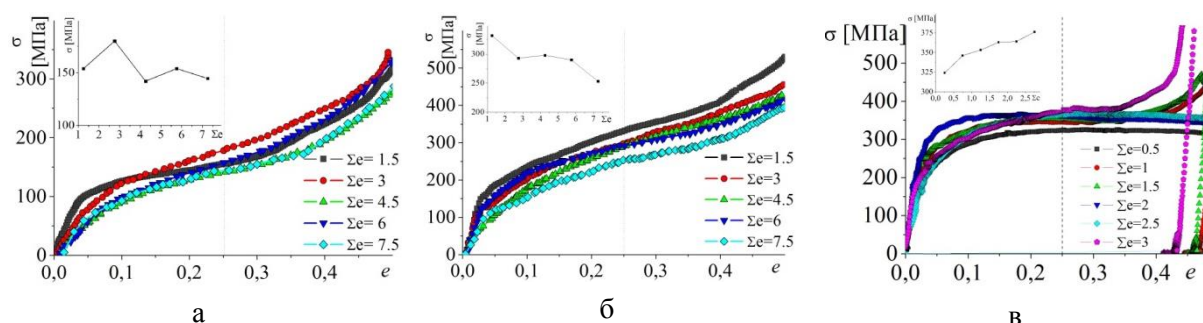


Рис. 14 – Графики зависимости напряжения от степени деформации в процессе ВИО при: скорости деформации $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре 300 °С (а); скорости деформации $6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре 200 °С (б); скорости деформации $1 \times 10^1 \text{ с}^{-1}$ и температуре 200 °С (в)

Срединный слой представлен зеренной структурой, в которой сдвиговые полосы деформации наблюдаются во всех зернах при большом увеличении видно, что эти полосы имеют средний размер 1.4 мкм и заполняют почти весь объем материала. Также наблюдается

множественное пересечение этих полос одна с другой. В срединном слое после двух и четырех полных циклов ВИО наблюдаются разнонаправленные деформационные зоны.

Для оценки влияния ВИО на измельчение зерна в конечном полуфабрикате, образцы после осадок подвергали рекристаллизационному отжигу при 500 °С в течение 20 минут. 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.

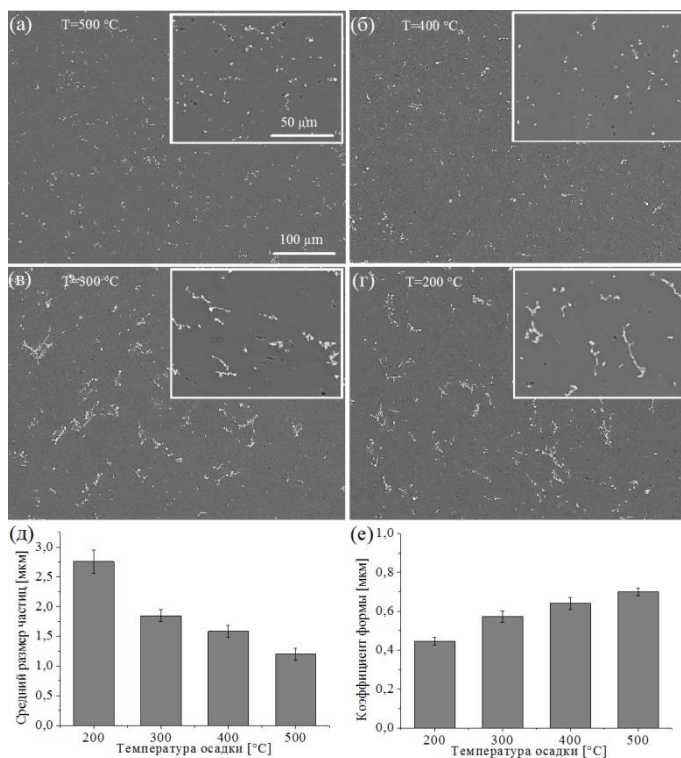


Рис. 15 – Микроструктуры образцов после четырех циклов всесторонней изотермической осадки ($\Sigma e = 6$) при 500 °С (а), 400 °С (б), 300 °С (в) и 200 °С; средний размер частиц вторых фаз (д) и коэффициент формы частиц (е) в зависимости от температуры всесторонней изотермической ковки

зерен, при этом, дислокационная структура так же неоднородна, как и зеренная. Средний размер частиц дисперсоидов уменьшился со 108 ± 22 нм до 78 ± 11 нм, и слабо зависел от температуры деформации при $\Sigma e = 3$.

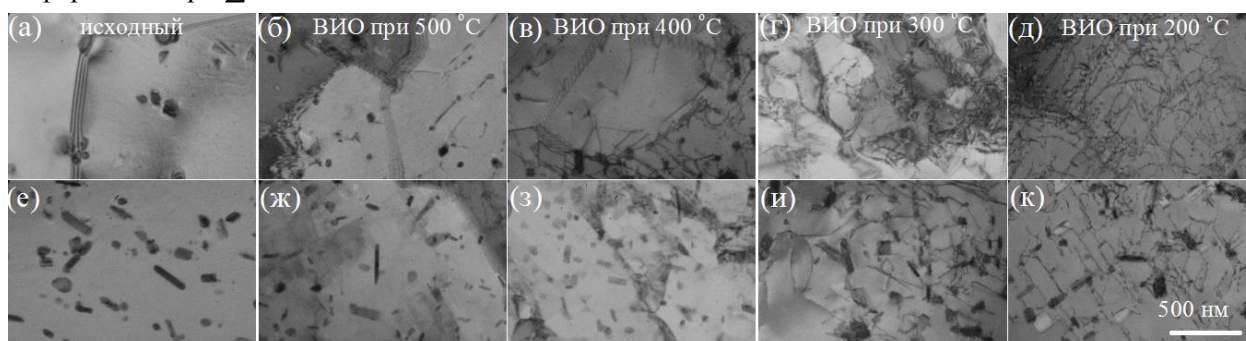


Рис. 16 – Дислокационная структура исходного образца (а, е) и образцов, подвергнутых ВИО с общей степенью деформации $\Sigma e = 3$ при температуре 500 °С (б, ж), 400 °С (в, з), 300 °С (г, и) и 200°С (и, к)

Для оценки влияния ВИО на получение микрозеренной структуры в листовых полуфабрикатах были реализованы пять технологических схем их получения, включающие ВИО

при 200 °С и 400°С и без ВИО (таб. 2). Схема А1 являлась контрольной, не содержащей ВИО, и листы по этой технологии прокатывали из горячекатаной промышленной плиты по стандартной промышленной технологии.

Таблица 2 – 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, $e=0.69$

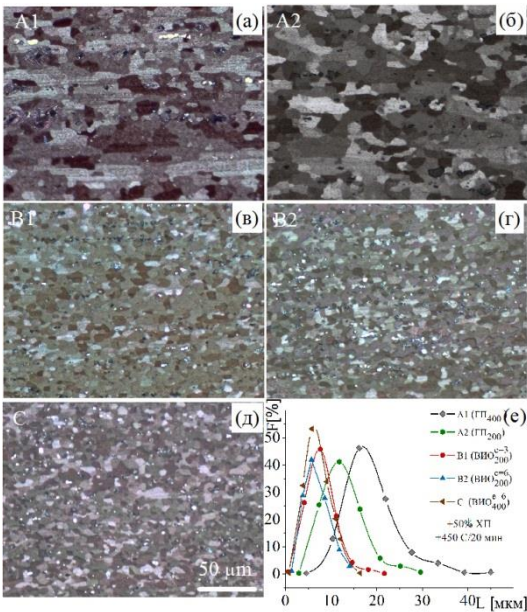


Рисунок 17 – Микроструктуры полученных листов после рекристаллизационного отжига 450 °С 20 минут: (а) схема А1, (б) схема А2, (в) схема В1, (з) схема В2, (д) схема С и (е) зависимость частотного распределения (F) от размера зерна (L) в полученных листах

Все полученные листы были подвергнуты рекристаллизационному отжигу при 450 °С в течение 30 минут (рис. 17а–д). В случае применения ВИО (Схема В (рис. 17в, г) и С (рис. 17д)) вместо горячей или теплой прокатки наблюдается более мелкозернистая структура: увеличивается доля мелких зерен, а их средний размер уменьшается с 10–15 до 5 мкм (рис. 17е и табл. 3). Примечательно, что листы, включающие в схему получения ВИО, имели более равноосную структуру с коэффициентом формы ~0,9.

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

Таблица 3 – Механические свойства полученных листов

Схема термомеханической обработки	Средний размер зерна, мкм	Механические свойства		
		Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %
А1	15.6 ± 0.8	150 ± 3	360 ± 3	21 ± 1
А2	10.4 ± 0.5	160 ± 2	362 ± 3	22 ± 1
В1	7.1 ± 0.3	205 ± 1	362 ± 1	27 ± 1
В2	5.1 ± 0.2	205 ± 2	368 ± 4	27 ± 1
С	5.0 ± 0.3	200 ± 2	363 ± 4	27 ± 1

В ГЛАВЕ 4 разделе 2, описаны результаты по схеме всесторонней изотермической осадки, при которой за одну операцию осадки 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 одном и том же штампе, где деформация по одной из осей полностью блокируется (необходим регулярный поворот образца на 90° после каждой осадки для проработки всего объема). Для данной серии испытаний были выбраны температуры 200 °С, 350 °С и 500 °С. На первых циклах осадки при всех исследованных температурах наблюдали

картину, подобную той, которая была описана выше в разделе 1 главы 4. В связи с большей степенью деформации при каждой осадке деформационная картина изменяется более интенсивно. При 200 °С наблюдается образование полос деформации уже после первой осадки в поверхностном слое. С возрастанием количества циклов ВИО при 200 °С наблюдается увеличение количества деформационных полос. В случае, если образец после ВИО при этой температуре подвергнуть рекристаллизационному отжигу при 500 °С в течение 20 минут, то средний размер зерна после двух ($\Sigma e = 4.2$) и четырех ($\Sigma e = 8.4$) полных циклов составит $7,0 \pm 0,2$ мкм и $4,9 \pm 0,1$ мкм соответственно.

При температуре 350 °С после первого полного цикла наблюдается активное образование новых рекристаллизованных зерен по границам исходных, а после второго их объем заполняет большую часть образца. Причем размер этих зерен $1,3 \pm 0,1$ мкм, что меньше размера аналогичных зерен, образующихся во время ВИО при 500 °С ($4,9 \pm 0,2$ мкм) почти в 4 раза. Уже после трех полных циклов поверхностный слой образца после ВИО при 350 °С представлен подавляющим количеством рекристаллизованных зерен (70%), при 500 °С доля рекристаллизованного объема меньше. После четвертого цикла (рис. 18) объем рекристаллизованных зерен при 350 и 500 °С в поверхностном слое выравнивается. А объем образца, состоящий из 90% рекристаллизованных зерен, достигается после пятого цикла.

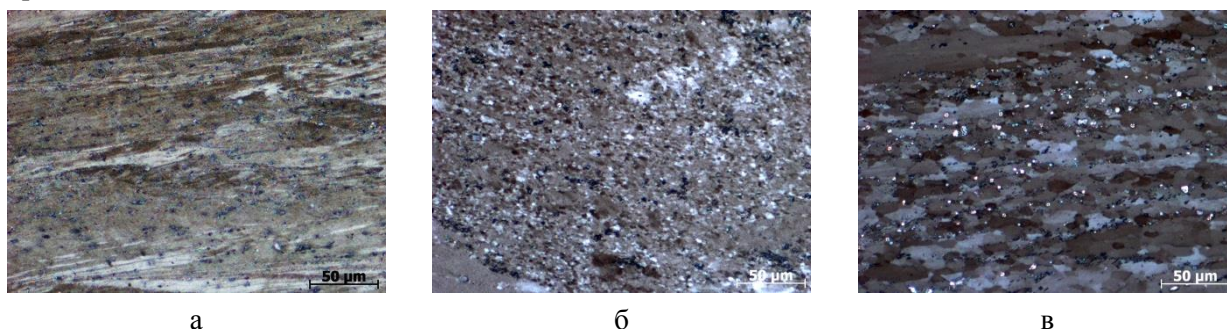


Рис. 18 – Микроструктура приповерхностного слоя в поляризованном свете после четырех полных циклов ВИО: при 200 °С (а); при 350 °С (б); при 500 °С (в)

Если рассмотреть срединное сечение образца, подвергнутого ВИО при 350 °С, то можно сделать вывод, что количество рекристаллизованных зерен, сопоставимых с исходными, достигается уже после второго цикла, а к концу третьего занимает фактически весь объем. Срединный слой после ВИО при 500 °С представляет из себя бимодальную структуру с большим объемом рекристаллизованных зерен, чем в приповерхностном слое, однако сохраняет высокую

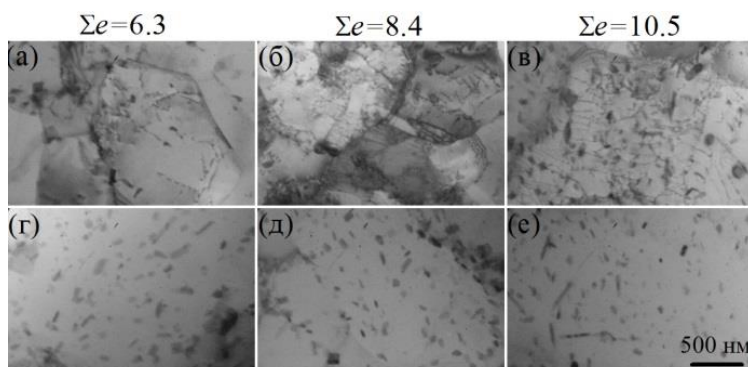


Рис. 19 – Дислокационная структура образцов, подвергнутых ВИО при 350 °С с общей накопленной деформацией $\Sigma e = 6.3$ (а, г), $\Sigma e = 8.4$ (б, д), $\Sigma e = 10.5$ (в, е)

неоднородность. Средний размер новых рекристаллизованных зерен с увеличением степени накопленной деформации изменялся незначительно: с $1,6 \pm 0,1$ мкм после первого цикла до $1,2 \pm 0,1$ мкм после третьего. Однако стоит отметить, что размер этих зерен в центре образца в 2,2 – 2,4 раза меньше, чем по периферии образца.

Рис. 19 демонстрирует эволюцию дислокационной

структуры образца и размер частиц фазы Al_6Mn нанометрического размера в процессе увеличения накопленной степени деформации ВИО при 350 °С.

С увеличением степени накопленной деформации происходит фрагментация наноразмерных частиц: статистический анализ показал, что их размер уменьшается с 108 ± 22 нм до 42 ± 11 нм при $\Sigma e = 6.3$ (рис. 20г), до 35 ± 11 нм при $\Sigma e = 8.4$ (рис. 20д) и до 18 ± 6 нм при $\Sigma e = 10.5$ (рис. 20е). Также в процессе ВИО при 350 °С происходит эффективное измельчение частиц железомарганцовистой фазы за счёт их фрагментации в процессе деформации, которое повышает технологичность материала при последующей обработке давлением.

Кривые зависимостей напряжения от деформации, записанные в процессе ВИО, согласуются с вышеописанным структурным анализом (рис. 20). С повышением температуры напряжение в образцах закономерно уменьшается. С увеличением количества циклов ВИО при 200 °С 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 ВИО при 350 и 500 °С снижение напряжения с каждым новым циклом связано с протеканием динамической рекристаллизации, причем при 500 °С на начальных циклах наблюдаются пики повышения напряжения, связанные с бимодальностью структуры образцов.

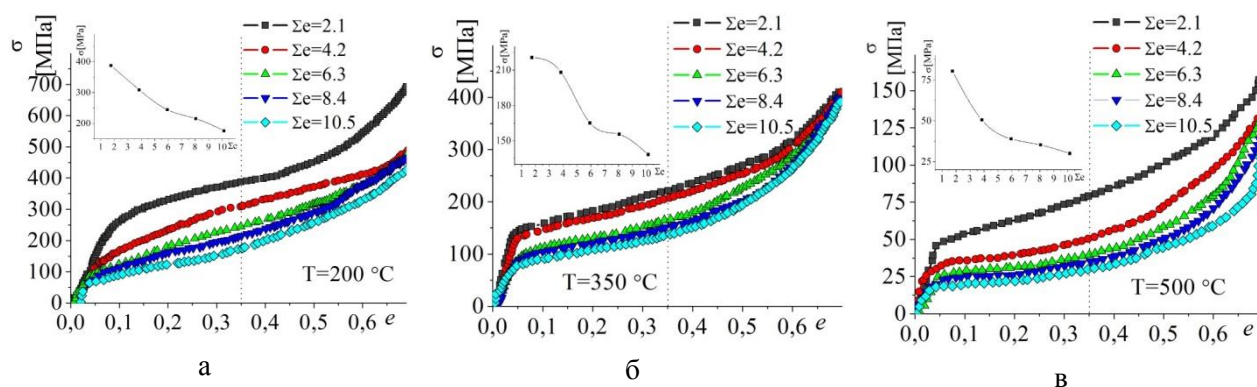


Рис. 20 – зависимость напряжения от деформации после всех циклов ВИО при 200 °С (а), при 350 °С (б), при 500 °С (в)

Таким образом можно заключить, что три полных цикла ВИО при 350 °С позволяют измельчить микроструктуру до состояния ультрамелкозернистой в 70% объема и, с точки зрения замены стандартной горячей прокатки в режимах получения листовых полуфабрикатов, является наиболее оптимальным. Несмотря на большую однородность при более высокой накопленной степени деформации, увеличение количества циклов ВИО приведет к повышению трудоемкости при производстве листов.

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 осадки при 230 °С и ГО представлена на рис. 21. Видно, что частицы β -фазы выделяются в объеме и по границам зерен. Размер частиц составил $0,5 \pm 0,1$ мкм с

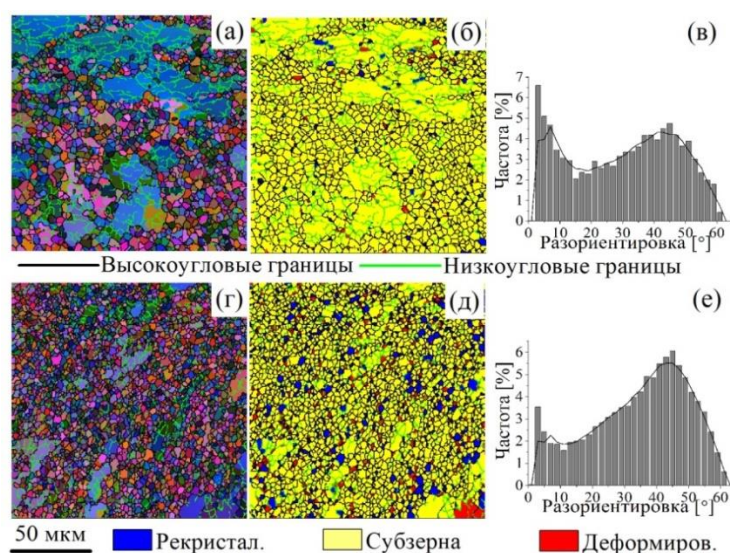


Рис.21 – Микроструктуры образцов, полученные методом EBSD анализа (а, б, г, д), графики частотного распределения зерен по углам разориентировки (в, е): полученные по режиму без промежуточного гетерогенизационного отжига (а – в, ж) и с промежуточным гетерогенизационным отжигом (г – е, з)

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

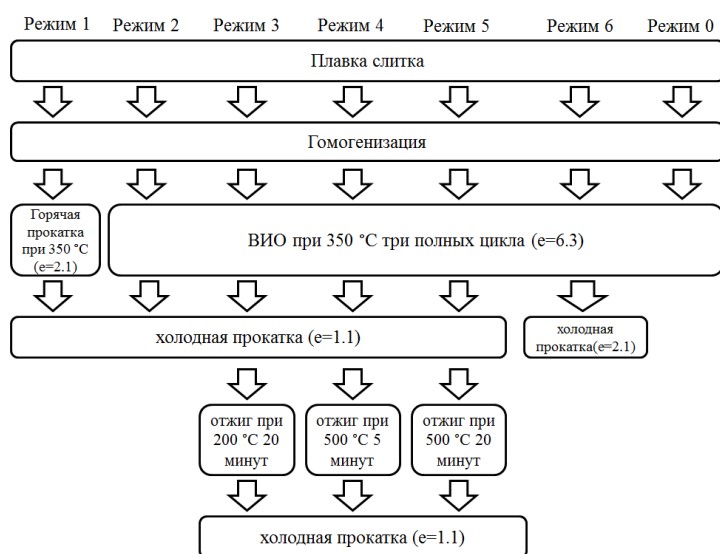


Рис. 22 – Режимы получения листовых полуфабрикатов

использования стандартной горячей прокатки или ВАО при получения листов. Листы, полученные по режимам 3–6, имели большую степень холодной деформации при прокатке для

разбросом значений от 0,2 до 1,2 мкм. Присутствие крупных частиц второй фазы обеспечило различия в зеренной структуре после последующих циклов осадки (рис. 24).

За счёт выделения частиц β -фазы в процессе ГО увеличивается число центров зарождения новых зерен для динамической рекристаллизации, что, в конечном итоге, приводит к большей однородности микроструктуры и отсутствию бимодальности. Средний размер зерна без ГО составил $3,5 \pm 0,4$ мкм, а с ГО – $1,8 \pm 0,1$ мкм, что говорит об её эффективности.

использования гетерогенизационного отжига, как промежуточной операции при ковке для исследуемого сплава. Отметим, что средний размер зерна в данном случае определён включая рекристаллизованный и нерекристаллизованный объем.

Следующим этапом работы было исследование влияния ВАО на микроструктуру и свойства при получении листовых полуфабрикатов. Для этого из образцов после трех полных циклов ВАО при 350°C были получены листы по семи режимам (рис. 22). Режим 1 и 2 отличались в

более эффективного прохождения рекристаллизации в процессе высокотемпературного отжига. Листовые образцы по режиму 0 были получены в результате электроэрозионной резки осажденного образца на пластины заданной толщины. Листы по указанным технологиям были подвергнуты кратковременному и длительному отжигу при 500 °С в течение 5 и 20 минут. Средний размер зерна в полученных листах представлен в таблице 4.

Таблица 4 – Средний размер зерна (мкм) в листах после рекристаллизационного отжига

<i>Режим получения</i>	1	2	3	4	5	6	0
<i>Отжиг 5 мин</i>	7,4±0,2	4,4±0,1	5,0±0,1	6,2±0,2	5,9±0,2	4,7±0,1	3,3±0,1
<i>Отжиг 20 мин</i>	7,8±0,3	4,8±0,1	5,8±0,2	6,1±0,2	5,7±0,2	5,2±0,13	5,0±0,1

Все образцы демонстрируют высокую однородность зеренной структуры. Из полученных значений среднего размера зерна видно, что увеличение времени выдержки при рекристаллизационном отжиге не приводит к существенному росту 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 ВИО 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±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. 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 83% не целесообразно – размер зерна остается приблизительно на том же уровне. Механические свойства при комнатной температуре определяли на образцах, полученных по режимам 0, 1 и 2 (таб. 5):

Таблица 5 – Механические свойства при комнатной температуре в образцах, полученных по вышеописанным технологиям.

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

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 объема материала. Образцы, полученные по режиму 1 имеют прочностные свойства типичные для листов, полученных традиционным способом. Несмотря на неоднородность структуры, образцы подвергнутые ВИО (режим 0) демонстрируют высокое относительное удлинение (17%). Прокатка при комнатной температуре после ВИО (режим 2) повышает предел текучести до 500 МПа, что сопоставимо с свойствами, получаемыми для высокопрочных сплавов АА7000 серии, подвергнутых холодной прокатке и термообработке по режиму Т6.

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 (рис. 23).

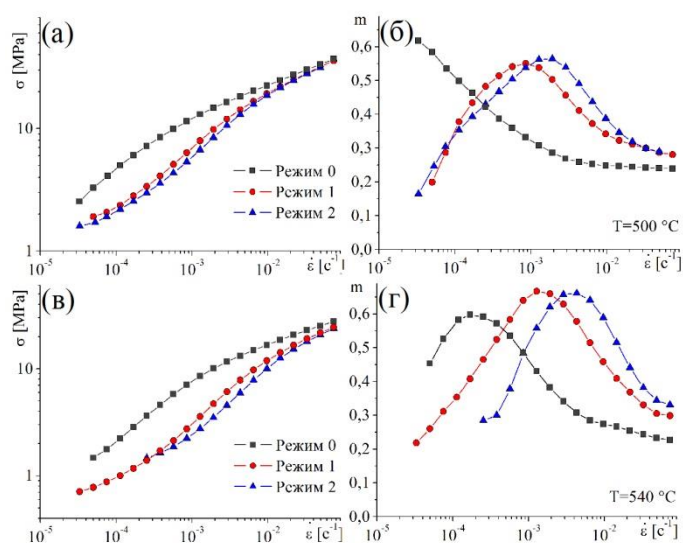


Рис. 23 – Зависимость напряжения течения (а, в) и показателя скоростной чувствительности m (б, г) от скорости деформации при 500 °С (а, б) и 540 °С (в, г)

540 °С. Максимальное значение показателя $m=0,66$ достигается при температуре 540 °С и соответствует интервалу скоростей $2 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Образцы, полученные по режиму 1, демонстрируют скорости деформации и значения показателя скоростной чувствительности ниже, чем в случае режима 2. Максимальные значения показателя m в образцах, полученных по режиму

С понижением температуры испытания, напряжение течения закономерно увеличивается, а максимум скоростной чувствительности сдвигается 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 $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при 500 °С и от 1×10^{-3} до $4 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при 540 °С. Максимальные значения показателя m в образцах, полученных по режиму 0 соответствуют скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, при $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ $m=0,4$.

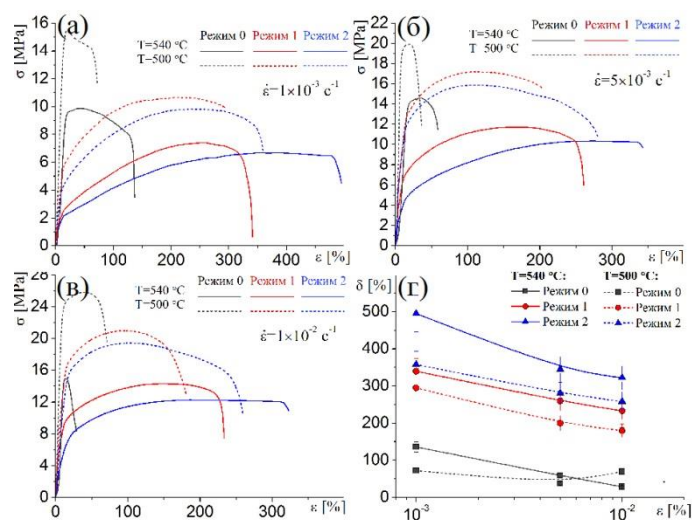


Рис. 24 – Зависимость напряжения течения от степени деформации образцов сплава 1565 толщиной 1,2 мм при постоянных скоростях деформации $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а), $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (б), $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (в) и температурах 500 и 540 °С

относительного удлинения значения удлинения образцов, полученных классической обработкой давлением (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 °С при напряжении течения не более 7 МПа.

Испытания с постоянной скоростью деформации проводили при 1×10^{-3} , 5×10^{-3} и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 24). Образцы, полученные по режиму 0, не проявляли сверхпластичности в испытанном интервале температур: из-за неоднородности в микроструктуре происходило разрушение образцов с образованием шейки при достижении относительного удлинения ниже 150%. Образцы, полученные с применением ВАО (режим 2), превосходили по показателям

ВЫВОДЫ:

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 $\Sigma e=6.3$ и до 18 нм при $\Sigma e=10.5$, 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 $\Sigma e=6.3$, 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 сверхпластичности.
10. Листы, полученные с применением всесторонней изотермической осадки при 350°С и $\Sigma e=6.3$ 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%.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:

1. **Кишик М.С.**, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Получение мелкозернистой структуры в листах повышенной толщины сплава 1565, Открытая школа–конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» УМЗНМ–2014, Уфа, 10.2014 (в т.ч. Диплом за лучший доклад на Открытой школе–конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы»).
2. Anton Kotov, Anastasia Mikhaylovskaya, **Mikhail Kishchik**, Andrey Mochugovskiy, Victor Levchenko, Vladimir Portnoy, Development of new Al based superplastic alloy, (No.71) p. 44, Book of abstracts, 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM) 2015, September, 7–11, 2015, Tokyo, Japan
3. **Кишик М.С.**, Михайловская А.В., Котов А.Д., Дриц А.М., Портной В.К., Влияние режимов гетерогенизационного отжига перед холодной прокаткой на структуру и свойства листов из сплава 1565ч, Ежемесячный научно–технический и производственный журнал «Металловедение и термическая обработка металлов», №9(735), 09.2016, ISSN00260819, с.30–35.
4. **Kishchik M.S.**, Mikhailovskaya A.V., Portnoy V.K. и др. Formation of Fine–Grained Structure and Superplasticity in Commercial Aluminum Alloy 1565ch // Met. Sci. Heat Treat. 2017. Т. 58. № 9–10. С. 543–547.
5. **Кишик М.С.**, Кишик А.А., Яковцева О.А., Михайловская А.В. Влияние технологических операций на структуру и свойства листовых полуфабрикатов сплава системы Al–Mg, «Актуальные проблемы физического материаловедения сталей и сплавов»: XXIII Уральская школа металловедов–термистов, посвященная 100–летию со дня рождения профессора А.А. Попова, Тольятти 2–6 февраля 2016 года, Изд–во ТГУ – 309с

6. **Кищик М.С.**, Кищик А.А., Котов А.Д., Михайловская А.В. Исследование влияния температуры и времени выдержки на микроструктуру и свойства сплава 1565Ч, Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2016», Москва МГУ им. Ломоносова 11–15 апреля 2016
7. **Кищик М.С.**, Кищик А.А., Котов А.Д., Михайловская А.В., Исследование влияния технологических режимов на структуру и свойства листовых полуфабрикатов сплава системы Al–Mg, ПРОСТ 2016 19–21 апреля 2016г. Москва, НИТУ «МИСиС» 244 с. ISBN 978–5–9905524–9–4
8. **Кищик М.С.**, Кищик А.А., Влияние режимов гетерогенизационного отжига на микроструктуру и свойства сплава системы Al–Mg–Mn, IV–ая международная научно–практическая конференция «Инновационное развитие автоматизации, информационных и энергосберегающих технологий, металлургии и металловедения. Современное состояние, проблематика и перспективы», Москва, НИТУ «МИСиС», 04. 2016.
9. **Кищик М.С.**, Михайловская А.В., Портной В.К. Эволюция микроструктуры сплава системы Al–Mg в процессе всесторонней изотермической осадки, Открытая школа–конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» УМЗНМ–2016, Уфа, 10.2016.
10. **Кищик М.С.**, Кищик А.А., Котов А.Д., Михайловская А.В., Исследование влияния технологических режимов на структуру и свойства листовых полуфабрикатов сплава системы Al–Mg, VIII–я Евразийская научно–практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 04.2016
11. **Кищик М.С.**, Михайловская А.В., Котов А.Д., Портной В.К. Влияние всесторонней изотермическойковки на показатели сверхпластичности сплава системы Al–Mg, IX–я Евразийская научно–практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 04.2018
12. **Кищик М.С.**, Кищик А.А. Котов А.Д. Исследование эволюции микроструктуры сплава системы Al–Mg в процессе всесторонней изотермическойковки в широком интервале температур, Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2018», Москва МГУ им. Ломоносова 04.2016
13. **Kishchik M.S.**, Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Portnoy V.K. Effect of multi–directional forging on microstructure and mechanical properties of Al–Mg based alloy, 25th International symposium on metastable, amorphous and nanostructured materials, Rome, 07.2018.
14. **Kishchik M.S.** Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Mosleh A.O., AbuShanab W.S., Portnoy V.K. Effect of multidirectional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al–Mg–Mn alloy // Materials (Basel). 2018. Т. 11. № 11.
15. **Kishchik M.S.**, Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Prosviryakov A.S. and Vladimir K. Portnoy The effect of the isothermal multi–directional forging on the grain structure , superplasticity , and mechanical properties of the conventional Al – Mg–based alloy // Metals (Basel). 2019. Т. 9. № 1. С. 27–31.