

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

На правах рукописи

Мочуговский Андрей Геннадьевич

ОСОБЕННОСТИ РАСПАДА ТВЕРДОГО РАСТВОРА И СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ
МАГНАЛИЕВ, ЛЕГИРОВАННЫХ ЦИРКОНИЕМ, МАРГАНЦЕМ И ЭРБИЕМ

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

доцент Михайловская Анастасия Владимировна

Научный консультант: доктор технических наук,

профессор Портной Владимир Кимович

Москва, 2019

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Алюминиевые сплавы представляют большой интерес как конструкционные материалы для авиационной, автомобильной и других отраслей промышленности. Формообразование изделий из алюминиевых сплавов отличается многообразием, при этом, одним из способов изготовления изделий сложной геометрии из листов алюминиевых сплавов является сверхпластическая формовка (СПФ). Главное достоинство СПФ - возможность получения сложнопрофильных изделий за одну технологическую формовочную операцию при малом давлении газа. Данный метод подразумевает использование материалов, способных проявлять сверхпластичность при определенных скоростях и температурах деформации. Состояние сверхпластичности коренным образом связано с размером зерна листовых полуфабрикатов. Чем мельче зерно и выше его стабильность при температуре деформации, тем лучше показатели сверхпластичности. Определенный недостаток, особенно актуальный для сплавов на основе алюминия – это небольшие скорости деформации – 10^{-4} - 10^{-3} с⁻¹, при которых большинство алюминиевых сплавов сверхпластичны. На изготовление одной детали уходят часы, что приводит к низкой экономической эффективности СПФ и ее пригодности только для мелкосерийного производства. Разработаны высокопрочные алюминиевые сплавы с оптимальной гетерогенностью микроструктуры, благодаря которой они способны к высокоскоростной сверхпластичности в интервале скоростей деформации 10^{-2} - 10^{-1} с⁻¹. Однако из-за значительной гетерогенности микроструктуры такие сплавы обладают пониженной коррозионной стойкостью. Плакирование – один из вариантов решения проблемы, но традиционная несверхпластичная плакировка не пригодна, так как разрушается в процессе сверхпластической формовки и не обеспечивает защитную функцию изделию, полученному СПФ. Сплавы, которые могли бы выступать в качестве плакировки для сверхпластичных материалов, должны отвечать следующим требованиям: во-первых, проявлять сверхпластичность при тех же условиях, что и базовый сплав; во-вторых, обладать высокой коррозионной стойкостью; в-третьих, обладать достаточной технологической пластичностью, чтобы облегчить консолидацию слоев в процессе плакирования, осуществляемого методом горячей прокатки. Перспективными с точки зрения плакирующего материала среди алюминиевых сплавов являются сплавы на базе системы Al-Mg с пониженным содержанием Mg (менее 3 %), обладающие хорошей коррозионной стойкостью и технологичностью при обработке давлением. Такие сплавы также представляют интерес как самостоятельные сверхпластичные материалы. Однако, при пониженном содержании легирующих элементов в твердом растворе формируется

более крупнозернистая структура и снижается ее термическая стабильность, что не позволяет обеспечить традиционными способами термомеханической обработки микрозеренную структуру и сверхпластичное состояние, тем более сверхпластичность при повышенных скоростях.

Перспективным способом с точки зрения обеспечения микрозеренной структуры, а как следствие сверхпластичного состояния, а также повышенных механических свойств при комнатной температуре является легирование алюминиевых сплавов малыми добавками переходных (ПМ) и редкоземельных (РЗМ) металлов. Эти элементы при ускоренной неравновесной кристаллизации растворяются в алюминии, образуя пересыщенный твердый раствор. Распад пересыщенного твердого раствора при термической обработке приводит к выделению интерметаллидных фаз на базе алюминия с указанными элементами, которые способствуют уменьшению размера зерна, повышению термической стабильности структуры и, как следствие, улучшению показателей сверхпластичности и механических свойств. Плотность и размер дисперсоидов определяется их составом, типом решетки, температурой и продолжительностью отжига-гомогенизации и последующих термических и деформационных обработок. Наибольшее увеличение свойств, благодаря наиболее дисперсным частицам высокой плотности распределения, обеспечивает малая добавка Sc. Однако Sc дорогостоящий элемент, и его замена на альтернативные добавки является актуальной задачей. Достаточно перспективными дисперсоидообразующими элементами являются Mn, Zr, и Er, потенциал которых, с точки зрения улучшения показателей сверхпластичности и механических свойств сплавов на основе системы Al-Mg, полностью не изучен. Актуальность данной работы заключается в необходимости выявления закономерностей распада пересыщенного Zr, Er и Mn твердого раствора на основе алюминия при термической обработке слитка, а также в определении оптимальных концентраций добавок и параметров обработки, обеспечивающих улучшенные показатели сверхпластичности и прочностные характеристики в листовых полуфабрикатах сплавов на основе Al-3масс.%Mg-ПМ/РЗМ с целью разработки сверхпластичного сплава для плакирования.

Цель работы

Цель – разработка составов и режимов получения сверхпластичных листовых полуфабрикатов с повышенными прочностными характеристиками на основе сплава Al-3%Mg, дополнительно легированного малыми добавками Zr, Mn, Er, и апробация их использования в качестве сверхпластичной плакировки для высокопрочного сплава с высокоскоростной сверхпластичностью.

Для достижения этой цели поставлены задачи:

1. Определить влияние режимов отжига слитков на механизмы и кинетику распада пересыщенного Zr, Er или Mn, а также для сравнения Zr и Sc, алюминиевого твердого раствора и параметры выделяющихся дисперсоидов.
2. Выявить влияние режимов термической обработки и параметров дисперсоидов на зеренную структуру, механические свойства и показатели сверхпластичности в листах исследуемых сплавов Al-3мас.%Mg-ПМ/РЗМ.
3. Установить возможность использования исследованных сплавов в качестве плакирующего материала для листов алюминиевого сплава системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr с сохранением высокоскоростной сверхпластичности сплава в плакированном состоянии.

Научная новизна

Показано, что в сплавах на основе Al-3Mg со сравнительно низким содержанием Zr (0,25 %) возможен как непрерывный, так и прерывистый распад пересыщенного твердого раствора с выделением фазы Al_3Zr с $L1_2$ структурой. Оба механизма распада наблюдаются при легировании совместно (0,1Sc и 0,2Zr) и (0,25Er и 0,25Zr), при этом, в сплаве с 0,25%Zr и 0,25%Er компактные выделения, образованные по непрерывному механизму, имеют равную атомную концентрацию Zr и Er, а концентрация Zr в продуктах прерывистого распада в среднем в 5 раз больше, чем Er.

Установлено, что благодаря высокой плотности дисперсоидов с $L1_2$ структурой двухступенчатый отжиг слитков сплава Al-3Mg-0,25Zr и сплавов дополнительно легированных Mn или Er позволяет достичь в листах сплавов более высоких по сравнению с одноступенчатыми режимами прочностных характеристик и обеспечить сверхпластичное состояние, в том числе при повышенных скоростях деформации.

Установлено, что отжиг в течение 8-16 часов при 360 °C в сплавах Al-3Mg легированных 1,0-1,2 марганца приводит к формированию компактных выделений метастабильной квазикристаллической икосаэдрической фазы размером 17-70 нм содержащей алюминий и марганец, обеспечивающих повышение температуры начала рекристаллизации и характеристик прочности.

Практическая значимость

Предложенные двухступенчатые режимы термической обработки, включающие низкотемпературный отжиг при 360 °C с последующей выдержкой при 420-460 °C, благодаря формированию высокой плотности выделения $L1_2$ дисперсоидов среднего размера 7 нм позволяют обеспечить повышенный уровень механических свойств и показатели сверхпластичности недостижимые традиционными режимами обработки в

сплавах на основе системы Al-3Mg дополнительно легированных Zr, совместно Zr и Er, совместно Zr и Mn.

Показано, что полученные по разработанным режимам листовые полуфабрикаты экспериментального сплава Al-3Mg-0,25Zr-0,25Er обладают сверхпластичностью при скоростях деформации $(0,2-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с удлинением 250-500%, при этом, легирование эрбием обеспечивает повышение относительного удлинения образцов при сверхпластической деформации в 1,5-2 раза, а предела текучести на 10% по сравнению со сплавом не содержащем Er.

Разработана и защищена патентом (RU2631786 от 07.12.2017) технология получения плакированного сверхпластичного листа из высокопрочного сплава системы Al-Zn-Mg-Ni-Cu и коррозионно-стойкого плакирующего слоя на основе сплава Al-3Mg-ПМ/РЗМ. Полученные сверхпластичные плакированные листы имеют высокий уровень механических свойств, устойчивы к коррозии и могут быть использованы для получения изделий методом сверхпластической формовки при скорости деформации до $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

Положения выносимые на защиту

1. Особенности распада пересыщенного твёрдого раствора в Zr-содержащих магналиях, в том числе дополнительно легированных Sc, Mn и Er при содержании Mg равном 3 масс.%.
2. Закономерности влияния режимов отжига литых образцов сплавов Al-3Mg-ПМ/РЗМ на изменение твердости и параметры выделяющихся дисперсоидов.
3. Закономерности влияния добавок Zr, Sc, Mn и Er, а также режимов отжига литых заготовок на структуру, механические свойства и показатели сверхпластичности листов сплавов Al-3Mg-ПМ/РЗМ.
4. Особенности влияния состава плакирующего слоя на микроструктуру, механические свойства и показатели сверхпластичности плакированных листов высокопрочного сплава и их способность к сверхпластической формовке при повышенных скоростях деформации.

Личный вклад автора состоит в непосредственном участии в разработке плана работы, проведении экспериментов, обработке, интерпретации и оформлении результатов в виде научных статей и тезисов докладов.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены на:

- международной конференции 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM) 2015, Anton Kotov, Anastasia Mikhaylovskaya, Mikhail

Kishchik, Andrey Mochugovskiy, Victor Levchenko, Vladimir Portnoy. Development of new Al based superplastic alloy , September, 7-11, 2015, Tokyo, Japan.

- международной конференции 23th International Conference on Relaxation Phenomena in Solids, Мочуговский А.Г., Михайловская А.В., Головин И.С. Исследование процессов возврата и рекристаллизации в сплавах системы Al - Mg методом механической спектроскопии. 16-19 Сентября 2015, Воронеж.

- X-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2018". А.Г. Мочуговский, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Влияние режимов термообработки на выделение L1₂-фазы Al₃Zr в сплаве Al-Mg-Zr. Москва, 2018

- международной конференции 13th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2018). A.G. Mochugovski, A.D.Kotov, A.V. Mikhaylovskaya. Novel Al-Mg and Al-Mg-Si based superplastic alloys. St. Petersburg, 2018.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и списка литературы из 216 наименований, изложена на 135 страницах, содержит 60 рисунков и 12 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность исследуемой проблемы, представлены цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая значимость.

В главе 1 проведен анализ литературы по феноменологии сверхпластичности и распада пересыщенных твердых растворов с образованием дисперсоидов вторых фаз, в частности в алюминиевых сплавах при легировании добавками ПМ и РЗМ. Проанализировано влияние добавок Zr, Er и Mn, а также режимов термообработки на свойства алюминиевых сплавов. Из анализа литературы следует, что для достижения состояния сверхпластичности при повышенных скоростях, $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и более, необходима структура с размером зерна менее 5 мкм, при этом, наилучшие результаты при получении листов термомеханической обработкой получены в материалах с исходной перед сверхпластической деформацией нерекристаллизованной или частично рекристаллизованной структурой. Обеспечить сдерживание статической рекристаллизации можно за счет дисперсоидов алюминидов переходных металлов нанометрических размеров. Таким образом, легирование алюминиевых сплавов малыми добавками переходных металлов остается одним из наиболее перспективных способов обеспечения в них высоких механических свойств, микроструктуры и состояния сверхпластичности. Особенно актуально использование данного способа для

алюминиевых сплавов с относительно низким содержанием основных легирующих элементов в твердом растворе ввиду повышенной склонности слаболегированных растворов к статическому и динамическому росту зерен. Для сплавов системы Al-Mg введение более 3-4 % Mg приводит к существенному уменьшению размера рекристаллизованного зерна, но значительному снижению коррозионной стойкости. При этом, легирование переходными элементами магналиев с низким содержанием магния позволяет повысить стабильность зеренной структуры, вместе с тем сохранив хорошую коррозионную стойкость, т.е. такой способ пригоден для разработки плакирующего сплава. Дисперсоиды интерметаллических фаз алюминия с переходными элементами, выделяющиеся при распаде пересыщенного твердого раствора в процессе термической обработки алюминиевых сплавов, обеспечивают стабилизацию границ зерен и дислокаций, повышая механические свойства и показатели сверхпластичности. Наиболее эффективным является легирование алюминиевых сплавов комплексной добавкой Zr и Sc. Однако, ввиду высокой стоимости скандия возникает необходимость в его замене на более дешевые элементы, такие как, например, Zr, Er или Mn. Добавка Mn является стандартной добавкой для большинства сплавов на базе алюминия. Введения марганца приводит к формированию дисперсоидов Mn-содержащих фаз с различным кристаллическим типом и морфологией в зависимости от параметров термической обработки. В ряде работ отмечается перспективность комплексного легирования алюминиевых сплавов добавками Er и Zr. Однако, анализ литературных данных не дает оснований считать вопрос оптимизации термической обработки для сплавов, содержащих добавки Zr, Mn и Er полностью исследованным, а потенциал данных добавок с точки зрения их влияния на размер рекристаллизованных зерен, механические свойства и показатели сверхпластичности окончательно раскрытым.

В главе 2 представлены исследуемые материалы и методики исследования. Объектами исследования являлись сплавы на основе системы Al-3Mg-ПМ/РЗМ а также высокопрочный сплав с высокоскоростной сверхпластичностью системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr (таблица 1). Приготовление сплавов проводили в лабораторной электрической печи сопротивления с фехрелевыми нагревателями в графито-шамотных тиглях. Температура расплава перед разливкой составляла $825 \pm 5^\circ\text{C}$. Для получения слитков применяли наполнительное литье в медную водоохлаждаемую изложницу, обеспечивающую скорость охлаждения при литье около 15 К/с.

Таблица 1 – Химический состав исследуемых сплавов

Номер	Массовая доля компонентов, %								
	Mg	Mn	Zr	Er	Sc	Cu	Zn	Ni	Al
1	3,0	-	0,25	-	-	-	-	-	ост.
2	3,0	-	0,25	0,25	-	-	-	-	ост.
3	3,0	1,2	0,3	-	-	-	-	-	ост.
4	3,0	1,0	-	-	-	-	-	-	ост.
5	3,0	-	0,2	-	0,1		-	-	ост.
6	4,0	-	0,25			0,8	4,0	3,0	ост.

Термическую обработку сплавов проводили в печи электросопротивления марки Nabertherm N30/65A с точностью поддержания температуры ± 1 °C. Для прокатки использовали двухвалковый прокатный стан марки УСП-133 с диаметром валков 200 мм. Температура горячей прокатки слитков составляла 360-420 °C, в зависимости от состава сплава, но не превышала температуру предшествующей термообработки. Степень деформации при горячей и холодной прокатке составляла 85 % и 65 %, соответственно. Технология получения плакированного листа с участием образца 6 (таблица 1) описана в главе 5.

Микроструктуру образцов изучали с помощью металлографического микроскопа “Neophot-30”, а также сканирующего электронного микроскопа Tescan-VEGA3 LMN оборудованного энерго-дисперсионным рентгеновским спектрометром (ЭДС) (X-MAX80, Oxford Instruments) и EBSD – HKL детектором (NordlysMax EBSD, Oxford Instruments). Параметры дисперсоидов и дислокационную структуру исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM–2100 с возможностью энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС).

Исследования температурных зависимостей внутреннего трения (ТЗВТ) проводили на динамическом механическом анализаторе DMA Q800 TA Instruments в режиме вынужденных изгибных колебаний в интервале температур 20-400 °C на образцах размером 30×5×1 мм.

Измерение твердости по Виккерсу проводили на лабораторном твердомере ИТ 5010. Для определения показателей сверхпластичности (относительное удлинение δ , показатель скоростной чувствительности m и напряжение течения) использовали универсальную испытательную машину Walter + Bai AG серии LFMZ 20-400 кН. Испытания на одноосное растяжение образцов, вырезанных из листов, проводили согласно ГОСТ 1497-84 на универсальной испытательной машине Zwick Z250.

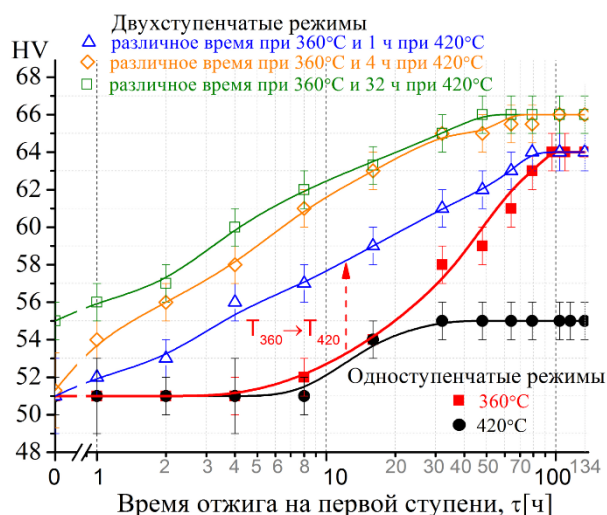


Рис.1 - Зависимость твердости от времени отжига на первой ступени при 360 °С (красная кривая) и 420 °С (черная кривая); зависимость твердости от времени отжига на первой ступени при 360 °С для двухступенчатого режима термообработки (360 °С + 420 °С для 1 ч (синяя кривая), для 4 ч (черная кривая) и 32 ч (зеленая кривая)). Сплав Al-3Mg-0,25Zr.

Твердость образцов в литом состоянии составила 51 ± 2 HV. Твердость слабо менялась в первые 16 часов выдержки при 360 °С, достигая значений 54 ± 2 HV, и

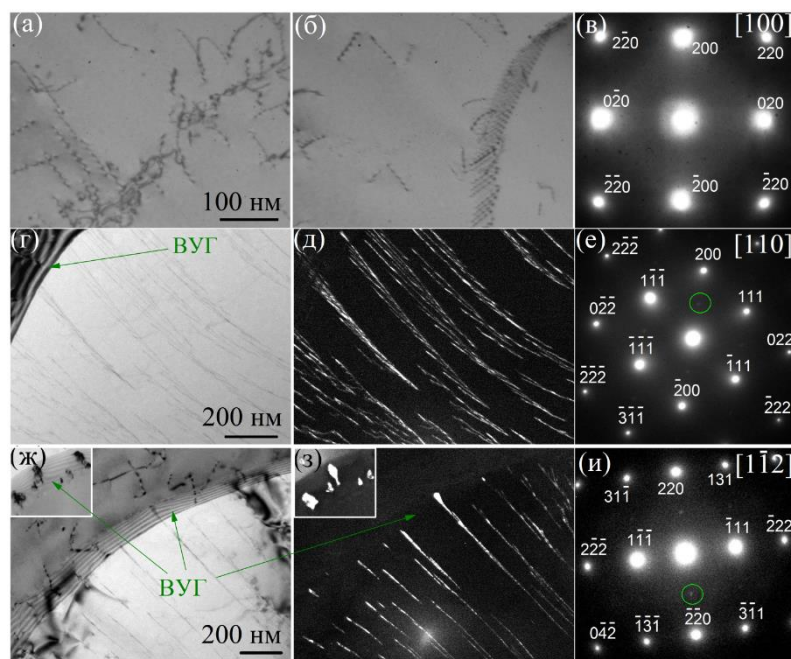


Рис.2 - ПЭМ изображения для сплава Al-3Mg-0,25Zr; (а-в) литое состояние, (г-и) отжиг 360 °С, 32 ч; светлое поле - а, б г, ж, темное поле для тех же участков - д, з соответствующая дифракция - в, е, и; дифракционный рефлекс, из которого получено темнопольное изображение, помечен зеленой окружностью; вставки в (ж) и (з) представляют изображения частиц возле высокоугловых границ (ВУГ) при большем увеличении.

В главе 3 исследован процесс распада пересыщенного твердого раствора в сплаве Al-3%Mg с добавкой 0,25 масс.%Zr при отжиге слитков.

Анализ распада твердого раствора производили для одноступенчатых режимов отжига при 360 и 420 °С, а также для двухступенчатых режимов с температурами первой и второй ступеней 360 и 420 °С, соответственно. Для первичного анализа производили построение зависимостей твердости от времени отжига (для двухступенчатых режимов времени отжига на первой ступени) (рис. 1).

Твердость слабо возрастала до 64 ± 1 HV с увеличением времени выдержки до 92 ч (красная кривая на Рис.1). Отжиг при 420 °С приводит к незначительному росту твердости до 54 ± 1 HV, который наблюдали после 16-32 ч, при увеличении времени отжига значения твердости не менялись (черная кривая на Рис.1).

Двухступенчатая обработка - отжиг при 360 °С, а затем при 420 °С обеспечивает значительный прирост твердости за более

короткое суммарное время. Твердость образцов предварительно отожженных при 360 °С возрастает уже после 1 ч выдержки при 420 °С (голубая кривая), а значение твердости 63 ± 1 HV, т.е. близкое к максимальному при 360 °С, обеспечивается после 16 ч отжига при 360 °С с последующей выдержкой 4 ч при 420 °С (оранжевая кривая). Уровень твердости (65 ± 1 HV), близкий к максимальному для данных температур отжига, достигается после обработки по двухступенчатому режиму 360°С, 32 ч + 420°С, 4 ч. Таким образом, двухступенчатый отжиг литых образцов исследуемого сплава эффективно ускоряет рост твердости, причиной чему может быть ускорение распада твердого раствора с образованием дисперсоидов.

В литом состоянии (Рис.2 а-б) продуктов распада твердого раствора не обнаружено. Вытянутые частицы, вырождающиеся в веерообразные скопления, обнаружены после отжига при 360 °С в интервале времени выдержки от 4 ч до 32 ч (Рис.2 г-и), а при 420 °С в интервале от 4 ч до 134 ч. Данные выделения являются когерентными алюминиевой матрице и имеют структурный тип $L1_2$, что подтверждается электронной дифракцией для различных осей зон (Рис.2 в, е, и). Компактные равноосные когерентные выделения Al_3Zr размером 1-3 нм наблюдаются после 32 ч отжига при 360 °С, при этом времени отжига наблюдали значимый прирост твердости. При меньшем времени выдержки компактные выделения – дисперсоиды обнаружить не удалось. Высокая плотность дисперсоидов Al_3Zr со средним размером $6,9 \pm 0,2$ нм наблюдалась после 134 ч одноступенчатого отжига при 360 °С (Рис.3). При этом твердость значительно возростала (Рис.1). Средний размер дисперсоидов составил $10,1 \pm 0,1$ нм после 8 ч и $17,2 \pm 0,7$ нм после 134 ч отжига при 420 °С. Образцы, обработанные по двухступенчатым режимам (360 °С, 4 ч + 420 °С, 4 ч) (Рис.4 а, б, в) и (360 °С, 32 ч + 420 °С, 4 ч) (Рис.4 г, д, е) проанализированы в ПЭМ, при этом обнаружены компактные дисперсоиды со средним размером $6,9 \pm 0,2$ нм (Рис.4). Увеличение времени выдержки на первой ступени при 360 °С с 4 ч до 32 ч обеспечило более полный распад твердого раствора с большей плотностью распределения дисперсоидов (Рис.4 з, д)

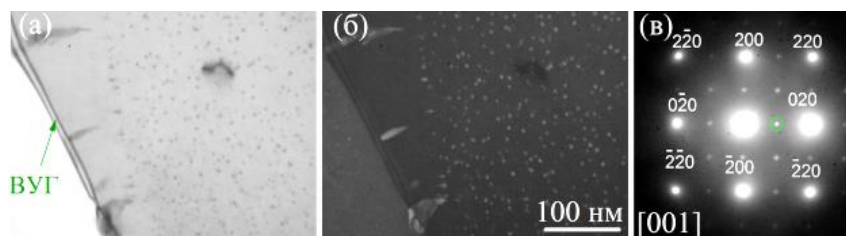


Рис.3 ПЭМ изображения для сплава Al-3Mg-0,25Zr; отжиг 360 °С, 134 ч; светлое поле (а) темное поле (б), микродифракция (в) Дифракционный рефлекс, из которого получено темнопольное изображение, помечен зеленой окружностью, ВУГ – высокоугловая граница.

и, как следствие, с более высоким уровнем твердости (Рис.1).

Стержнеобразные выделения, крупные частицы по границам зерен и зоны свободные

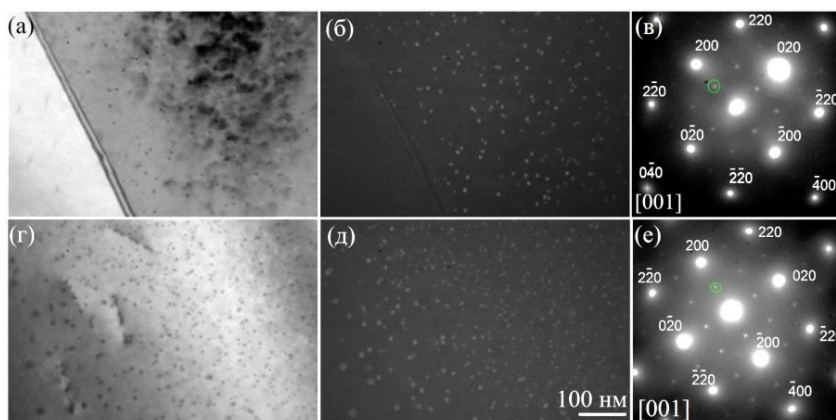


Рис.4 - ПЭМ изображения для сплава Al-3Mg-0,25Zr; отжиг 360 °C , 4 ч + 420 °C , 4 ч (а-в) и 360 °C , 32 ч + 420 °C , 4 ч (г-д) (а и г в светлом поле, б и д в темном поле, в и е соответствующие микродифракции с осью зоны [001]). Дифракционный рефлекс, из которого получено темнопольное изображение, помечен зеленой окружностью.

от выделений
вблизи границ зерен
после двухступенчатого
отжига не обнаружены.

Продолжительность
первой ступени наиболее
существенно сказывалась
на конечной плотности

распределения
дисперсоидов; минимум
32 ч отжига при 360 °C

требуется для
обеспечения высокой

плотности распределения дисперсоидов и, как следствие, достижения максимального упрочняющего эффекта после второй ступени отжига при 420 °C.

Проанализировано влияние режимов отжига на термическую стабильность, механические свойства и показатели сверхпластичности листовых полуфабрикатов. Для сравнения были выбраны 4 режима: (R1) отжиг при 360 °C (8 ч), (R2) отжиг при 420 °C (8 ч), (R3) отжиг 360 °C (4 ч)+420 °C (4ч), и (R4) отжиг 360 °C (32 ч)+420 °C (4 ч). После отжига литых образцов по указанным режимам их подвергали термо-деформационной обработке, включающей горячую (85%) и холодную прокатку (65%) для получения листов.

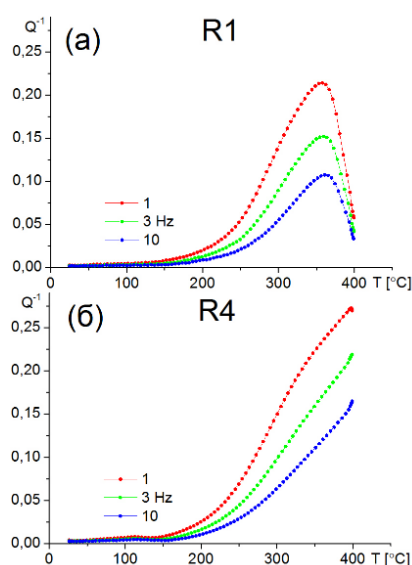


Рис.5 - Кривые ТЗВТ при нагреве до 400 °C для режимов R1(а) и R4 (б) сплава Al-3Mg-0,25Zr

Анализ температурных зависимостей внутреннего трения (ТЗВТ) (Рис.5) в интервале температур 20-400 °C обнаружил резкое снижение фона внутреннего трения при температуре 360 °C, соответствующей началу рекристаллизации в образцах, обработанных по режимам R1 (Рис.5 а) и R2, тогда как в образцах, полученных по режимам R3 и R4 (Рис.5 б) фон не снижался в исследуемом температурном интервале. Микроструктура листов проанализирована после 30 мин отжига в интервале температур 400-520°C. EBSD карты при 400°C приведены на Рис.6. После обработки по одноступенчатым режимам R1 и

R2 рекристаллизация наблюдается при нагреве до 400 °С и выше. Обработка по двухступенчатым режимам R3 и R4 приводит к формированию практически нерекристаллизованной структуры после отжига в интервале температур 400-480°С и частично рекристаллизованной структуры после отжига при 520°С.

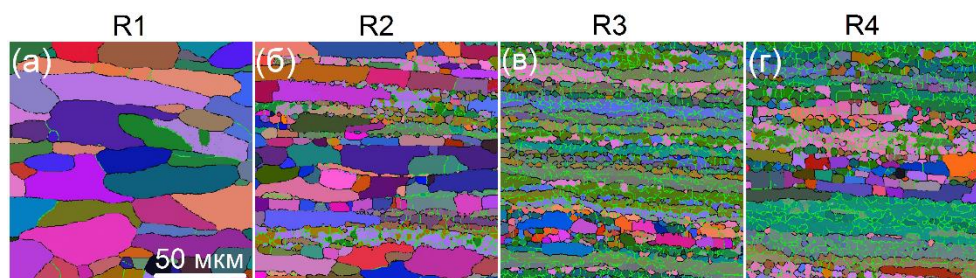


Рис.6 - Зеренная структура листов после 30 мин отжига при 400 °С предварительно обработанных по режимам R1 (а), R2 (б), R3 (в) и R4 (г) (EBSD-изображения). Черные границы >15°, зеленые границы <15°, сплав Al-3Mg-0,25Zr

ПЭМ показал, что одноступенчатые режимы R1 и R2 приводят к формированию крупных зерен, разделенных высокоугловыми границами, в то время как при использовании двухступенчатых режимов отжига формировалась дисперсная субзеренная структура. Таким образом, данные микроструктурного анализа согласуются с изменением твердости при отжиге литых образцов и результатами анализа температурных зависимостей внутреннего трения и свидетельствуют об эффективности использования двухступенчатого отжига литых заготовок, приводящего к формированию высокой плотности распределения дисперсоидов, увеличению температуры начала рекристаллизации и, соответственно, доли нерекристаллизованного объема в образцах исследуемого сплава, подвергнутых термо-деформационной обработке.

Результаты испытаний на одноосное растяжение при комнатной температуре образцов, полученных с использованием гомогенизации по разным режимам и последующей горячей, холодной прокатки и смягчающего отжига при температуре 250 °С приведены в таблице 2. Максимальные прочностные показатели наблюдали после обработки по режиму R4, обеспечившему максимум твердости в гомогенизированном состоянии. Выдержка в коррозионно-агрессивной среде не привела к снижению прочностных свойств образцов, обработанных по режиму R4.

Таблица 2 - Механические свойства сплава Al-3Mg-0,25Zr

Режим	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
R1	188±6	254±4	14±2
R2	196±5	260±4	21±7
R3	217±2	280±1	17±7
R4	240±3	300±2	19±4
R4 + коррозионный тест	238±6	296±2	14±3

Показатели сверхпластичности для различных режимов обработки приведены на Рис.7. Режимы R1 и R2 не обеспечили состояния сверхпластичности сплаву, в то время как при использовании двухступенчатых отжигов по режимам R3 и R4 листы проявляли сверхпластичность с $m=0,3-0,5$ и $\delta>200\%$. Максимальное удлинение до разрушения было получено в листах, обработанных по технологии R4, и составило 370 % при температуре 480 °С и скоростях деформации 2×10^{-3} и 5×10^{-3} с⁻¹. Удлинение в 220 % было достигнуто при 1×10^{-2} с⁻¹, что является достаточным для СПФ деталей не очень сложной геометрии.

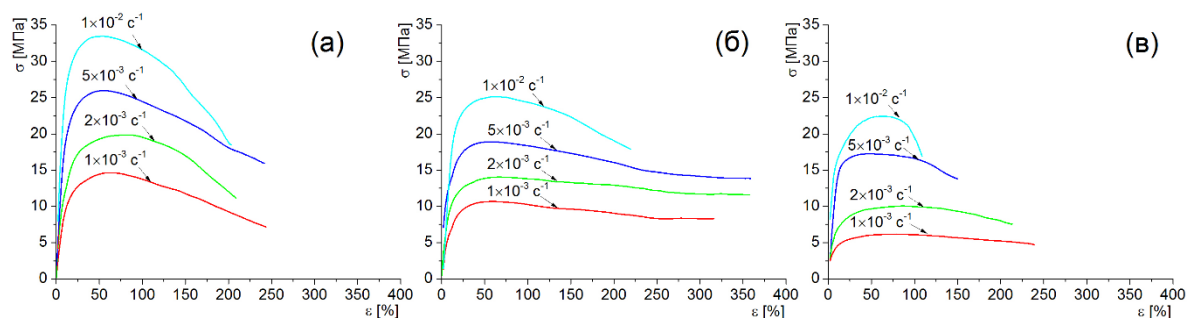


Рис.7 - Кривые напряжение-деформация при испытании на одноосное растяжение при температуре 440 °С (а), 480 °С (б), 520 °С (в) в интервале постоянных скоростей деформации от 1×10^{-3} до 1×10^{-2} с⁻¹.

В главе 4 исследовано влияние комплексного легирования сплава Al-3Mg с добавкой 0,25Zr в сочетании со Sc, Er или Mn на распад пересыщенного твердого раствора методами измерения твердости и ПЭМ, а также проанализированы свойства листов полученных горячей и последующей холодной прокаткой. Сплав Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc, близкий по суммарной концентрации Zr и Sc к сплаву Al-3Mg-0,25Zr был выбран для сравнительного анализа влияния Sc на упрочнение при распаде пересыщенного твердого раствора в сплаве Al-Mg-Zr.

Анализ литой структуры показал, что добавка скандия в сплаве Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc не обеспечивает принципиальных структурных отличий в литом и гомогенизированном состояниях по сравнению со сплавом Al-3Mg-0,25Zr. В сплаве Al-3Mg-0,3Er-0,25Zr после кристаллизации наблюдали алюминиевый твердый раствор и 2 об.% эвтектических выделений фазы Al₃Er. В сплавах с марганцем в литом состоянии было обнаружено около 2 об.% первичных выделений Mn-содержащей фазы. Первичных выделений фазы Al₃Zr в исследованных сплавах обнаружено не было.

Анализ твердости и микроструктуры в ПЭМ после отжига.

В процессе одноступенчатого отжига сплава Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc при 360 °С наблюдается резкое упрочнение в первый час выдержки (Рис.8, синяя кривая). Твердость при этом повышается с 50 ± 2 до 61 ± 1 HV и во время дальнейшей выдержки меняется незначительно. После 8 ч отжига наблюдается максимальное упрочнение. Твердость

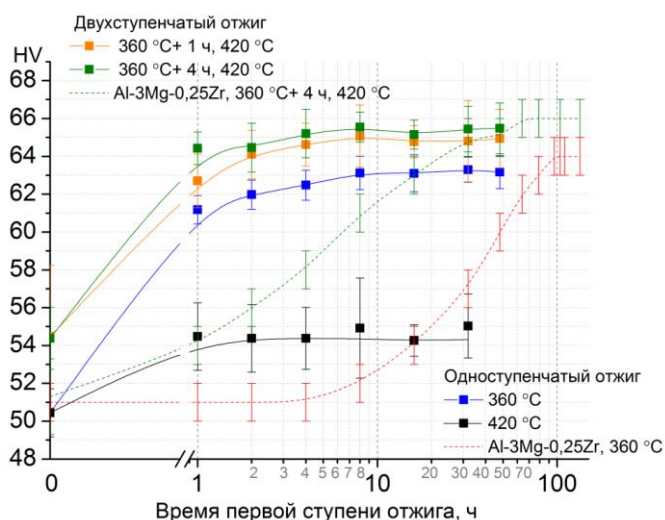


Рис.8 - Зависимость твердости сплава Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc от времени отжига на первой ступени при 360 °C (синяя кривая) и 420 °C (черная кривая); зависимость твердости от времени отжига на первой ступени при 360 °C для двухступенчатого режима термообработки (360 °C + 420 °C для 1 ч (оранжевая кривая) и 4 ч (зеленая кривая); пунктирными линиями для сравнения показаны зависимости твердости сплава Al-3Mg-0,25Zr.

После 8 ч отжига при температуре 360 °C в сплаве наблюдали компактные дисперсоиды L1₂-фазы Al₃(Sc,Zr) с размером 9,8±0,5 нм, который существенно не меняется после двухступенчатой выдержки. Кроме компактных частиц также обнаружены вытянутые выделения у границ зерен, являющиеся продуктами прерывистого распада.

Отжиг Mn-содержащих сплавов при температуре 360 °C (Рис.9а,в) обеспечивает непрерывный рост твердости в течение 16 ч и 48 ч для сплавов с добавкой и без добавки Zr, соответственно, а при дальнейшей выдержке твердость не изменяется. Увеличение температуры отжига до 420 °C приводит к упрочнению при времени выдержки до 16 часов, а затем значения твердости снижаются. При увеличении температуры до 460 °C изменения твердости незначительны.

При двухступенчатом отжиге (Рис.9 б,г) максимум твердости равный 69±2 HV в сплаве Al-Mg-Mn достигается после 2 ч отжига при 360 °C и 8 ч при 420 °C. Максимум твердости в сплаве Al-Mg-Mn-Zr достигается после 32 ч при 360 °C и 1-4 ч при 420 °C и составляет 80±2 HV. Так же как и в случае сплава Al-3Mg-0,25Zr, двухступенчатая обработка требует меньшего времени для обеспечения эквивалентного одноступенчатым режимам уровня твердости.

В Mn-содержащих сплавах равноосные частицы с размером 17-70 нм обнаружены вдоль линий дислокаций, т.е. гетерогенно зарождаются на дислокациях после отжига при 360 °C в течение 8-16 ч (Рис.10).

достигает 63±1 HV и при дальнейшей выдержке не меняется. При 420 °C максимальное значение твердости значительно ниже, чем при 360 °C и составляет 54±3 HV (Рис.8, черная кривая).

Отжиг при 360 °C с последующей выдержкой на второй ступени при 420 °C позволяет достичь несколько более высоких значений твердости (зеленая и оранжевая кривые на Рис.8), однако, вторая ступень слабее сказывается на кинетике упрочнения, чем в сплаве только с цирконием (кривые, показанные пунктиром на Рис.8).

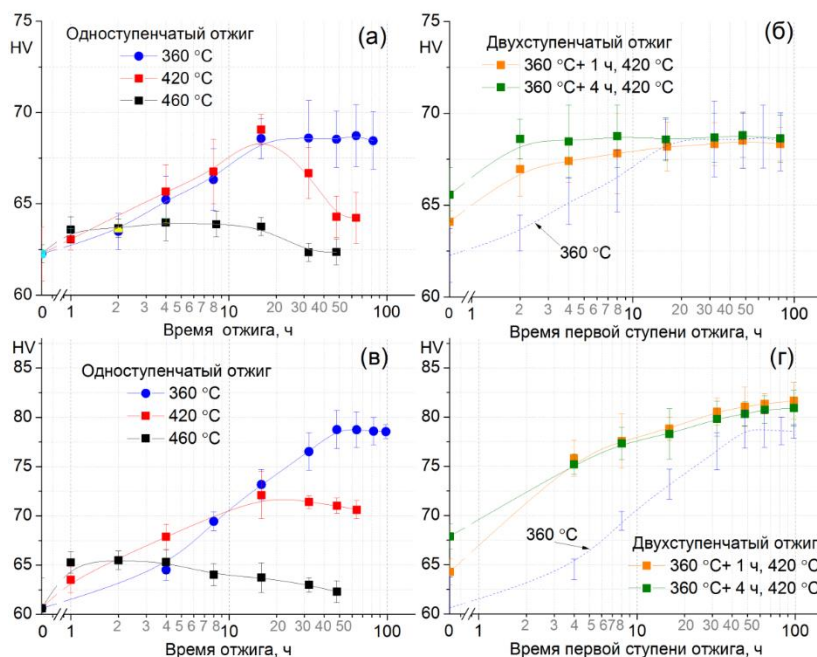


Рис.9 - Зависимость твердости сплавов Al-Mg-Mn (а, б) и Al-Mg-Mn-Zr (в, г) от времени отжига при одноступенчатой выдержке (а, в) и от времени первой ступени при 360 °С для двухступенчатых режимов (б, г).

на дифрактограмме свидетельствуют о частичной когерентности квазикристаллов и алюминиевой матрицы. По данным ЭДС, частицы содержат 89–92 ат.% Al и 7–10 ат.% Mn.

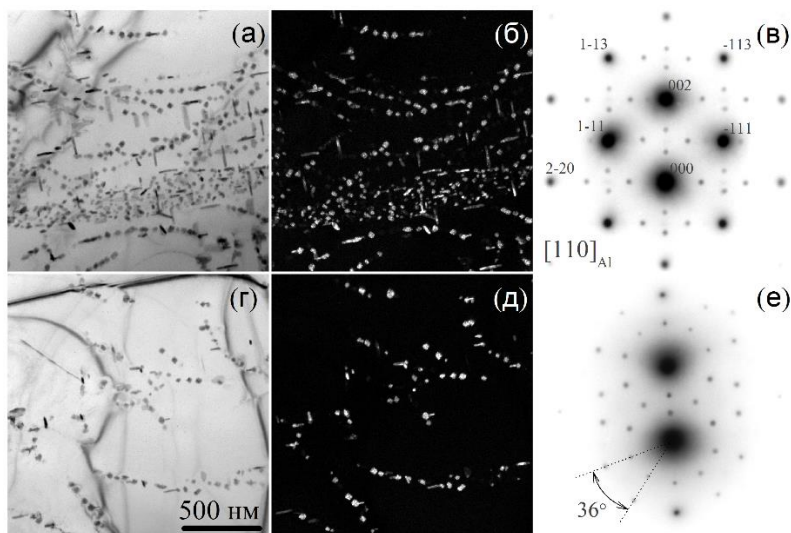


Рис.10 - ПЭМ структура и соответствующие микродифракции в осях зоны 2 (а-в) и 5 (г-е) порядка для образцов сплава Al-Mg-Mn после 16 ч отжига при 360 °С (а,г)-светлое поле, (б,д) – темное поле, (в,е) – соответствующие микродифракции (инвертированы цвета для усиления контраста).

Дифракционная картина, полученная от скоплений частиц (Рис.10в,е) соответствует симметрии второго (Рис.10в) и пятого (Рис.10е) порядка, что говорит о квазикристаллической природе данных выделений. Контраст Эшби-Брауна, данные анализа частиц при высоком разрешении в ПЭМ и упорядоченное расположение рефлексов

После обработки сплава Al-Mg-Mn-Zr по режимам (360 °С, 48 ч) и (360 °С, 32 ч + 420 °С, 4 ч) в структуре наблюдаются Mn-содержащие частицы двух типов: компактные и стержнеобразные. Помимо Al-Mn фаз были обнаружены выделения Al_3Zr со структурным типом $L1_2$ и достаточно высокой плотностью распределения.

Одноступенчатый отжиг литых образцов сплава Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr при 360 °C (Рис.11 а) обеспечивает значительный упрочняющий эффект после 48 ч обработки. Твердость при этом достигает значения 73 ± 1 HV. При повышении температуры до 420 °C наблюдается ускорение распада твердого раствора, но максимальное значение твердости ниже, чем при 360 °C и составляет 65 ± 1 HV после 16 ч выдержки (Рис.11 а). Последующий отжиг при 420 °C (4 - 32 ч) существенно повышает твердость образцов, предварительно обработанных при 360 °C (двухступенчатый режим, Рис.11 б). Обработка по режиму 360 °C (32 ч) + 420 °C (8-16 ч) обеспечивает сплаву максимальное значение твердости равное 78 ± 1 HV.

Компактные выделения $L1_2$ -дисперсоидов $Al_3(Er,Zr)$ со средним размером $6,9 \pm 0,3$ нм, образованные по непрерывному механизму распада твердого раствора, наблюдаются уже после 4 ч одноступенчатого отжига при 360 °C. Одноступенчатый отжиг при 420 °C обеспечивает высокую плотность распределения частиц со средним размером $9,0 \pm 0,4$ нм и $19,7 \pm 0,9$ нм после 4 ч (Рис.12 а, б) и 32 ч отжига, соответственно.

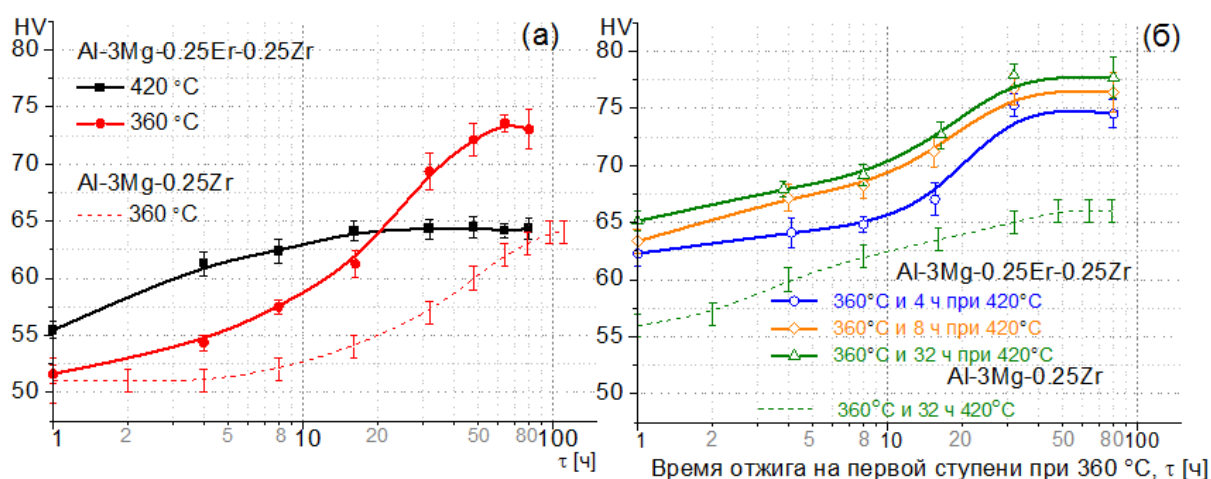


Рис.11. Изменение твердости при отжиге сплавов Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr (сплошные линии) и Al-3Mg-0,25Zr (пунктир) (а) одноступенчатый отжиг при 360 °C и 420 °C; (б) отжиг при 420 °C в течение 4 ч, 8 ч и 32 ч после предварительной выдержки при 360 °C (двухступенчатый режим).

Двухступенчатая обработка по режиму 360 °C (32 ч) + 420 °C (8 ч) приводит к формированию дисперсоидов с высокой плотностью распределения и средним размером $7,0 \pm 0,4$ нм (Рис.12 г, д). Вокруг дисперсоидов наблюдался контраст Эшби-Брауна, типичный для когерентных выделений.

Веерообразные выделения со структурным типом $L1_2$, образованные по прерывистому механизму распада, наблюдаются вблизи высокоугловых границ после отжига продолжительностью более 32 ч при 360 °C и более 4 ч при 420 °C (Рис.12 а, б).

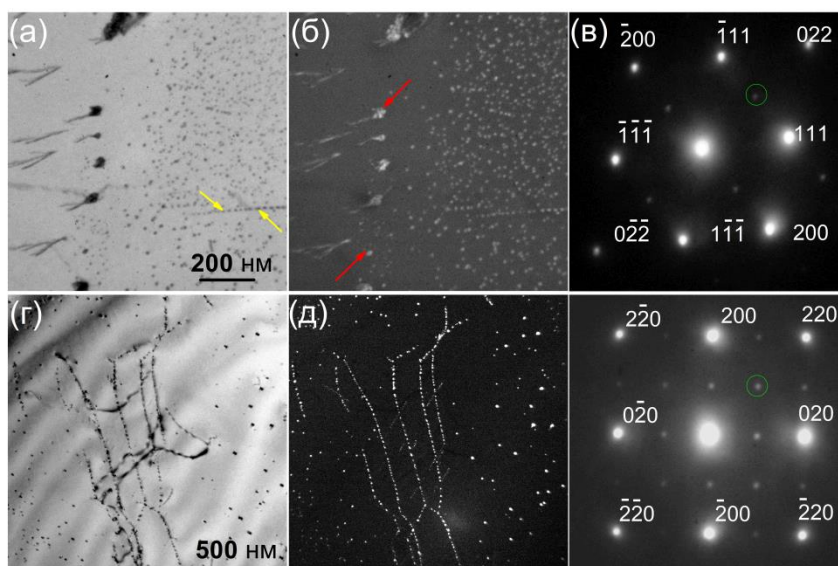


Рис.12. ПЭМ структура отожженных образцов после 4 ч (а, б, в) и 32 ч (г, д, е) при 420 °С; светлое поле (а, г), соответствующее темное поле (б, д) и соответствующие дифракции (в, е); Дифракционный рефлекс, из которого получено темнополовое изображение, помечен зеленой окружностью.

одноступенчатого, так и после двухступенчатого отжига было обнаружено, что дисперсоиды могут выстраиваться в цепочки вдоль линий дислокаций, что характерно для гетерогенного механизма зарождения выделений (Рис.12 а (желтые стрелки), б, г, д). Таким образом, в исследованном сплаве фаза $Al_3(Er,Zr)$ зарождается как гомогенно, так и гетерогенно.

Методом микрорентгеноспектрального анализа была выявлена повышенная концентрация Er и Zr в компактных и веерообразных выделениях, тогда как в алюминиевом твердом растворе Zr и Er не были обнаружены. Компактные выделения содержали равную атомную концентрацию Er и Zr. Атомная концентрация Er в веерообразных выделениях была почти в 5 раз меньше чем концентрация Zr. Предположено, что прерывистый распад контролируется диффузией Zr по границам зерен аналогично тому, как это происходит в других Zr-содержащих сплавах.

Анализ структуры, механических свойств и сверхпластичности полученных листов. После 20 мин отжига в интервале температур 440-520 °С проанализирована микроструктура листов, слитки которых отжигали в две ступени по режимам, обеспечивающим максимальную твердость. Сплав с добавкой Zr и Sc имеет полностью нерекристаллизованную структуру до температуры 520 °С (Рис.13 а). В сплаве с добавкой Er структура нерекристаллизована до 480 °С, а при 520 °С – рекристаллизуется только частично (Рис.13 б). В сплаве с добавкой Zr и Mn при 400 °С нет признаков рекристаллизации, а при увеличении температуры до 500-520°С структура частично рекристаллизована (Рис.13 в).

Таким образом, данное исследование впервые показывает, что в сплаве с добавкой Zr и Er возможен прерывистый распад с формированием фазы $L1_2$ $Al_3(Er,Zr)$. У основания каждой веерообразной колонии наблюдали цепочки из крупных частиц размером 20-40 нм (красные стрелки на Рис.12 б). Как после

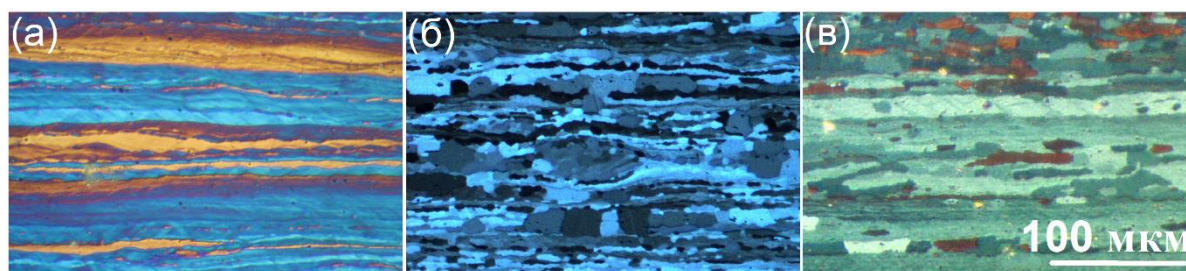


Рис.13 – Микроструктура листов сплавов с добавкой Sc и Zr (а), Er и Zr (б) и Mn и Zr (в) после 20 мин отжига при $0.9T_{пл}$ (ОМ, поляризованный свет)

По анализу результатов механических испытаний при комнатной температуре (таблица 3) можно сделать вывод, что использование двухступенчатого отжига не обеспечивает повышения свойств в сплаве с добавкой Sc. При этом, добавка скандия 0,1 % и циркония 0,2 % не дает явных преимуществ по показателям прочности по сравнению с добавкой 0,25 % циркония. Напротив, при большей суммарной атомной концентрации скандия и циркония сплав Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc имеет меньшие прочностные характеристики по сравнению со сплавом Al-3Mg-0,25Zr, гомогенизированным по оптимальному режиму.

Таблица 3 – Механические свойства листов исследованных сплавов при комнатной температуре после 30 мин отжига при 250 °С

Сплав	Режим	$\sigma_{0,2}$, [МПа]	σ_B , [МПа]	δ , [%]
Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc	360 °С, 8 ч	226±8	283±6	8±2
Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc	360 °С, 8 ч + 420 °С, 1 ч	229±5	293±6	7±1
Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr	360 °С, 32 ч + 420 °С, 4 ч	320±5	372±4	9±3
Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr	360 °С, 32 ч + 420 °С, 8 ч	260±6	295±5	11±3
Al-3Mg-0,3Zr	360 °С, 32 ч + 420 °С, 4 ч	240±3	300±2	19±2

Использование двухступенчатого режима, обеспечивающего максимум твердости в гомогенизированном состоянии, обуславливает максимальные прочностные характеристики в сплаве Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr. Это связано с высокой долей нерекристаллизованного объема и максимальной степенью распада твердого раствора, приводящего к формированию высокой плотности Mn-содержащих выделений и компактных дисперсидов Al_3Zr . Необходимо отметить, что $\sigma_{0,2}$ сплава после отжига при 250 °С составил 320 МПа, что приблизительно на 80 МПа выше, чем в предварительно обработанных по режиму (360 °С, 32 ч + 420 °С, 4 ч) листах сплава Al-3Mg-0,25Zr. Предварительная гомогенизация по режиму 360 °С, 8 часов, которая обеспечивала формирование квазикристаллических дисперсных частиц размером 17-70 нм, также приводит к сохранению практически нерекристаллизованной структуры при нагреве деформированных образцов до 400°С и обеспечивает отожженным листам предел текучести 215 МПа, предел прочности 315 МПа, тогда как гомогенизация при 460 °С с тем же временем, после которой наблюдались частицы размером 100-400 нм, приводит к

практически рекристаллизованной крупнозернистой структуре и снижению предела текучести в отожженных при 400 °С образцах до 140 МПа, предела прочности до 290 МПа.

В сплаве Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr высокая плотность дисперсоидов L1₂-фазы, формирующаяся после двухступенчатого отжига слитка предотвращает статическую рекристаллизацию при температурах до 480 °С и, в результате, сплав с добавкой Er имеет предел текучести в среднем на 20 МПа больше (таблица 3), чем сплав Al-3Mg-0,3Zr без Er. Механические свойства исследуемых сплавов не снижаются после вылеживания в коррозионно-агрессивной среде, при этом потемнение поверхности отсутствует.

Сплавы Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc, Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr предварительно обработанные по режиму гомогенизации, обеспечивающему повышенную температуру начала рекристаллизации и максимум прочностных свойств при комнатной температуре, испытаны на одноосное растяжение при температурах 440 °С, 480 °С, и 520 °С в интервале скоростей деформации от 1×10^{-3} до 1×10^{-2} с⁻¹.

Листы сплава Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc проявляют сверхпластичность в выбранном интервале температур и скоростей деформации с показателем $m=0,3-0,4$. Величины удлинений мало зависят от скорости деформации и составляют 200-270 %. Сплав Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr также является сверхпластичным в интервале температур 440-480 °С при обработке по режиму, обеспечивающему высокую плотность L1₂-дисперсоидов. Показатель m составил 0,3-0,5 и удлинение до разрушения 200-270 %, при этом максимальное удлинение 270 % получили в близких условиях при температуре 480 °С и скорости 1×10^{-2} с⁻¹. При температуре 520 °С образцы не проявляли сверхпластичность, показатель скоростной чувствительности уменьшился до 0,2-0,3, а удлинения снизились до 120-190%.

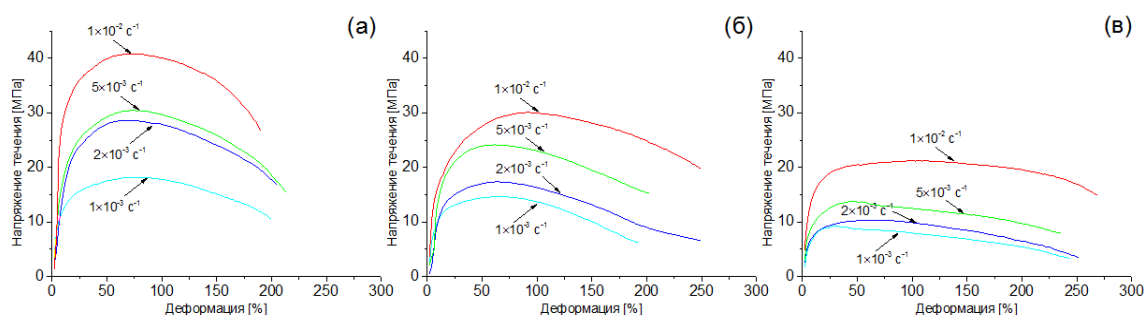


Рис.14 - Кривые напряжение-деформация при растяжении с постоянными скоростями деформации образцов сплава Al-3Mg-0,2Zr-0,1Sc при температурах (а) 440 °С, (б) 480 °С, (в) 520 °С.

Таким образом, сплавы с добавкой Sc и Mn являются сверхпластичными, однако по показателям уступает сплаву Al-3Mg-0,25Zr, в котором удлинение достигало 370 % при температуре 480 °С и скорости деформации $(2-5) \times 10^{-3}$ с⁻¹.

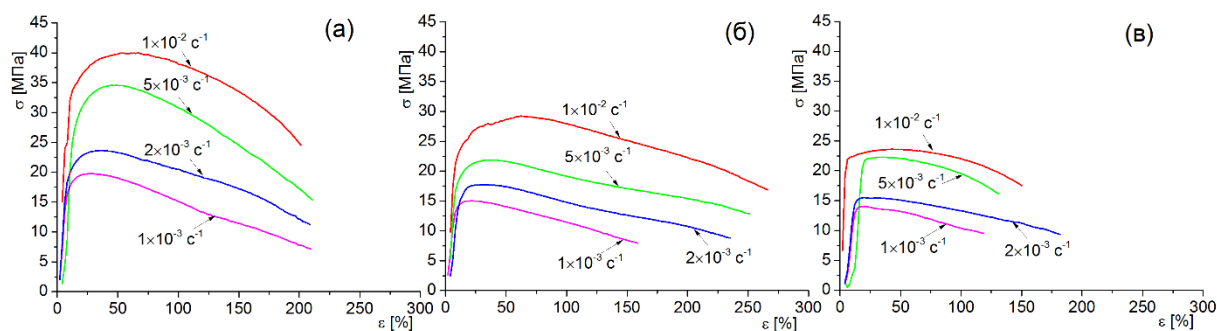


Рис.15 - Кривые напряжение-деформация при растяжении с постоянными скоростями образцов сплава Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr при температурах (а)440 °С, (б)480 °С, (в)520 °С.

В сплаве Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr при температуре 440 °С удлинение составило 450 % при скоростях деформации 1×10^{-3} и $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, 250 - 300 % в интервале 5×10^{-3} - $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ (Рис.16 а). Удлинение превысило 400 % в скоростном диапазоне от 1×10^{-3} до $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ при 480 и 520 °С (Рис.16 б, в), при максимальном значении в 500 % при 520°С и скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (Рис.16 с). В исследованном диапазоне температур и скоростей деформации показатель скоростной чувствительности варьировался от 0,3 до 0,5, а напряжения течения в сплаве с Zr и Er при одинаковых температурно-скоростных условиях деформации на 5-10 МПа ниже, чем в остальных сплавах. Таким образом, сплав с добавкой Er демонстрирует большие удлинения по сравнению со сплавом Al-3Mg-0,25Zr, и остальными исследованными сплавами во всем интервале скоростей и температур деформации. В процессе сверхпластической деформации в структуре исследованных сплавов формировалась микрозернистая структура с размером зерна 5-10 мкм в результате протекания динамической рекристаллизации.

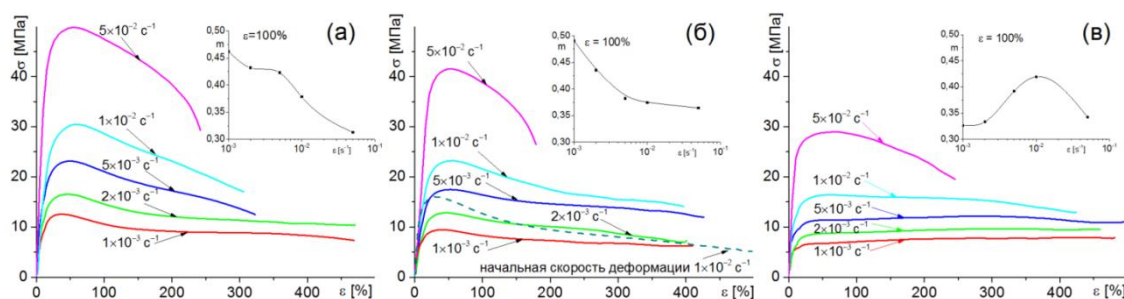


Рис.16 – Кривые напряжение-деформация при растяжении с постоянными скоростями образцов сплава Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr при температурах (а) 440 °С, (б) 480 °С, (в) 520 °С; во вставках представлены кривые m – скорость деформации, рассчитанные при 100 % деформации.

Глава 5 посвящена исследованию особенностей деформации высокопрочного сверхпластичного сплава системы Al-Zn-Mg-Ni-Cu-Zr плакированного разработанными сплавами с целью защиты от коррозии. В качестве плакирующих материалов исследованы сплавы Al-3Mg-0,25Zr, Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr. Для оценки эффективности выбранных сплавов приведено сравнение с результатами плакирования,

полученными для стандартного сплава Al-1Zn в идентичных условиях. Плакировать высокопрочный сплав листами сплава с Mn не удалось, так как не произошла консолидация слоев при горячей прокатке.

Для получения плакированных листов предварительно изготавливали плакирующие листы толщиной 1 мм и полосу из сплава-основы толщиной 13 мм, соответственно. После холодной прокатки листы подвергали смягчающему отжигу в течение 30 мин при 460 °С. Затем поверхности листов и сплава основы, механически зачищали, обезжиривали раствором CCl₄, обрабатывали 40 %-м раствором NaOH и 5 %-м раствором азотной кислоты. После этого полоса и листы сопрягали и подвергали горячей прокатке (Рис.17), в процессе которой осуществлялась консолидация слоев. Температура горячей прокатки составляла 420±10 °С. Горячую прокатку производили до толщины равной 2 мм, затем полученный материал подвергали холодной прокатке до 1 мм. Плакирование листами сплава Al-3Mg-1,2Mn-0,3Zr реализовать не удалось ввиду их пониженной технологической пластичности.

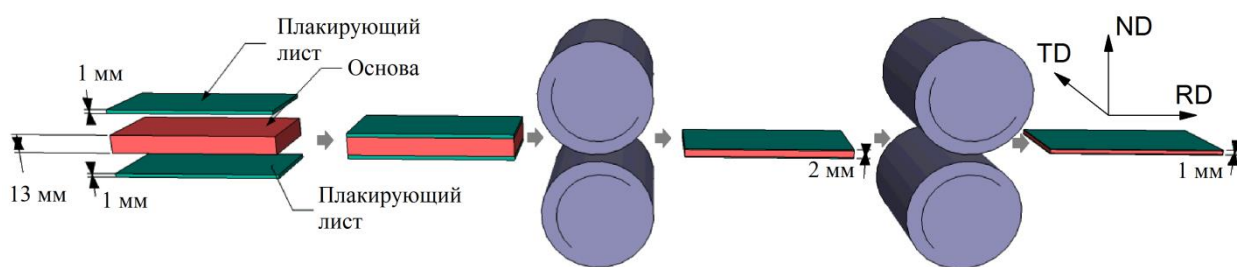


Рис.17 –Схема плакирования методом горячей прокатки.

Толщина плакирующего слоя составляла 70-80 мкм с каждой стороны листа (Рис.18). Макро дефектов по границе раздела слоев обнаружено не было, что подтверждает эффективность выбранного метода для консолидации плакирующего слоя с основой.

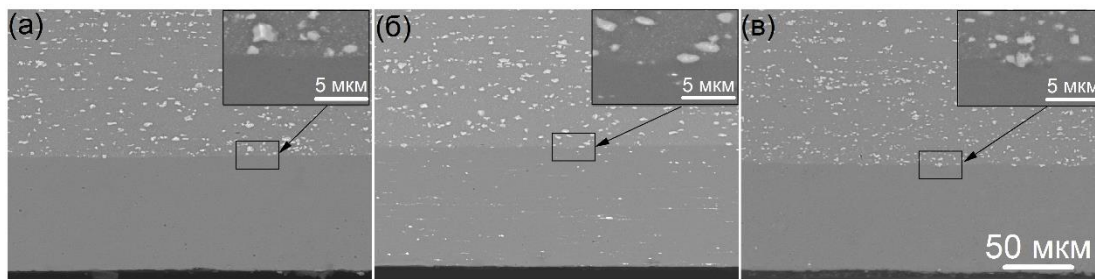


Рис.18 –Микроструктура плакированных листов в поперечном сечении при различных материалах плакировки: (а) – Al-Mg-Zr, (б) – Al-Mg-Er-Zr, (в) – Al-Zn.

Полученные образцы испытывали при температуре 440 °С в интервале скоростей деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ - $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ (Рис.19). Плакированные листы проявляли

сверхпластичность в интервале скоростей $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ - $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре 440°C с удлинением до разрушения 350-650 %, при этом наиболее существенное снижение

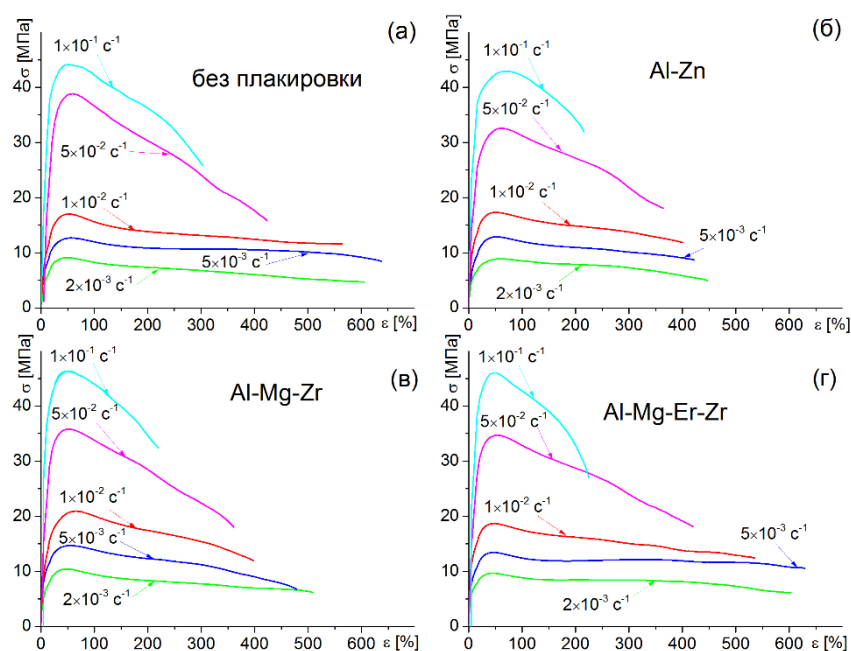


Рис.19 - Кривые растяжения для неплакированного листа (а) и плакированных выбранными сплавами листов (б – г) по результатам испытаний на растяжение с постоянной скоростью деформации при температуре 440°C .

образцов после 300% деформации с постоянными скоростями $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (Рис.20 а-г) и $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (Рис.20 д-з).

После деформации в плакирующем слое Al-1Zn наблюдаются сквозные надрывы плакировки, а на границе раздела плакировка/основа появлялись несплошности, чего не наблюдали в случае плакирования сверхпластичными сплавами.

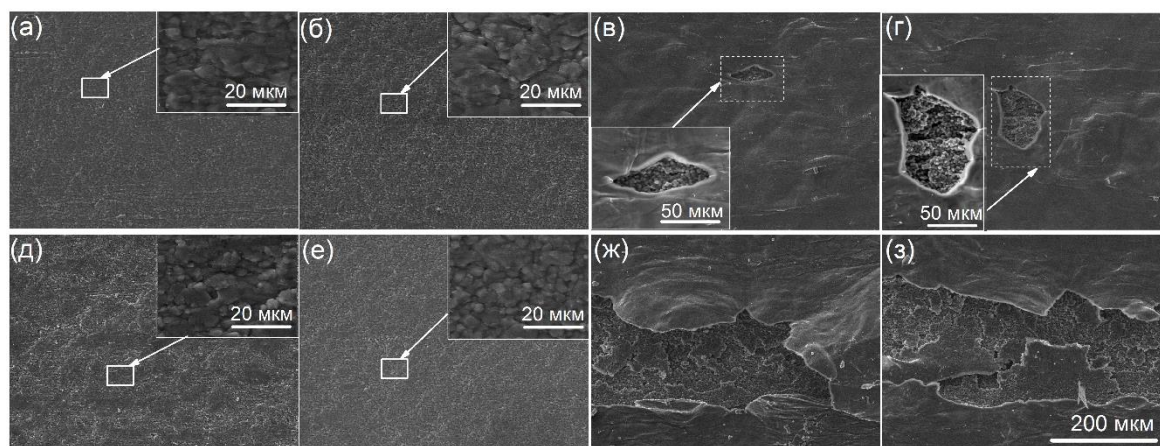


Рис.20 – Поверхность образцов плакированных сплавами (а, д) – Al-Mg-Zr, (б, е) – Al-Mg-Er-Zr, (в, г, ж, з) – Al-Zn, после 300 % сверхпластической деформации при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а-г) и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (д-з) и температуре 440°C .

относительного удлинения от 1,2 до 1,6 раз по сравнению со сплавом основой наблюдали в образцах плакированных сплавом Al-1Zn, а в образцах плакированных листами сплава Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr относительное удлинение практически не снижалось.

Проанализирована микроструктура и состояние поверхности

В таблице 4 приведено сравнение механических свойств плакированных и неплакированных листов. Максимальное снижение прочностных характеристик (до 10 % $\sigma_{0.2}$ и до 13 % σ_B) наблюдали в случае плакирования листов наименее прочным сплавом



Рис.21 – Образцы после коррозионных испытаний.

После коррозионных испытаний поверхность плакированных образцов сохранила характерный металлический блеск (Рис.21), в то время как поверхность образца без плакировки потемнела и покрылась продуктами коррозии. Предел текучести неплакированного образца снизился на 17 %, а предел прочности на 28 % (таблица 4), тогда как предел текучести плакированных образцов снижается не более чем на 2 %, а максимальное снижение предела прочности составляет 8 % в случае плакировки из Al-Mg-Zr.

Таблица 4 – Механические свойства плакированных листов до и после коррозионных испытаний

Материал	Т6			Т6+коррозионный тест			Относительное снижение свойств после коррозии	
	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\Delta\sigma_{0.2}$, %	$\Delta\sigma_B$, %
Без плакировки	563±5	653±5	18±2	470±4	524±5	5±3	17	28
Al-Mg-Zr	521±3	593±5	19±3	507±5	548±5	16±3	2	8
Al-Mg-Er-Zr	514±6	589±7	19±2	507±5	561±5	15±4	1	5
Al-Zn	507±5	565±7	15±3	503±5	565±5	12±3	1	0

В таблице 5 приведено сравнение механических свойств плакированных и неплакированных образцов после 100 % деформации со скоростью $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при 440 °С. В результате деформации прочностные характеристики образцов снижаются на 5-7 % по сравнению с недеформированными образцами, что можно объяснить формированием рекристаллизованной структуры в основном сплаве и материалах плакировки. После коррозионного испытания деформированных образцов прочностные характеристики

образцов с плакировкой снижаются не более чем на 10 %, в то время как образцы сплава-основы без плакировки хрупко разрушались при напряжении 320 МПа.

Таблица 5 – Механические свойства плакированных листов после 100 % СПД при 440 °С до и после коррозионных испытаний

	СПД +закалка 440 °С + старение			снижение $\sigma_{0.2}/\sigma_B$ за счет плакирова ния	СПД + закалка 440 °С + старение + коррозионный тест			снижение $\sigma_{0.2}/\sigma_B$ за счет коррозии
Свойство	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\Delta\sigma_{0.2}/\Delta\sigma_B$, %	$\sigma_{0.2}$, М Па	σ_B , МПа	δ , %	$\Delta\sigma_{0.2}/\Delta\sigma_B$, %
Без плакировки	522±5	553±3	15±1	-	-	320±5	0	-/40
Al-Zn	473±3	514±5	15±2	9/7	433±5	462±5	8±2	8/10
Al-Mg-Zr	487±4	533±3	16±3	7/4	467±4	506±3	14±4	4/5
Al-Mg-Er-Zr	486±3	536±3	17±3	7/3	471±3	514±3	13±4	3/4



Рис.22 - Внешний вид модельных деталей, полученных сверхпластической формовкой из высокопрочного листа, плакированного сплавами Al-3Mg-0,25Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr.

Листы базового сплава, плакированные сплавами Al-3Mg-0,25Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr, были использованы для получения модельных изделий методом сверхпластической формовки. Формовку модельных деталей проводили на листах размером 150×150 мм² и толщиной 1 мм при температуре 440 °С, оптимальной для сплава основы. Для формовки рассчитывали зависимость давления от времени, исходя из данных напряжение-деформация, полученных при одноосном растяжении. Давление и время формовки определяется показателями сверхпластичности материала и сложностью детали. Полное время формовки деталей со скоростью деформации 10⁻² с⁻¹ составило 200 с. Полученные детали точно повторяют гравюру матрицы (Рис.22).

Выводы по работе

1. Исследованы распад пересыщенного твёрдого раствора в сплаве Al-3масс% Mg с малыми добавками Zr, Sc, Er и Mn в различных комбинациях при отжиге слитков в интервале температур 360-460 °C и влияние режимов отжига на параметры зеренной структуры, механические свойства и показатели сверхпластичности листовых полуфабрикатов, полученных термомеханической обработкой включающей горячую и холодную прокатку, опробована возможность использования полученных листов как материалов плакировки высокопрочного сплава с высокоскоростной сверхпластичностью.
2. Установлено, что в сплавах Al-Mg-Zr, Al-Mg-Zr-Sc, Al-Mg-Zr-Er несмотря на сравнительно низкое содержание циркония 0,25масс.%, возможно образование L1₂-фаз не только по непрерывному механизму распада с образованием компактных дисперсоидов, но и по прерывистому механизму распада с формированием веерообразных выделений у границ зерен, при этом при непрерывном распаде фазы Al₃Zr и Al₃(Sc,Zr) зарождаются гомогенно, а Al₃(Er,Zr) по гомогенному и гетерогенному механизмам.
3. Методом энергодисперсионного анализа установлено, что в сплаве Al-Mg-Zr-Er компактные выделения фазы Al₃(Er,Zr), образованные по непрерывному механизму, имеют равную атомную концентрацию Zr и Er, а концентрация Zr в продуктах прерывистого распада в среднем в 5 раз больше, чем Er.
4. Показано, что двухступенчатая термическая обработка слитков исследуемых сплавов Al-3%Mg-0,25%Zr, а также сплавов дополнительно легированных 0,25%Er или 1,2%Mn формирует высокую плотность равномерно распределенных L1₂ дисперсоидов среднего размера 7 нм, образованных по непрерывному механизму распада, обеспечивая практически нерекристаллизованную структуру при отжиге холоднокатаных листов до температуры 0,9T_{пл}. При этом в сплаве Al-3%Mg-0,25%Zr двухступенчатая гомогенизация обеспечивает на 15-20% более высокие значения прочностных характеристик по сравнению с кратковременными одноступенчатыми режимами отжига и проявление сверхпластичности с относительным удлинением 250-370% в интервале температур 440-480 °C и постоянных скоростей деформации $(0,1-1) \times 10^{-2} \text{с}^{-1}$. Легирование сплава 0,25%Er приводит к дополнительному увеличению предела текучести на 10% и относительных удлинений при сверхпластической деформации до 250-500%.
5. Установлено, что в сплавах Al-3Mg содержащих (1,0-1,2)Mn при отжиге литых образцов при 360 °C в течении 8-16 ч формируются компактные выделения квазикристаллической икосаэдрической фазы содержащей 89-92 ат. % Al и 7-10 ат.%Mn размерами 17-70 нм, благодаря чему повышается температура начала рекристаллизации и

прочностные характеристики сплавов по сравнению с высокотемпературным режимом при 460°C, типично используемом для гомогенизации марганец-содержащих слитков магналиев, который формирует выделения Mn-фазы размером 100-400 нм, не имеющей квазикристаллической структуры.

6. Показано, что плакированные сверхпластичными сплавами Al-3Mg-0,25Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr листы высокопрочного сплава Al-4Zn-4Mg-3Ni-0,8Cu-0,25Zr проявляют сверхпластичность в интервале постоянных скоростей деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ - $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температуре 440 °C с удлинением до разрушения до 630 %, что практически не отличается от показателей сплава-основы, при этом, плакирующий слой не имеет дефектов после сверхпластической деформации, а слой стандартной несверхпластичной плакировки разрушается и приводит к снижению удлинения в среднем в 1,3 раза.

7. Установлено, что прочностные характеристики плакированных образцов не более чем на 10% ниже, чем у сплава-основы, что объясняется меньшей прочностью материалов плакирующего слоя и диффузией отвечающих за прочностные характеристики легирующих элементов Zn и Mg из сплава-основы в плакирующий слой, при этом, плакирование обеспечивает хорошую коррозионную стойкость листов при снижении механических свойств не более чем на 2-10 % после вылеживания в коррозионно-агрессивной среде, в то время как свойства неплакированных образцов снижаются на 20-40 %.

8. Из листов сплава Al-Zn-Mg-Cu-Ni, плакированных исследованными сверхпластичными сплавами Al-3Mg-0,25Zr и Al-3Mg-0,25Er-0,25Zr методом сверхпластической формовки при скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ успешно изготовлены модельные детали, точно воспроизводящие гравюру матрицы, что подтверждает эффективность использования предложенных материалов плакировки для получения сверхпластичных при повышенных скоростях листов высокопрочного сплава с повышенной коррозионной стойкостью.

Основные результаты работы представлены в публикациях:

Журналы из перечня ВАК

1. Andrey Mochugovskiy, Natalia Tabachkova, Anastasia Mikhaylovskaya, Annealing induced precipitation of nanoscale icosahedral quasicrystals in aluminum based alloy, Materials Letters 247 (2019) 200–203
2. A.G. Mochugovskiy, A.V. Mikhaylovskaya, N.Yu. Tabachkova, V.K. Portnoy, Precipitation kinetics of L₁₂ phase in Al-Mg-Er-Zr alloy, Materials Science & Engineering A 744 (2019) 195–205

3. A.G. Mochugovskiy, A.V. Mikhaylovskaya, W. Mufalo, V.K. Portnoy , Superplasticity of Al-Mg-Zr alloy, Defect and Diffusion Forum 385 (2018) 114-119
4. A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, V.S. Levchenko, N.Yu. Tabachkova, W. Mufalo, V.K. Portnoy, Precipitation behaviour of L_{12} Al_3Zr phase in Al-Mg-Zr alloy, Materials Characterization 139 (2018) 30–37
5. A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, A.D. Kotov, O.A. Yakovtseva, M.V. Gorshenkov, V.K. Portnoy. Superplasticity of clad aluminium alloy. Journal of Materials Processing Technology 243 (2017) 355–364
6. А. Г. Мочуговский, А. В. Михайловская, В. С. Левченко, В. К. Портной, Влияние параметров обработки на зеренную структуру и механические свойства листов сплава Al-3%Mg с добавками Zr и Ti, МИТОМ 59 (2017) 357–362
7. A.V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy, A.G. Mochugovskiy, M.Yu. Zadorozhnyy, N.Yu. Tabachkova, I.S. Golovin. Effect of homogenisation treatment on precipitation, recrystallisation and properties of Al – 3% Mg – TM alloys (TM = Mn, Cr, Zr), Materials and Design 109 (2016) 197–208
8. Способ получения сверхпластичного плакированного материала на основе алюминия: пат. 2637842 Рос. Федерация : В23К 20/04 (2017.12) / Портной В.К., Михайловская А.В., Котов А.Д., Мочуговский А.Г.; заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС – № 2016144391; заявл. 2016.11.11; опубл. 2017.12.07, Бюл. № 34. – 8 с. (ВАК)