

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

Кищик Анна Алексеевна

РАЗРАБОТКА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Al–Mg
С ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬЮ

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

Москва, 2021

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Темпы развития металлургической промышленности регулярно повышают требования к новым материалам и технологиям получения полуфабрикатов и готовых изделий с улучшенным комплексом свойств. Полые детали сложной геометрии получают методом многостадийной холодной штамповки с промежуточными отжигами и сваркой элементов в деталь. Сварные соединения снижают прочность изделий и увеличивают их массу, увеличивают опасность коррозионных разрушений в месте сварного шва. Сверхпластическая формовка (СПФ) листовых заготовок позволяет производить цельные изделия сложной формы за одну операцию, сокращая количество сварных швов, уменьшая остаточные напряжения в изделии, снижая массу конструкции, позволяет в разы уменьшить стоимость штампового инструмента за счет его изготовления из дешевых материалов, например, чугуна или огнеупорной керамики. Для проявления эффекта сверхпластичности необходимо, чтобы размер зерна в листах сплава был менее 10 мкм при сохранении стабильности зеренной структуры во время сверхпластического течения. Чем меньше зерно, тем выше скорости формовки, выше производительность СПФ. Так, формовка из сплава системы Al–Mg–Mn деталей несложной конфигурации с типичной для этих сплавов скоростью 10^{-3} с^{-1} занимает более получаса, а увеличение скорости деформации на порядок позволит снизить время формовки до нескольких минут.

Из множества разработанных сверхпластичных алюминиевых сплавов нашли реальное использование лишь несколько: высокопрочный сплав AA7475 (Al–Zn–Mg–Cu), AA2004 (Al–Cu–Zr), магналии AA5083/Alnovi–1, Alnovi–U (Al–Mg–Mn–Cr). У большинства промышленных листов указанных алюминиевых сплавов с исходным перед сверхпластической деформацией размером зерна 7–10 мкм оптимальное значение скорости деформации находится в интервале $10^{-4} - 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при удлинении 300–500%. Для значимого повышения производительности формовки требуются сплавы способные к сверхпластической деформации со скоростью 10^{-2} с^{-1} и выше. Поскольку технология получения сверхпластичных листов сплавов типа AA5083 проста, сплавы не требуют дополнительной термической обработки и отличаются низкой себестоимостью, то наблюдается значительная экономическая выгода от их применения, по сравнению с термически упрочняемыми сплавами AA7475 и AA2004, в результате, на сегодняшний день магналии наиболее востребованы для СПФ. Таким образом, сплавы системы Al–Mg имеют большой потенциал для производства деталей методом СПФ. Однако, для повышения производительности метода необходимы магналии способные к высокоскоростной сверхпластической формовке, а значит имеющие более мелкозернистую и более стабильную структуру. Согласно данным литературы, бимодальное распределение частиц вторых фаз по размерам, благодаря реализации механизма стимулирования зарождения новых зерен недеформируемыми крупными частицами и сдерживания роста зерен дисперсными частицами, может обеспечить требуемую зеренную структуру и свойства. Сформировать необходимую структуру возможно путем изменения состава сплавов и режимов термической и деформационной обработок. Крупные частицы вторых фаз можно обеспечить легированием эвтектикообразующими элементами или выделением фазы Al_3Mg_2 из твердого раствора при гетерогенизационном отжиге (что показано для сплавов с 5 и 10% Mg), а дисперсные частицы – легирование элементами, образующими при литье пересыщенный твердый раствор на основе алюминия, способный к последующему распаду с выделением наноразмерных дисперсоидов. При этом в литературе недостаточно данных о формировании структуры при кристаллизации, термической и деформационной обработке и свойствах сложнолегированных магналиев с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам. Таким образом, были сформированы **цели и задачи данного исследования**.

Цель – изучить особенности формирования микроструктуры и свойств сплавов системы Al–Mg легированных эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими элементами для разработки новых сплавов на основе системы Al–Mg, обеспечивающих сверхпластичность при скоростях деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и выше, с уровнем механических свойств при комнатной температуре не ниже сплавов–аналогов.

Для достижения поставленной цели решали следующие **задачи**:

1. Изучить влияние концентрации магния и возможности использования гетерогенизационного отжига с выделением фазы Al_3Mg_2 на зеренную структуру и показатели сверхпластичности листовых заготовок сплавов.

2. Исследовать влияние эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов (Fe, Ni, Ce, Mn, Cr, Zr, Sc, Er) на микроструктуру исследуемых магналиев, их показатели сверхпластичности и механические свойства при комнатной температуре.
3. Предложить технологические режимы получения сверхпластичных полуфабрикатов новых сплавов, отвечающих цели исследования.

Работа была реализована при непосредственном участии соискателя в рамках нижеперечисленных научно-исследовательских проектов:

1. Государственное задание №0718–2020–0030 «Научные основы создания высокотехнологичных ультрамелкозернистых материалов на основе легких металлов с повышенными механическими свойствами и гетерогенной структурой композиционного и дуплексного типа» (2020–2022 гг).
2. Грант Российского научного фонда № 17–79–20426 от 27.07.2017 г. на выполнение научного проекта: «Ультрамелкозернистые «магналии» со структурой композиционного типа, обладающие повышенной прочностью и высокоскоростной сверхпластичностью».
3. Договор с Автономной некоммерческой образовательной организацией высшего профессионального образования «Сколковский институт науки и технологий» № 435–ISP CEI от 16.04.2014 г. на проведение научно-исследовательских работ по теме: «Разработка новых алюминиевых сплавов и конкурентно- и патентоспособных технологий получения листовых полуфабрикатов сверхпластичных при повышенных скоростях» (2014–2016 гг).
4. Договор 14898ГУ/2019 от 2019г. о предоставлении персонального гранта Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере для реализации научного проекта «Разработка сплава на основе системы Al–Mg с бимодальной структурой для высокоскоростной сверхпластической формовки» (У.М.Н.И.К.).

Научная новизна

1. Показано, что легирование сплавов Al–(4,8–5,8)%Mg совместно эвтектикообразующими Ni, Fe или Ce, Fe, Mn и дисперсоидообразующими Mn, Cr, Zr элементами обеспечивает структуру с бимодальным распределением по размерам частиц вторых фаз (крупных эвтектического происхождения, размерами 0,6–0,9 мкм и наноразмерных дисперсоидов 15–75 нм). Гетерогенная структура, благодаря стимулированию зарождения новых рекристаллизованных зерен крупными частицами и сдерживанию их роста дисперсоидами, обеспечивает перед началом сверхпластической деформации размер зерна 4–5 мкм и сверхпластичное состояние при постоянных скоростях деформации до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.
2. Показано, что совместное легирование сплавов типа магналий Sc и Zr или Er и Zr приводит к формированию перед началом сверхпластической деформации частично рекристаллизованной структуры, динамически рекристаллизующейся в процессе сверхпластической деформации в присутствии крупных эвтектических частиц Ni, Fe, Ce, Mn и Er–содержащих фаз, с формированием зерен среднего размера в диапазоне 3–5 мкм, что обеспечивает сверхпластичное состояние при скоростях деформации до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.
3. Установлено, что в процессе низкотемпературной гомогенизации в течение 24 часов при 360°C в сплаве системы Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr выделяются наноразмерные марганец-, хром- и железосодержащие дисперсоиды квазикристаллической икосаэдрической I–фазы, которые повышают стабильность зеренной структуры сплава при отжиге и высокотемпературной деформации, что обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности сплава.
4. Установлено, что увеличение объемной доли частиц микронного размера фаз эвтектического происхождения приводит к увеличению доли мелких рекристаллизованных зерен и повышает однородность зеренной структуры, формирующейся в сплавах в процессе горячей деформации методом всесторонней изотермическойковки. Частицы фазы Al_3FeNi средним размером $0,5 \pm 0,1$ мкм совместно с $\text{L1}_2 \text{ Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ дисперсоидами нанометрических размеров обеспечивают при всесторонней изотермическойковке формирование однородной ультрамелкозернистой структуры и высокоскоростную сверхпластичность.

Практическая значимость

1. Разработан и запатентован (международный патент WO2017078558A1) сплав на основе системы Al–Mg с добавками эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов, листы которого,

полученные термомеханической обработкой, включающей горячую и холодную прокатку, способны к сверхпластической деформации со скоростями до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и удлинениями до 600% и имеют предел текучести (250–270 МПа) и прочности (360–385 МПа), относительное удлинение (14–20)% при комнатной температуре. После 100% сверхпластической деформации сплава характеристики пластичности не снижаются, а прочностные характеристики снижаются не более чем на 35 МПа, сохраняя более высокий уровень прочности, чем сплавы аналоги.

2. Разработан сплав на основе системы Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr, листы которого, полученные термомеханической обработкой, включающей низкотемпературный гомогенизационный отжиг, горячую и холодную прокатку, способны к сверхпластической деформации при скоростях $(0,5–3) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с удлинениями 300–400% и имеют предел текучести 195 МПа и предел прочности 340 МПа при комнатной температуре (зарегистрировано Ноу–Хау: «Сплав для высокоскоростной сверхпластической формовки на основе алюминия с эвтектической составляющей» от 18.10.2018 г. № 13–2018).
3. Предложены режимы гомогенизационного отжига сплавов, обеспечивающие благодаря формированию высокой плотности наноразмерных дисперсоидов переходных металлов микроструктуру, повышенные механические свойства и высокоскоростную сверхпластичность экспериментальных сплавов.

Положения, выносимые на защиту

1. Закономерности формирования микроструктуры сплавов Al–(4,8–5,8)%Mg, легированных эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими элементами (Fe, Ce, Ni, Mn, Er, Zr, Sc).
2. Закономерности распада пересыщенного при литье твердого раствора на основе алюминия в процессе отжига слитка с образованием дисперсоидов алюминидов переходных металлов и их влияние на зеренную структуру, показатели сверхпластичности исследуемых сплавов после термомеханической обработки.
3. Закономерности влияния частиц фаз эвтектического происхождения на параметры зеренной структуры сплавов, формирующейся после термомеханической обработки и всесторонней изотермическойковки.
4. Составы и режимы обработки новых сплавов на основе системы Al–Mg, обеспечивающие способность к высокоскоростной сверхпластичности.

Вклад автора

Соискатель принимал активное участие в постановке экспериментов, проводил изготовление и подготовку образцов для исследования, проводил все основные эксперименты, исследования микроструктуры сплавов и определение показателей сверхпластичности, анализировал полученные результаты, принимал активное участие в подготовке научных публикаций.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы были представлены соискателем и обсуждены на всероссийских и международных научных конференциях:

1. Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов–2016» 11–15 апреля 2016 г.;
2. XXIII Уральская школа металловедов–термистов, посвященная 100–летию со дня рождения профессора А.А. Попова, Тольятти 2–6 февраля 2016 г.;
3. Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2016», Москва МГУ им. Ломоносова 11–15 апреля 2016 г.;
4. "Прочность неоднородных структур ПРОСТ–2016 19–21 апреля 2016г; Москва, НИТУ «МИСиС»;
5. IV–ая международная научно–практическая конференция «Инновационное развитие автоматизации, информационных и энергосберегающих технологий, металлургии и металловедения. Современное состояние, проблематика и перспективы», Москва, НИТУ «МИСиС», 2016 г.;
6. Научно–техническая конференция «Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и термической обработки легких сплавов», ВИАМ, Москва, 18.05.2016;

7. Открытая школа–конференция стран СНГ "Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы", 4–7 октября, 2016;
8. XIV Уральская школа–семинар металлословов–молодых ученых, Екатеринбург, УрФУ декабрь 2016 г.;
9. EuroSPF, Coventry, England, 13–15 September, 2017; Диплом за лучший доклад среди молодых ученых.
10. Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов–2018», 9 — 13 апреля 2018 года;
11. "Прочность неоднородных структур ПРОСТ–2018" Москва, МИСиС, 24–26 апреля 2018 г.;
12. Диплом лауреата конкурса «Молодые ученые» на XXV Международной промышленной выставке Металл–Экспо'2019;
13. Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2020», Москва, МГУ им. Ломоносова, 10–27 ноября 2020 года;
14. Шестой междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», Москва, РАН, 23–27 ноября 2020 г.;
15. Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2020 (УМЗНМ – 2020), Открытая школа–конференция стран СНГ, г. Уфа, ИПСМ РАН, 5–9 октября 2020 г.

Публикации

Основное содержание работы отражено в 8 статьях, входящих в перечень ВАК.

1. А.А. Кищик, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, В.К. Портной. Формирование микроструктуры и сверхпластичность магналиев, ФММ, том 118, №1 (2017) с. 101–108.
2. А.А. Kishchik, A.V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, O.V. Rofman, V.K. Portnoy, Al–Mg based alloy for high strain rate superplastic forming, Materials Science & Engineering A 718 (2018) 190–197
3. A. Kishchik, A. Mikhaylovskaya, A. Kotov, V. Portnoy, Effect of Homogenization Treatment on Superplastic Properties of Aluminum Based Alloy with Minor Zr and Sc Additions, Defect and Diffusion Forum, Vol. 385 (2018) pp. 84–90
4. А.А. Кищик, А.Д. Котов, А.В. Михайловская, Особенности микроструктуры и сверхпластичности при повышенных скоростях сплава системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr, ФММ, том 120, №10 (2019) с. 1–8
5. A.V. Mikhaylovskaya, A.A. Kishchik, A.D. Kotov, O.V. Rofman, N. Yu. Tabachkova, Precipitation behavior and high strain rate superplasticity in a novel fine–grained aluminum based alloy. Materials Science & Engineering A 760 (2019) pp. 37–46
6. А.А. Кищик, А.В. Михайловская, М.С. Кищик, А.Д. Котов, Влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и механические свойства сплава системы Al–Mg–Mn–Cr, ФММ, том 121, №5 (2020) с. 543–549
7. Mikhaylovskaya A.V., Kishchik A.A., Tabachkova, N.Yu. Kotov A.D., Cheverikin V.V. and Bazlov A.I. Microstructural Characterization and Tensile Properties of Al–Mg–Fe–Ce Alloy at Room and Elevated Temperatures, JOM 72 (2020) 1619–1626
8. Mosleh A.O.; Kotov A.D.; Kishchik A.A.; Rofman O.V.; Mikhaylovskaya A.V. Characterization of Superplastic Deformation Behavior for a Novel Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc Alloy: Arrhenius–Based Modeling and Artificial Neural Network Approach. *Appl. Sci.* 2021, 11, 2208.

Структура и объём. Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, выводов и списка литературы из 205 наименований, изложена на 150 страницах, содержит 100 рисунков и 13 таблиц.

Автор искренне благодарен научному руководителю к.т.н. Михайловской А.В., а также к.т.н. Левченко В.С., к.т.н. Чеверикину В.В., к.т.н. Просвирякову А.С., к.т.н. Кищику М.С., к.т.н. Яковцевой О.А., к.т.н. Мочуговскому А.Г., к.т.н. Котову А.Д., к.т.н. Базлову А.И. и Базлову И.В. за помощь в проведении экспериментов и практическое содействие в работе. Отдельную благодарность автор выражает проф. д.т.н. Портному В.К. за обсуждение результатов данной работы и помощь в организации экспериментов.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ сформулированы актуальность работы, основные цели, задачи, выносимые на защиту положения, сформирована научная новизна и практическая значимость.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ проведен анализ известных сверхпластичных сплавов на основе алюминия, приведены их особенности, свойства, определены достоинства и недостатки. Проанализировано влияние химического состава на свойства сплавов типа магналий. Проведен анализ влияния выбранных эвтектикообразующих элементов (Fe, Ni, Ce, Er) на структуру и свойства алюминиевых сплавов. Проанализированы основные методы создания ультрамелкозернистой структуры через принцип оптимизации гетерогенности микроструктуры, включающие торможение роста зерна, создание мест предпочтительного зарождения центров рекристаллизации, и путем интенсивной пластической деформации, в частности, рассмотрена всесторонняя изотермическая ковка, её влияние на микроструктуру и свойства промышленных сплавов. Сделано заключение по обзору литературы, на котором основывалась постановка цели работы, задач, выбора основных легирующих элементов и методов исследования.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ описаны химические составы сплавов, основные методы их получения, методы исследования микроструктуры и определения свойств. Для сплавов, полученных неоднократно или литьем с разной скоростью охлаждения, приведены интервалы концентрации легирующих элементов. Приготовление сплавов проводили в печи Nabertherm S3 в графито–шамотных тиглях с использованием алюминия A99 или A85, магния Mg95 и лигатур Al–10%Mn; Al–10%Cr, Al–5%Zr, Al–2,5%Sc, Al–10%Fe; Al–20%Ni, Al–20%Ce, Al–8,6%Er. Слитки получали наполнительным литьем в медную водоохлаждаемую изложницу со скоростью охлаждения при литье около 15 К/с и методом полунепрерывного литья со скоростью охлаждения около 3 К/с.

Термическую обработку слитков проводили в электрической печи с воздушной атмосферой Nabertherm N30/65A. Диапазон исследуемых температур и времен гомогенизационного отжига выбирали исходя из составов сплавов и данных литературы. Подробнее режимы обработки для каждой группы сплавов приведены в главах 3 и 4.

Пластическую деформацию прокаткой проводили на лабораторном прокатном стане марки УСП 133 с диаметром валков 200 мм, всестороннюю изотермическую ковку (ВИК) на прессе Norberg N365E. Горячую деформацию проводили при температурах 350–420°C. В зависимости от сплава деформацию при комнатной температуре проводили с обжатиями 50–87% без промежуточных отжигов или с промежуточными отжигами, гетерогенизационным 24 ч при 0,9 температуры сольвуса β -фазы Al_3Mg_2 или рекристаллизационным 5–10 минут при температуре 0,9 от температуры солидуса сплавов. Реализованная схема ВИК накапливала за одну операцию 0,7 истинной деформации и 2,1 за полный цикл смен осей деформации. Деформация шла по двум из трех осей, после каждой осадки образец поворачивали на 90° относительно исходного положения, для сохранения начальной геометрии образца. Для уменьшения трения использовали графитовую смазку. Скорость деформирования составляла 5 мм/мин, что соответствовало начальной скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, с уменьшением размера образца во время деформации скорость деформации увеличивалась до 10^{-2} с^{-1} . Было проведено до 6 полных циклов всесторонней изотермическойковки с накопленной деформацией до $\Sigma \epsilon = 12,6$.

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре марки Bruker D8 Advance, используя монокроматическое Cu–K α излучение. Микроструктуру сплавов изучали с помощью светового микроскопа (СМ) Axiovert 200 MMAT (Carl Zeiss, Oberkochen, Germany) и сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan–VEGA3 LMN с приставкой для энерго–дисперсионного (X–MAX80, Oxford Instruments) и EBSD–анализа (HKL NordlysMax, Oxford Instruments). Микрошлифы готовили методами механического шлифования и полирования. Для выявления зеренной структуры образцов проводили анодное оксидирование в 10% растворе фторбороводородной кислоты. Структуру анализировали в продольно–толщинном сечении листа. Средний размер частиц и зерен определяли методом случайных секущих, анализируя не менее 500 пересечений. Коэффициент формы (КФ) определяли как отношение продольного среднего размера к поперечному. Размер шага для EBSD сканирования составлял 0,2–0,4 мкм для выбранной площади 150×150 (50×50) мкм², высокоугловая граница соответствовала нижнему пределу разориентировки 15° (HAGBs, показаны черным цветом на EBSD картах), границы ниже этого предела, но более 2°, были классифицированы как малоугловые границы (LAGBs, показаны белым цветом на картах EBSD).

Для изучения дислокационной структуры и параметров дисперсоидов при помощи просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM–2000EX/JEM–2100 (ПЭМ) использовали

тонкие фольги, которые готовили механическим утонением до толщины $0,25 \pm 0,01$ мм с последующим электролитическим утонением на установке Struers TenuPol-5 в электролите состава А2. В зависимости от сплава напряжение составляло от 17 до 25 В и температура от -20 до 4 °С.

Показатели сверхпластичности – показатель скоростной чувствительности напряжения течения m , напряжение течения σ , относительное удлинение до разрыва δ при фиксированной скорости деформации $\dot{\epsilon}$ и температуре T , определяли по результатам испытаний на одноосное растяжение с постоянной скоростью деформации и в условиях ступенчатого увеличения скорости деформации на испытательной машине Walter Bay LFM100. При испытаниях со ступенчатым увеличением скорости образец на каждой скорости деформировали на 2%, после чего скорость увеличивали в 1,5 раза в интервале скоростей 10^{-5} – 10^{-1} с $^{-1}$ и строили зависимости напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах. Для листа толщиной 1,0–1,17 мм рабочая часть образца имела размеры 14×6 мм.

Механические свойства при комнатной температуре определяли при помощи универсальной испытательной машины Zwick Z250 со скоростью деформирования 4 мм/мин. Образцы имели размеры согласно стандарту ASTM E8/E8M – 11. Коррозионную стойкость оценивали по ГОСТ Р 9.905–2007 выдерживая в водном растворе 3% NaCl, 0,1% H₂O₂ в течение 15 и 30 суток (H₂O₂ добавляли каждые 5 суток), после чего визуально оценивали состояние поверхности образцов и изменения механических свойств при комнатной температуре испытаниями на одноосное растяжение. Использовали также экспресс тест, выдерживая в водном растворе 5,7% NaCl, 0,3% H₂O₂ 24 часа, после которого визуально оценивали поверхность образцов и анализировали механические свойства.

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ с целью анализа влияния концентрации магния и

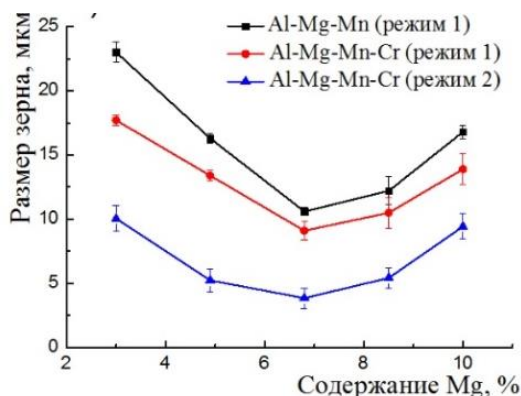


Рис. 1 – Зависимость размера зерна после рекристаллизационного отжига от содержания магния в сплавах Al–Mg с Mn и Cr и режима получения листа.

гетерогенизационного отжига на размер зерен в рекристаллизованном состоянии исследовали двойные сплавы системы Al–Mg, сплавы с 0,7%Mn, или 0,7%Mn и 0,2%Cr совместно. Структура представлена твердым раствором на основе алюминия и, при повышенном содержании магния, дополнительно β -фазой, которая растворялась при гомогенизационном отжиге при 430 °С, 5 ч. Структура сплавов с добавками Mn и Cr после литья аналогична двойным сплавам, частиц фаз, содержащих ПМ не наблюдали. Листы получены горячей деформацией при 420 °С, с последующей деформацией по двум режимам: режим 1 – холодная прокатка; режим 2 – холодная прокатка с тем же суммарным обжатием, но с промежуточным гетерогенизационным отжигом при температуре $0,9T_{\text{сольвуса}}$ сплавов. Проанализирована зеренная структура после постдеформационного отжига 20 мин при температуре $0,97T_{\text{пл}}$. В двойных сплавах размер зерна уменьшался с увеличением содержания Mg до 8,5% и далее не менялся в пределах доверительного интервала. В сплавах с добавками Mn или Mn и Cr зависимость размера рекристаллизованного зерна от концентрации магния проходит через выраженный минимум при концентрации магния 6,8% (рис.1). ПЭМ-анализ рекристаллизованных листов сплавов с Mn и Cr показал, что с увеличением концентрации магния меняется распределение частиц дисперсоидов фазы типа Al₆Mn (рис.2). В сплавах, содержащих до 6,8% Mg, частицы распределены достаточно равномерно по телу зерен и их средний размер варьировался в интервале (60–70 нм). При концентрации магния 6,8% и выше частицы образуют конгломераты (рис.2 в,г). В сплаве с 6,8% Mg скопления частиц единичны. Неоднородность распределения дисперсоидов в сильнолегированных сплавах приводит к уменьшению эффективности сдерживания роста зерен при рекристаллизации и огрублению структуры.

При любой концентрации магния в сплавах с добавкой хрома размер зерна меньше, чем в сплавах, содержащих только марганец. При получении листов по режиму 1 наименьший средний размер зерна составлял $9,1 \pm 0,7$ мкм при 6,8%Mg в сплаве с Mn и Cr. В случае обработки по режиму 2 в процессе гетерогенизационного отжига выделялись частицы фазы Al_3Mg_2 , которые

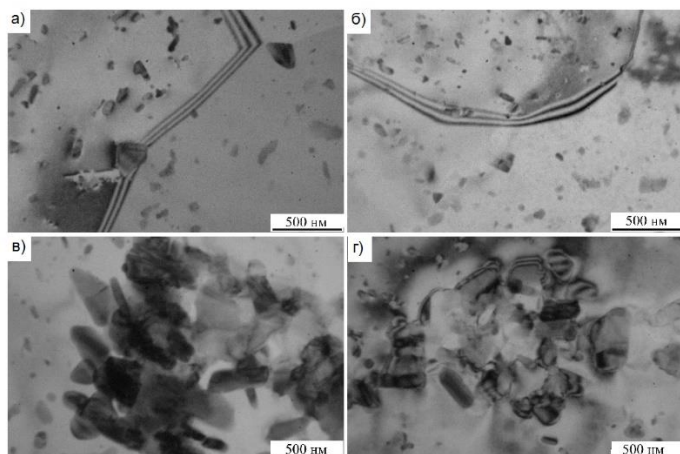


Рис. 2 – Структура в ПЭМ: Al-5Mg-Mn-Cr (a); Al-6,8Mg-Mn-Cr (б); Al-8,5Mg-Mn-Cr (в); Al-10Mg-Mn-Cr (г).

могут служить местами зарождения новых зерен при рекристаллизации. Применение промежуточного гетерогенизационного отжига эффективно измельчает зерно в сплавах, с минимумом в $3,8 \pm 0,2$ мкм при 6,8%Mg (рис.1), однако приводит к недопустимому растрескиванию кромки листа в сплавах с содержанием магния 6,8% и выше.

Повышение содержания Mg с 3 до 6,8% приводило к уменьшению напряжения течения и росту оптимальных скоростей сверхпластической деформации, соответствующих максимуму m . При этом сплавы с хромом имели большие удлинения при температуре $0,97T_{пл}$ и постоянной скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , чем сплавы без хрома. Наибольшее удлинение получено в сплаве Al-6,8Mg-0,7Mn-0,2Cr с наименьшим размером зерна. Таким образом, для формирования зеренной структуры около 4 мкм, способного обеспечить сверхпластичность при повышенных скоростях, требуется около 7%Mg и высокие степени обжатия при холодной прокатке, с промежуточной гетерогенизацией, т.е. технологии труднореализуемые для сильнолегированных магналиев. Таким образом, необходим поиск альтернативных химических составов сплавов, способных к высокоскоростной сверхпластичности.

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено формирование микроструктуры сплавов экспериментальных составов с разной долей частиц фаз эвтектического происхождения. Для выбора концентраций легирующих элементов экспериментальных сплавов использовали *Thermo-Calc* (базы данных TTAL5, TCIAL4) и данные литературы. Состав сплавов для исследования (таблица 1) выбирали, исходя из идеи создать сплавы с бимодальным распределением частиц по размерам. Для этого необходимы сплавы, в которых в процессе кристаллизации будет образовываться эвтектика с частицами вторых фаз микронных размеров.

Таблица 1 – Химический состав исследуемых сплавов с разной долей частиц фаз эвтектического происхождения.

Сплав (Маркировка)	Легирующие элементы, масс. %										Объемная доля частиц фаз эвтектического происхождения, %
	Mg	Fe	Ni	Ce	Mn	Cr	Zr	Sc	Er	Si	
Al-Mg-1,2Mn	4,7– 4,9	<0,05	–	–	1,2	–	–	–	–	<0,01	$1,4 \pm 0,3$
Al-Mg-1,2Mn- Cr / Alnovi-U	4,7– 4,9	<0,05	–	–	1,2	0,1	–	–	–	<0,01	$1,6 \pm 0,3$
Al-Mg-Er-Zr	4,9	<0,05	–	–	–	–	0,3	–	0,3	<0,01	$1,5 \pm 0,3$
Al-5,8Mg-Ni-Fe	5,7	0,5	0,9	–	–	–	–	–	–	<0,01	$6,2 \pm 0,8$
Al-5,8Mg-Ni- Fe-Mn-Cr-Zr	5,8	0,6	0,8	–	0,6	0,15	0,1	–	–	<0,01	$6,6 \pm 0,8$
Al-4,8Mg-Ni- Fe-Mn-Cr-Zr	4,7– 4,9	0,6–1,0	0,9– 1,0	–	0,6– 0,7	0,15	0,1– 0,15	–	–	<0,01	$6,6 \pm 0,6$

Продолжение таблицы 1

Сплав (Маркировка)	Легирующие элементы, масс. %										Объемная доля частиц фаз эвтектического происхождения, %
	Mg	Fe	Ni	Ce	Mn	Cr	Zr	Sc	Er	Si	
Al-4,8Mg- Ni-Fe-Mn- Cr-Zr (A85)	4,8	0,7	0,9	–	0,6	0,1 5	0,1	–	–	<0,06	6,7±0,7
Al-4,8Mg- Ni-Fe-Mn-Cr	4,9	0,6	1,0	–	0,7	0,1 5	–	–	–	<0,01	6,6±0,7
Al-Mg-Ni- Fe-0,3Zr	4,7	0,9	0,9	–	–	–	0,3	–	–	<0,01	6,1±0,4
Al-Mg-Ni- Fe-Zr-0,1Sc	4,7 – 4,9	0,8– 1,0	0,9 – 1,0	–	<0, 05	–	0,15– 0,2	0,1	–	<0,01	6,0±0,3
Al-Mg-Ni- Fe-Zr-0,05Sc	4,9	0,9	0,9	–	–	–	0,25	0,05	–	<0,01	6,0±0,3
Al-Mg-Ni- Zr-Sc	4,9	<0,06	1.1 – 3.9	–	–	–	0,25	0,05	–	<0,01	3±1 (1Ni), 6±1 (2%Ni), 9±1 (4%Ni)
Al-Mg-Ce- Fe	4,8	0,6	–	0,8	–	–	–	–	–	<0,01	4,0±0,5
Al-Mg-Ce- Fe-Mn-Cr	4,7 – 4,9	0,6– 0,7	–	0,8 – 0,9	0,6 – 0,7	0,1	0,05– 0,15	–	–	<0,01	5,0±0,5
Al-Mg-Ce- Fe-Mn-Cr (A85)	4,8	0,7	–	0,8	0,6	0,1	0,05	–	–	<0,06	5,6±0,5
Al-Mg-Ce- Fe-0,3Zr	4,8	0,6	–	1,0	–	–	0,3	–	–	<0,01	4,1±0,5
Al-Mg-Ce- Fe-Zr-Sc	4,8	0,6	–	1,0	–	–	0,2	0,1	–	<0,01	4,2±0,5

По данным литературы, частицы фаз эвтектического происхождения образуют переходные металлы, Ni, Fe, Ce, Er, Mn и др. Дисперсоиды размерами 5–50 нм можно получить выделением из пересыщенного твердого раствора алюминидов Mn, Cr, Zr, Er, Sc, и др. При повышении концентрации марганца (более ~1% для промышленных условий охлаждения при литье слитков) и эрбия (более ~0,1%), формируется пересыщенный данными элементами твердый раствор и кристаллизуется эвтектическая фаза Al_6Mn и Al_3Er , соответственно. В сплавах с повышенным содержанием циркония (0,2–0,3%) повышение концентрации магния более 5% недопустимо из-за необходимости значительного перегрева расплава и, соответственно, риска угара магния. В виду того, что повышение концентрации магния потребует уменьшения содержания дисперсоидообразующих элементов, снизит технологичность при литье и прокатке, выбрано содержание магния в не более 5,8%.

Структура сплавов с 1,2% Mn после литья представлена (Al), $\beta-Al_3Mg_2$ и богатой марганцем (и хромом, в сплавах с хромом) фазой эвтектического происхождения по периферии дендритных ячеек (рис.3а,б). Размер частиц марганцовистой фазы равен $1,8\pm0,2$ мкм и $0,8\pm0,1$ мкм, объемная доля не превышает 2%, средний размер зерна составил 245 ± 30 и 220 ± 20 мкм, в сплавах Al-Mg-Mn и Al-Mg-Mn-Cr соответственно.

В сплаве Al-Mg-Er-Zr после литья средний размер частиц эвтектической фазы Al_3Er составил $2,5\pm0,3$ мкм, средний размер зерна 50 ± 4 мкм, первичных кристаллов с Zr не выявили (рис.3в). Доля фаз кристаллизационного происхождения в данных сплавах также менее 2%.

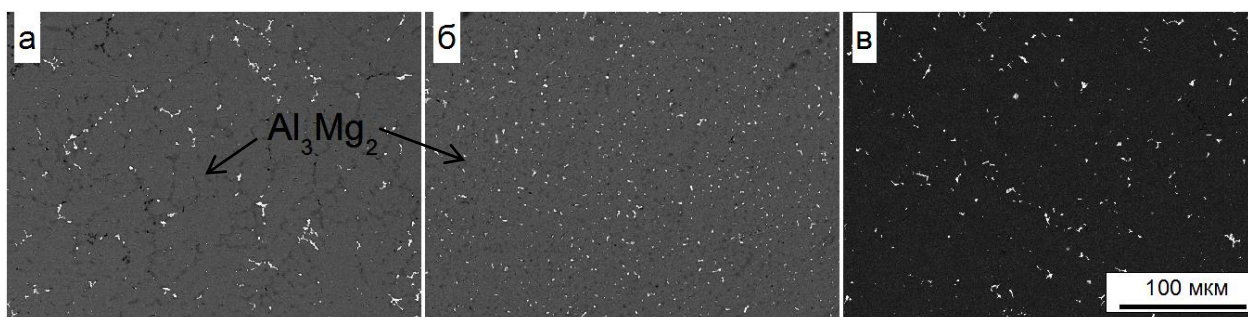


Рис. 3 – Структура сплавов Al–Mg–Mn (а), Al–Mg–Mn–Cr (б) и Al–Mg–Fe–Zr (в) после литья.

В сплавах с Ni и Fe, а также с добавками Mn, Cr, Zr и Sc литая структура в основном представлена (Al) и дисперсной эвтектикой, богатой в зависимости от состава сплава Ni и Fe или Fe и Mn (рис.4). Zr и Sc входили в состав твердого раствора без образования частиц вторых фаз при литье. В сплавах системы Al–Mg–Fe–Ce не содержащих Mn после литья выявили фазы эвтектического происхождения, обогащенные Ce ($Al_{11}Ce_3$) и Fe и Ce ($Al_{10}Fe_2Ce$) (рис.5).

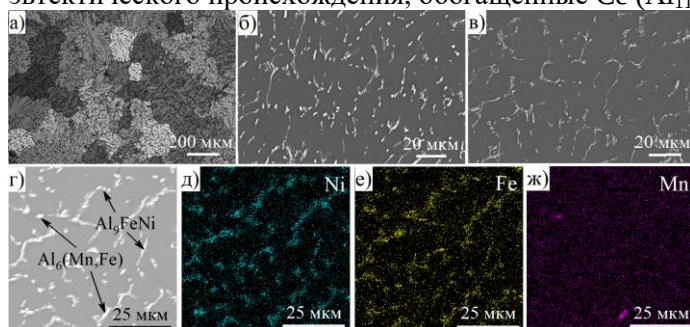


Рис. 4 – Структура сплава Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr после литья (а,б) и гомогенизационного отжига (в).

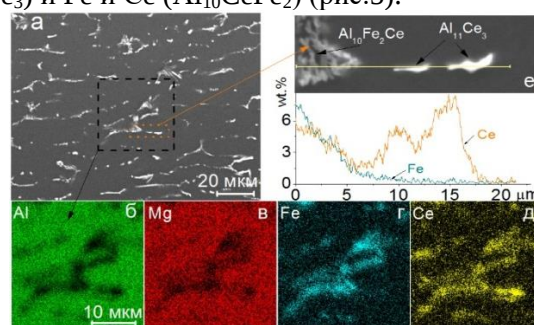


Рис. 5 – Микроструктура после литья сплава Al–Mg–Fe–Ce.

В сплаве Al–Mg–Fe–Ce с добавками Mn и Cr согласно данным рентгенофазового анализа определены фазы $Al_{10}Mn_2Ce$, $Al_{20}Mn_2Ce$, $Al_{10}Fe_2Ce$ и $Al_{13}Fe_4$. В СЭМ обнаружены три типа фаз, отличающихся морфологией и контрастностью, фаза обогащенная Ce, Mn, Cr (тип А); Ce, Fe и Mn (тип В); Fe и Mn (тип С) (рис.6). ПЭМ-ЭДА анализ (рис.7) выявил те же три типа фаз.

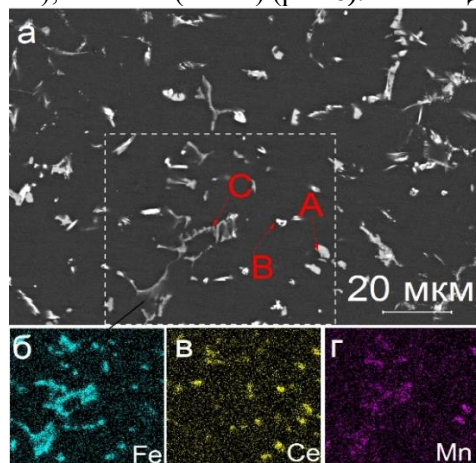


Рис. 6 – Микроструктура сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr после литья.

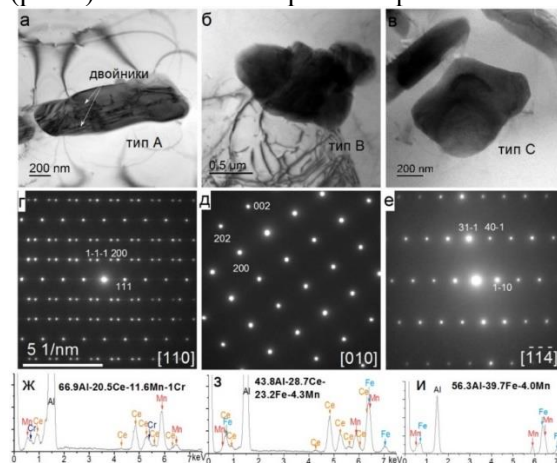


Рис. 7 – ПЭМ-изображения эвтектических частиц (а–в), дифракционные картины (г–е).

По данным анализа карт дифракции фаза А-типа имеет структурный тип фазы $Al_{20}Mn_2Ce$ с кубической решеткой и характерными для нее двойниками. Фаза В-типа – $Al_{10}Fe_2Ce$. Фаза С-типа принадлежит к $Al_{13}Fe_4$ с моноклинной решеткой. Объемная доля частиц в сплавах с Fe и Ce и Fe и Ni составила 4–7%, частицы имели в литом состоянии размер 0,8–1,6 мкм и КФ=0,6, после гомогенизационного отжига и прокатки частицы эвтектического происхождения

фрагментируются и сферодизируются, приобретая КФ около 0,8 при среднем размере в интервале 0,6–0,9 мкм в зависимости от сплава.

Для оценки влияния примесей на микроструктуру и свойства были получены сплавы систем Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr на алюминии марки А85. Микроструктура сплавов качественно отличается наличием фазы Mg_2Si . При использовании А85 алюминия происходит огрубление частиц вторых фаз в сплаве с Ce–Fe, средний размер частиц составил $1,5 \pm 0,2$ мкм. В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr полученном на А85 средний размер частиц $1,0 \pm 0,2$ мкм.

Влияние режима отжига слитка на параметры дисперсоидов. В процессе гомогенизационного отжига в исследуемых сплавах проходит выравнивание состава по Mg, растворение избыточной β -фазы (Al_2Mg_3) (непосредственно гомогенизация), изменение морфологии фаз кристаллизационного происхождения и выделение дисперсоидов (гетерогенизация).

Гомогенизационный отжиг сплавов системы Al–Mg–Mn–(Cr) проводили в течение 8 ч при трех температурах: 360, 400 и 450°C. Частицы эвтектического происхождения не меняли морфологию при отжиге. Согласно данным литературы в сплавах возможно выделение дисперсоидов фаз $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ и $Al_{18}Mg_3Cr_2$. С увеличением температуры отжига с 360 до 450°C средний размер частиц дисперсоидов возрастает с 35 ± 3 нм до 90 ± 4 и 130 ± 10 нм (с Cr и без Cr, соответственно). Дисперсоиды при низкотемпературном отжиге имели квазикристаллическую структуру (рис.9), чего не наблюдали при более высоких температурах. После горячей и холодной прокатки дисперсоиды варьировались в пределах 30–40 нм в случае предварительной гомогенизации при 360°C и 40–85 нм после более высокотемпературной гомогенизации.

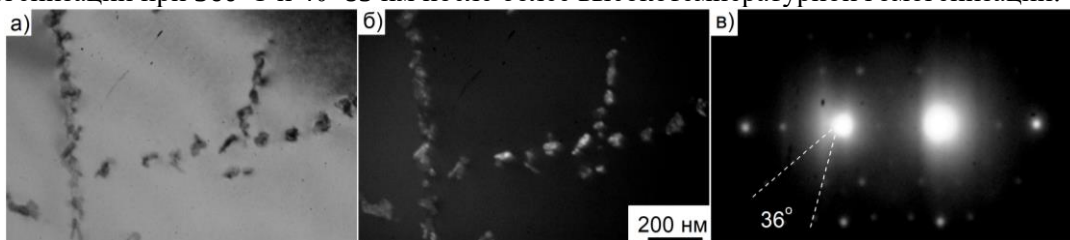


Рис. 9 – Структура сплава Al–Mg–Mn после гомогенизационного отжига при 360°C, 8 часов.

В сплавах Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr после гомогенизационного отжига (430°C, 5 ч+500°C, 3 ч) обнаружены дисперсоиды двух основных типов: (1) вытянутые размером до 250 нм в длину и до 80 нм в ширину (рис.10 а,г,д) и (2) компактные выделения $L1_2$ -фазы Al_3Zr средним размером 15 ± 1 нм (рис.10 а,б).

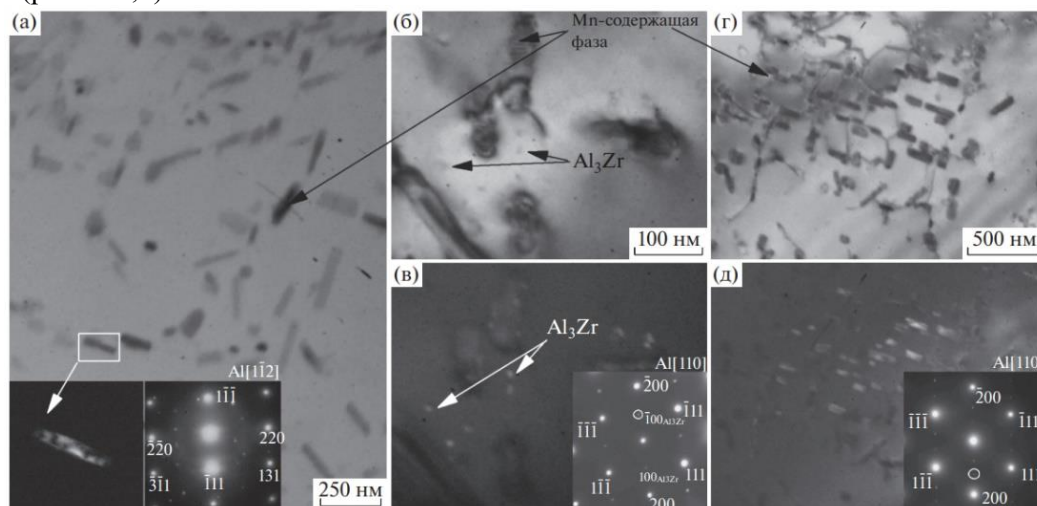


Рис. 10 – Частицы после гомогенизационного отжига сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr.

Дисперсоиды в основном некогерентны матрице (рис.10а, врезки). При этом, группы вытянутых дисперсоидов (не принадлежащих $L1_2$ фазе) демонстрировали упорядоченное расположение рефлексов частицы и матрицы (рис.10д). Анализ морфологии частиц и

дифракционных картин предполагает выделение фазы типа Al_6Mn , и возможно небольшого количества $Al_{18}Mg_3Cr_2$. Средний размер дисперсоидов (за исключением $L1_2$) после термомеханической обработки составил 75 ± 10 нм, Al_3Zr фазы – 15 ± 1 нм.

Для сплава $Al-Mg-Ni-Fe-Zr-Sc$ исследованы одноступенчатые ($400^\circ C$, 12 и 24 часа) и двухступенчатые с низкотемпературной первой ступенью режимы гомогенизационного отжига ($400^\circ C$, 5ч. + $470^\circ C$, 3ч и $430^\circ C$, 5ч. + $500^\circ C$, 3ч). Когерентные алюминиевой матрице частицы $L1_2$ фазы образуются при всех исследованных режимах обработки, но их размер и механизмы выделения отличаются (рис.11г–е).

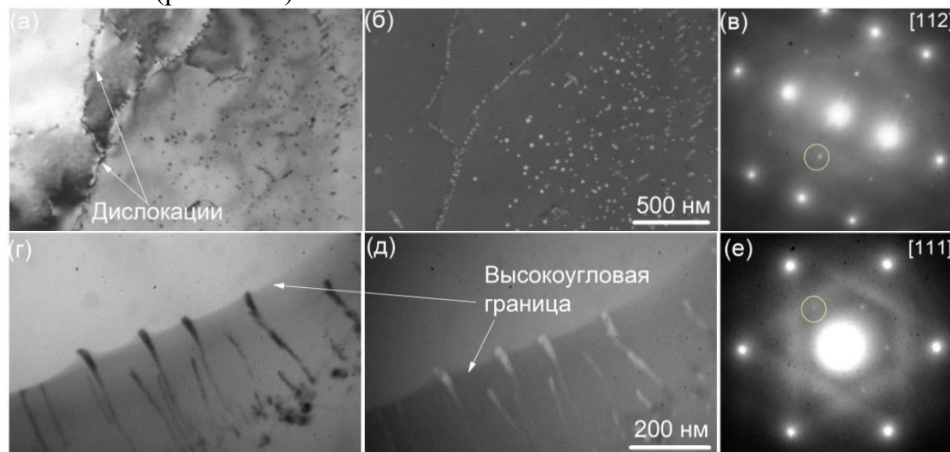


Рис. 11 – Структура образцов, отожженных по двухступенчатым режимам (а–д) и по одноступенчатым режимам (е).

В образцах, отожженных в одну ступень при $400^\circ C$, наблюдали как непрерывный, так и прерывистый механизмы распада твердого раствора с образованием $L1_2$ -фазы $Al_3(Sc,Zr)$. Непрерывно образующиеся дисперсоиды среднего размера 11 ± 1 нм в основном гетерогенно зарождались на дислокациях и малоугловых границах зерен после одноступенчатого отжига. После двухступенчатого отжига наблюдали дисперсоиды $L1_2-Al_3(Sc,Zr)$, образовавшиеся только

по непрерывному механизму распада. Частицы зарождались гетерогенно на дислокациях и малоугловых границах, а также в свободных от дислокаций пространствах, т.е. вероятно гомогенно. Средний размер дисперсоидов составил 14 ± 1 нм после отжига ($400^\circ C + 470^\circ C$), и 20 ± 2 нм после отжига ($430^\circ C + 500^\circ C$).

На рисунке 12 представлены микроструктуры сплава $Al-Mg-Ce-Fe-Mn-Cr$ после разных режимов отжига слитка. Зарождение компактных дисперсоидов размерами 17–62 нм (средний размер 38 ± 5 нм) наблюдали преимущественно вблизи дислокаций и дислокационных стенок после 24 ч отжига при $360^\circ C$ (рис.12а,б,г и д).

Рефлексы на дифракциях характерны для оси симметрии пятого порядка (рис.12в,е), что свидетельствует о квазикристаллической структуре дисперсоидов. Ось симметрии второго порядка квазикристаллов близка к оси зоны $[110]$ алюминия, что типично для I-фазы (рис.12е).

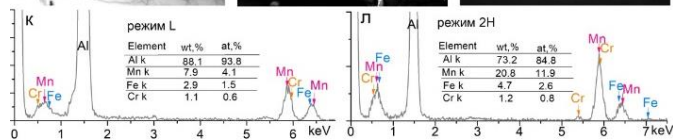


Рис. 12 – Микроструктуры образцов, отожжённые при $360^\circ C$ (а–е) и в две ступени $360^\circ C$ и $500^\circ C$ (ж–и).

Эшби–Браун контраст в светлом поле, муаровый контраст, а также частичное совпадение плоскостей дисперсоидов с плоскостями матрицы (рис. 13), подразумевает их

частичную когерентность. Наблюдаемые квазикристаллические частицы содержали Al, Mn, Fe и Cr. Концентрация Si в исследуемом сплаве была крайне низкой, соответственно Si не выявлен в частицах ПЭМ-ЭДА методом.

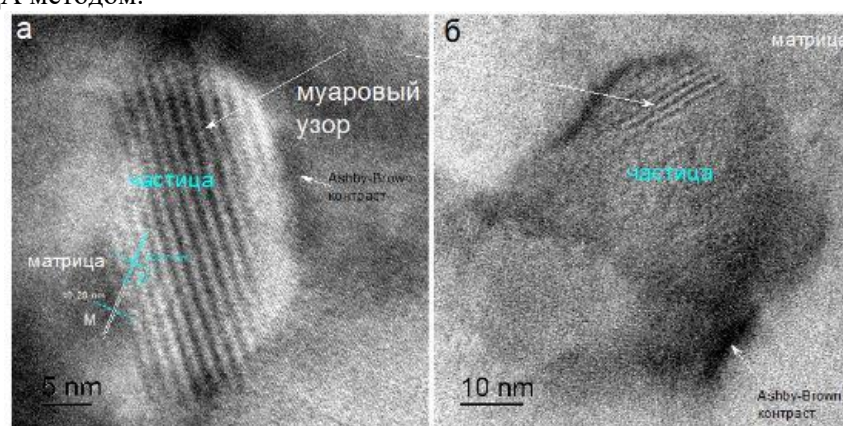


Рис. 13 – Изображения дисперсидов в алюминиевой матрице в высоком расширении, полученные из образцов, отожженных при 360°C.

Более крупные вытянутые дисперсиды размером 40–250 нм наблюдали после высокотемпературной обработки по режиму 2 (360°C, 24 ч + 500°C, 3 ч) (рис.12ж-и). Дисперсиды расположены по периферии дендритных ячеек. Атомное соотношение элементов предполагает, что Mn в орторомбической фазе Al_6Mn частично замещен на Fe и Cr.

Были опробованы несколько режимов деформационной обработки слитков для получения листов на примере сплавов Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Fe–Ni–0,3Zr и Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc. *Режим А:* горячая прокатка с обжатием 60%, холодная прокатка с обжатием 65%, отжиг 5 мин при 500°C, холодная прокатка с обжатием 60%. *Режим В:* горячая прокатка с обжатием 80%, холодная прокатка с обжатием 65%. *Режим С:* Горячая прокатка 87%, прокатка при комнатной температуре с обжатием 50%. В сплавах с добавками Mn–Cr–(0,1Zr) более мелкозернистая и равноосная структура формировалась по режиму А. В листах сплава Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc, полученных по технологии А, формируется частично рекристаллизованная структура с большой долей рекристаллизованного объема. Применение же режима С с меньшей степенью обжатия при холодной прокатке, после отжига при температурах до 0,97T_{пл} обеспечивает формирование практически нерекристаллизованной структуры с зернами вытянутыми вдоль направления прокатки.

По результатам анализа микроструктуры листов сплавов, полученных по разным режимам, было решено, что в дальнейшем в работе сплавы с добавками Mn–Cr–(0,1Zr) будут получены по режиму типа А, с большей степенью обжатия при прокатке при комнатной температуре. Сплавы, легированные 0,3%Zr или Zr,Sc будут получены по режиму типа С со степенью деформации при холодной прокатке не более 50%.

Микроструктура листов после отжига, имитирующего нагрев до температуры сверхпластической деформации.

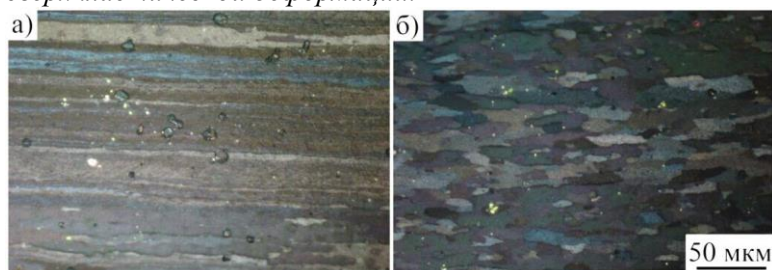


Рис. 14 – Зеренная структура в листах после рекристаллизационного отжига в течение 20 минут при 400°C сплава Al–Mg–Mn, полученные с предварительным гомогенизационным отжигом в течение 8 часов при: 360°C (а), 450°C (б).

Зеренная структура листов сплава Al–Mg–Mn после отжига холоднокатаного листа при 400°C, при использовании гомогенизации при 360°C, 8 часов сохраняет нерекристаллизованное состояние (рис. 14а), что обеспечивается, благодаря дисперсидам около 40 нм, эффективно сдерживающим движение дислокаций (рис. 15). Отметим, что FFT картина

демонстрирует типичную для дифракции I-фазы ось симметрии второго порядка. В образцах, подвергнутых более высокотемпературной гомогенизации, полностью проходит рекристаллизация (рис. 14б).

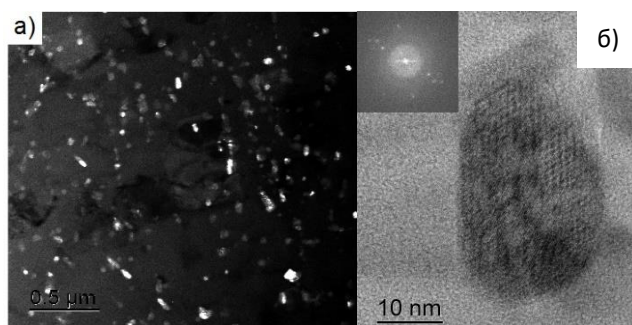


Рис. 15 – Дисперсоиды после отжига холоднокатаных листов сплава Al-Mg-Mn при температуре 350°C предварительно обработанных с использованием гомогенизационного отжига 8 часов при 360°C.

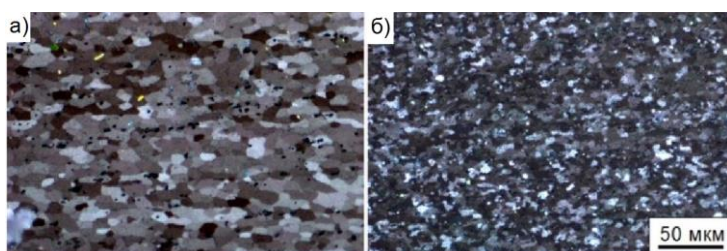


Рис. 16 – Микроструктура сплавов Al-Mg-Mn-Cr (a) и Al-Mg-Ni-Fe-Mn-Cr-Zr (б) после 20 мин отжига при температуре 540°C.

Средний размер зерна в листах сплавов с малой долей (менее 2%) частиц фаз микронных размеров, Al-Mg-Mn-Cr, в том числе Al₃U, после подсолидусного рекристаллизационного отжига, имитирующего структуру перед началом сверхпластической деформации, варьировался в диапазоне 7–9 мкм в зависимости от сплава (рис.16а).

Отжиг холоднокатаных листов сплава Al-Mg-Ni-Fe-Mn-Cr-Zr формирует практически равноосную рекристаллизованную структуру со средним размером зерна $3,9 \pm 0,3$ мкм при 5,8% Mg (рис.16б). При уменьшении содержания магния до 4,8% размер зерна увеличивается до $4,7 \pm 0,3$ мкм, в сплаве близкого состава без циркония, т.е. без нанодисперсоидов Al₃Zr, средний размер зерна составил $6,0 \pm 0,4$ мкм.

В сплавах системы Al-Mg-Ce-Fe и Al-Mg-Fe-Ni полностью рекристаллизованная зеренная структура сформирована после отжига при $0,97T_{пл}$, а средний размер зерен составил $8,3 \pm 0,5$ и $8,6 \pm 0,4$ мкм. Зерна вытянуты в направлении прокатки с КФ 0,8 (рис.17а). Отметим, что средний размер зерна более 50 мкм был получен у аналогично обработанных листов сплава Al-4,9% Mg (рис.1). Т.е. добавки, образующие 4–6% крупных частиц микронного размера, обеспечили микроструктуру, уменьшив средний размер зерна в семь раз по сравнению с

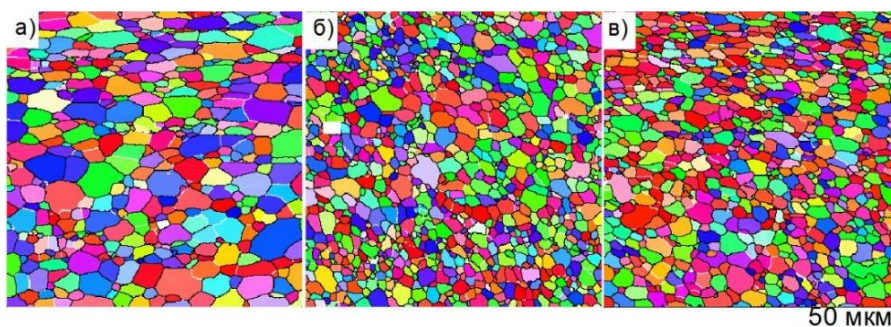


Рис. 17 –EBSD карты сплавов Al-Mg-Ce-Fe (a), Al-Mg-Ce-Fe-Mn (б,в): гомогенизация при 360°C (б), гомогенизация в две ступени при 360 и 500°C (в) после рекристаллизационного отжига при 540°C ($0,97T_{пл}$).

двойным сплавом вероятно благодаря способности крупных частиц стимулировать зарождение новых зерен при рекристаллизации. В сплаве Al-Mg-Ce-Fe-Mn-Cr с 5% частиц микронных размеров и наноразмерным дисперсоидами перед началом сверхпластической

деформации при $0,97T_{пл}$ наблюдали рекристаллизованную однородную зеренную структуру (рис. 17б,в). В листе, предварительно гомогенизированном по высокотемпературному режиму 2, КФ зерен 0,9 их средний размер $5,3 \pm 0,2$ мкм. Низкотемпературная гомогенизация по режиму 1, формирующая более дисперсные частицы I-фазы, обеспечила несколько более мелкое рекристаллизованное зерно среднего размера $4,7 \pm 0,2$ мкм после деформационной обработки.

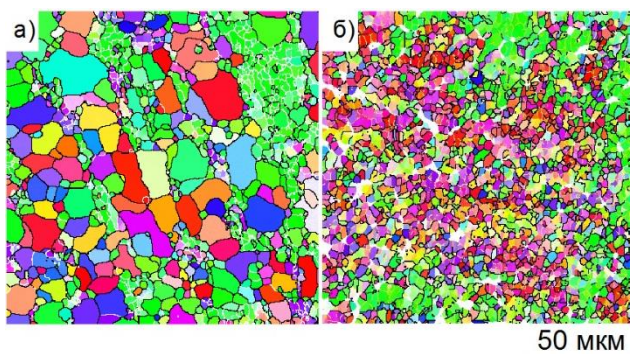


Рис. 18 – EBSD карты сплавов Al–Mg–Er–Zr (а) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc после 20 мин отжига при $\sim 0,87T_{пл}$ (б).

при $0,9T_{пл}$ также сохраняли частично нерекристаллизованную структуру с размером зерна в рекристаллизованном объеме $5,5 \pm 0,3$ мкм. В сплавах Al–Mg–Ni–Fe–Zr с добавкой (0,05–0,1%) скандия после подсолидусного отжига формируется однородная структура с доминированием нерекристаллизованных областей. При этом, листы сплава, обработанные по двухступенчатому режиму гомогенизационного отжига ($400+470^\circ\text{C}$) имели большую долю нерекристаллизованных участков (рис.18б) в сравнении с другими режимами обработки, что можно объяснить формированием при данном режиме отжига более высокой плотности дисперсоидов L_{12} $Al_3(Sc,Zr)$ фазы и их большей однородностью распределения.

Для сплавов, полученных с использованием алюминия А85, структура после отжига холоднокатаного листа представлена мелкими равноосными зернами, со средним размером зерна $4,4 \pm 0,2$ и $7,0 \pm 0,3$ мкм в сплаве Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr, соответственно. Размер зерна сплава с Fe–Ni не отличаются от размера зерна сплава, полученного на алюминии высокой чистоты, а в сплаве с Ce–Fe зерно несколько крупнее, чем при пониженном содержании примесей, что можно объяснить формированием более грубых частиц фаз кристаллизационного происхождения.

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ описаны показатели сверхпластичности экспериментальных сплавов и проведен анализ микроструктурных изменений при сверхпластическом течении. Известно, что традиционные магналии с исходной рекристаллизованной структурой сверхпластичны при подсолидусных температурах ($0,95-0,97T_{пл}$). Оптимальные значения постоянной скорости деформации листов промышленного сплава Al–Mg–Ni–U составили $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, относительное удлинение при этой скорости 300%. При скорости 10^{-2} с^{-1} относительное удлинение не превышало 250%. В образцах сплавов системы Al–Mg–Mn–(Cr), схожего с Al–Mg–Ni–U состава и структуры с объемной долей микронных частиц <2%, при скорости 10^{-2} с^{-1} удлинения также не превысили 250%. Сплав только с 6% крупных частиц, но без дисперсоидов, также демонстрирует малые удлинения и оптимальную скорость деформации около 10^{-3} с^{-1} (рис.19). Относительное удлинение сплавов Al–(4,8–5,8)Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr с 6–7% микронных частиц эвтектического происхождения и дисперсоидами 15–75 нм, показатели сверхпластичности значительно лучше. При постоянной скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ удлинение около 600%, при $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ – 400%, $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ – 300% (рис.19). В сплаве без добавки 0,1%Zr, т.е. содержащем марганцовистые дисперсоиды размером 75 нм, показатели сверхпластичности близки к сплаву с Zr.

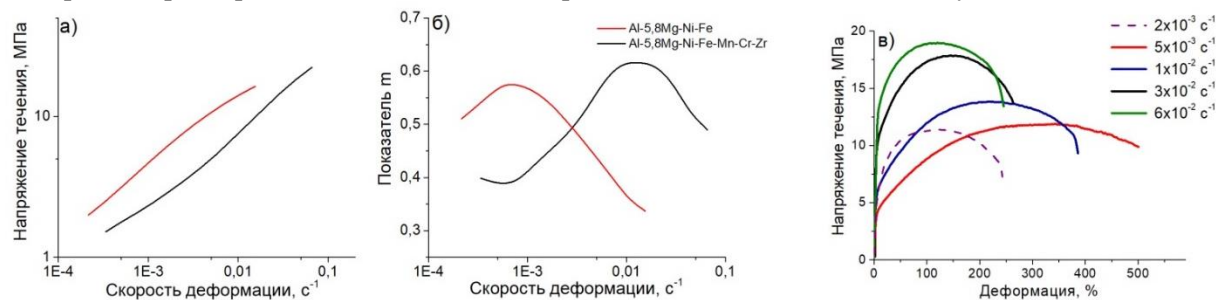


Рис. 19 – Зависимость напряжения течения (а) и показателя скорости чувствительности m (б) от скорости деформации и относительное удлинение при разных скоростях деформации сплава Al–5,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr (в).

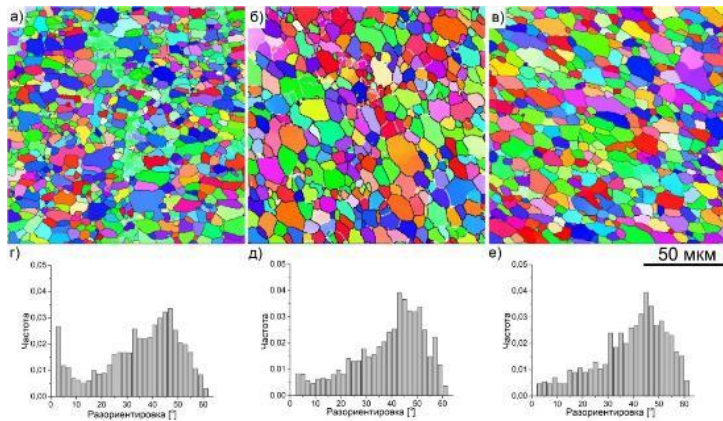


Рис. 20 – Микроструктура сплава Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr до и после сверхпластической деформации при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} , 540°C : исходное состояние (а,г); после 100% деформации (б,д) и после 300% деформации (в,е).

Сплав Al–Mg–Fe–Ce, содержащий только крупные частицы фаз эвтектического происхождения, демонстрирует сверхпластичность в области низких скоростей деформации – при $0,97T_{\text{пл}}$ и скорости деформации $7 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, соответствующей максимальному уровню показателя скоростной чувствительности m относительно удлинения 300%. Низкие удлинения и скорости проявления сверхпластичности сплава результат значительного динамического роста зерна в отсутствие дисперсоидов. Введение Mn–Cr, обеспечивающих формирование частиц дисперсоидов, способствует уменьшению размера зерна и повышению его термической и деформационной стабильности, что повышает скорости деформации и удлинения. Сплав системы Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr имел показатель скоростной чувствительности $m=0,4–0,6$ в диапазоне

скоростей деформации $1 \times 10^{-3} – 3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при $0,92T_{\text{пл}}$ и $0,97T_{\text{пл}}$ с $m>0,3$ до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ (рис.21).

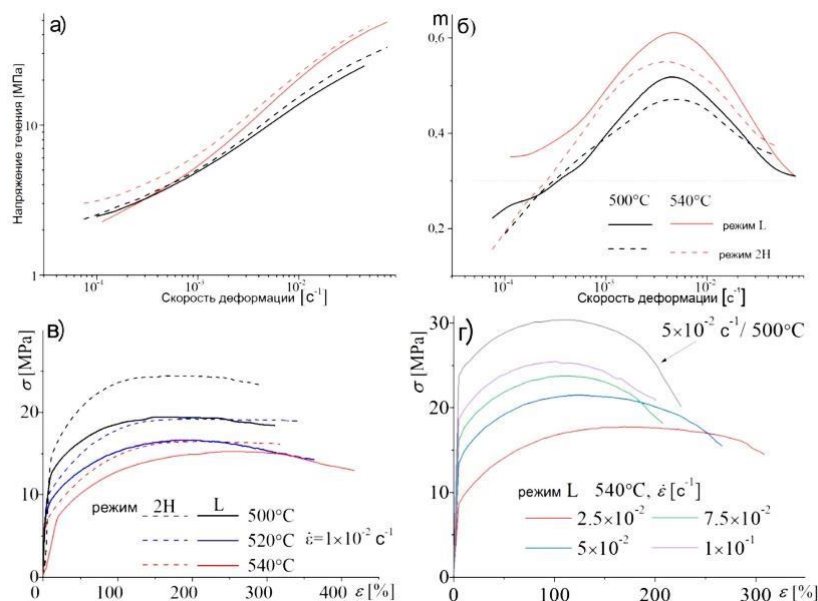


Рис. 21 – Зависимости напряжения течения (а) и показателя m от скорости деформации (б), и от степени деформации при различных температурах и постоянных скоростях деформации (в и г) сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr.

течения и большее относительное удлинение. В процессе деформации на 200% при температуре 500°C и скорости 10^{-2} с^{-1} (рис.22) доля малоугловых границ увеличивалась с 2–3 до 15–20% после 200% сверхпластической деформации.

В процессе деформации сплава Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr с постоянной скоростью $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температуре $0,97T_{\text{пл}}$ наблюдали динамический рост зерен с их вытягиванием вдоль оси деформации – средний размер увеличивался с $4,8 \pm 0,4 \text{ мкм}$ перед деформацией до $6,5 \pm 0,5 \text{ мкм}$ после 100% и $7,4 \pm 0,5 \text{ мкм}$ после 300% деформации (рис.20). ПЭМ обнаружено повышение плотности дислокаций в теле зерен с увеличением степени деформации, т.е. признаками действия механизма внутризеренного дислокационного скольжения.

Максимальное относительное удлинение 430% наблюдали при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре 540°C (рис.21в), относительное удлинение достигло 300% при $2,5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 21г) и превысило 200% при скоростях деформации до $7,5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Образцы, полученные с

использованием низкотемпературного отжига после литья (360°C), т.е. содержащие дисперсоиды меньшего размера, показали более низкие значения напряжения

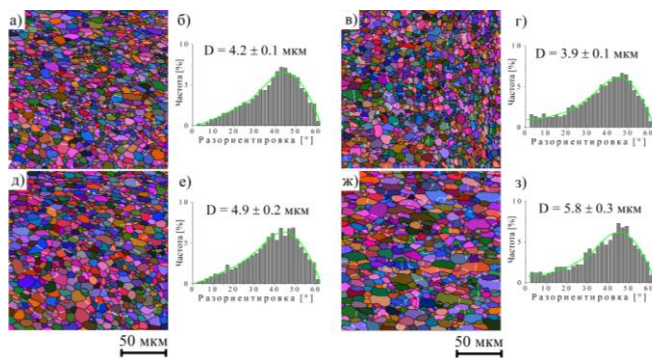


Рис. 22 – Эволюция микроструктуры в процессе деформации сплава Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr гомогенизированных в одну ступень 360°C (а-г) и в две ступени 360+500°C (д-з) при скорости деформации 10^{-2} c^{-1} , 500°C: исходное состояние (а,д); после 200% деформации (в,ж).

Средний размер зерна увеличился до $5,8 \pm 0,3$ мкм, а КФ уменьшился до 0,6 в листах, гомогенизированных с использованием высокотемпературной второй ступени. И наоборот, средний размер зерна несколько уменьшился с $4,2 \pm 0,1$ до $3,9 \pm 0,1$ мкм, а КФ увеличился до 0,9 при сверхпластической деформации в листах, предварительно гомогенизированных в одну ступень при температуре 360°C. Благодаря дисперсным Mn-содержащим частицам, низкотемпературный режим гомогенизации обеспечил более мелкую и более равноосную рекристаллизованную зеренную структуру перед началом сверхпластической деформации по

сравнению с двухступенчатым высокотемпературным режимом. В результате низкотемпературная обработка слитка сплава Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr обеспечила рост удлинений и уменьшение напряжения течения.

При использовании алюминия А85 взамен А99 показатели сверхпластичности сплавов с Ni-Fe не ухудшаются, а в сплаве с Ce-Fe относительное удлинение при скорости деформации 10^{-2} c^{-1} снижается в 1,6 раза, а напряжение течения повышается на 10% из-за огрубления частиц эвтектического происхождения и увеличения среднего размера зерна.

Вторая группа сплавов с повышенным содержанием Zr (0,2–0,3%), Sc или Er, сохраняла частично нерекристаллизованную структуру перед сверхпластической деформацией, и микроструктура в этих сплавах формировалась при деформации. Сплавы с 4,8Mg с Ni-Fe или Fe-Ce дополнительно легированные только 0,3Zr показали относительное удлинение более 400% и высокие значения m при температурах 500–520°C ($0,91\text{--}0,94T_{\text{пл}}$) и скоростях деформации до 10^{-2} c^{-1} , т.е. демонстрировали высокоскоростную сверхпластичность.

Сплав Al-Mg-Ni-Fe-Zr-Sc с высокой плотностью распределения $L1_2$ нанодисперсоидов и 6% частиц средним размером 0,9 мкм демонстрирует сверхпластичность в широкой области температур 460 – 540°C ($0,87\text{--}0,97T_{\text{пл}}$) и постоянных скоростей деформации $2 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ (рис.23). Значения напряжения течения закономерно уменьшаются с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации.

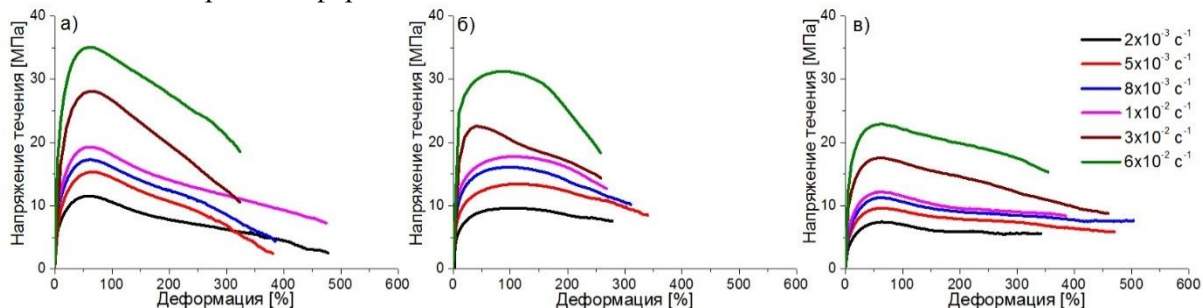


Рис. 23 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al-Mg-Ni-Fe-Zr-Sc при разных скоростях деформации и температурах: 460°C (а), 500°C (б) и 540°C (в).

Показатель скоростной чувствительности m , рассчитанный по данным испытаний с постоянной скоростью деформации после 50–300% деформации, больше 0,3 при скоростях до $1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$. Максимальный уровень показателя m соответствовал скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ при температуре 460°C, при этом значение m незначительно увеличивалось с 0,4 до 0,5 при увеличении степени деформации с 50 до 300%, что является признаком формирования динамически рекристаллизованной структуры и увеличения доли зерен способных к зернограничному скольжению. Снижение содержания скандия в сплаве с 0,1 до 0,05% минимально сказывается на показателях сверхпластичности, сплав имеет относительное

удлинение более 300% при скоростях до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, и максимальные значения удлинений 500% при скорости $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

В сплаве Al-Mg-Ce-Fe-0,2Zr-0,1Sc отличающемся сниженной до 4% долей около микронных частиц, относительные удлинения несколько ниже, а напряжения течения выше, чем у сплава с Ni и Fe с 6% частиц вторых фаз. Удлинение до 350% достигается при температуре 500°C и скоростях деформации $2 \times 10^{-3} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. В сплаве Al-Mg-Er-Zr удлинение в 500–550% достигнуто при температуре 480°C в широком диапазоне скоростей деформации $2 \times 10^{-3} - 3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис.24).

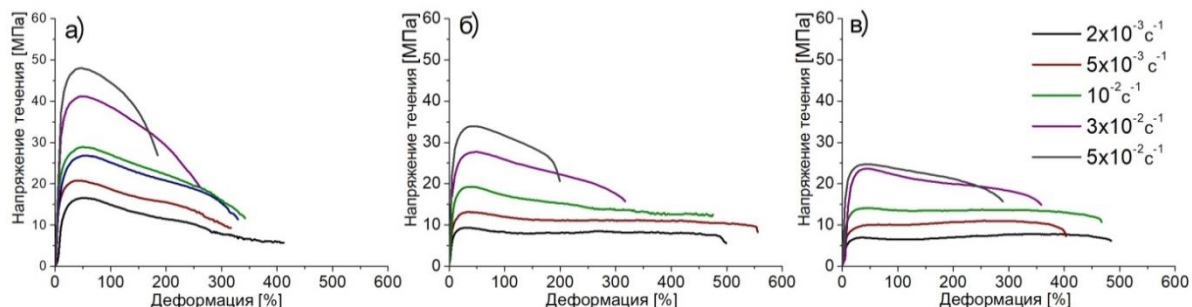


Рис. 24 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al-Mg-Er-Zr при разных температурах и скоростях деформации: 440°C (а), 480°C (б) и 520°C (в).

При температуре 440°C достаточное для промышленной формовки удлинение достигается при скоростях деформации $2 \times 10^{-3} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, а при температуре 520°C – во всем исследуемом диапазоне скоростей деформации.

В процессе сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ в сплавах со скандием и эрбием происходит динамическая рекристаллизация, приводящая к увеличению доли высокоугловых границ зерен (рис.25) при уменьшении доли малоугловых границ. Средний размер рекристаллизованных зерен, после 300% деформации в сплаве со скандием уменьшился с $3,6 \pm 0,2$ до $3,0 \pm 0,1$ мкм, в сплаве с эрбием с $4,6 \pm 0,3$ до $3,7 \pm 0,2$ мкм. Если в сплаве со скандием и большой долей крупных частиц зеренная структура достаточно однородна, то в сплаве с эрбием структура менее однородна, средний размер зерна уменьшается за счет появления участков новых мелких зерен, размером около 1 мкм с сохранением участков более крупных зерен размером до 30 мкм. В обоих сплавах перед началом деформации наблюдали острую текстуру, которая значительно размывалась в результате деформации. Кроме динамической рекристаллизации, ослабление текстуры при сверхпластической деформации возможно за счет случайных разворотов зерен, сопровождающих зернограницное скольжение, основной механизм сверхпластической деформации. Действие динамической рекристаллизации в сплавах с Er и Sc подтверждается повышением плотности дислокаций в сплаве на начальной стадии сверхпластической деформации, при этом, после 300% деформации плотность дислокаций в теле зерен низкая.

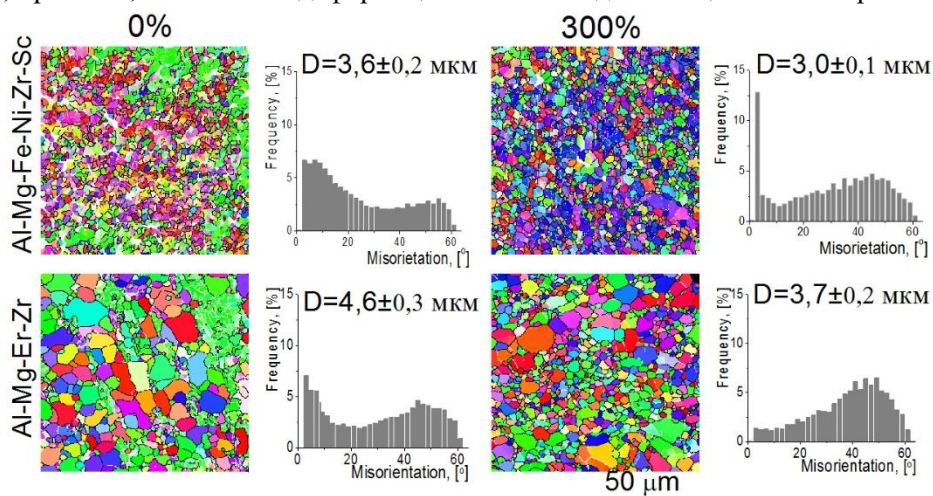


Рис. 25 – Эволюция микроструктуры сплавов Al-Mg-Ni-Fe-Zr-Sc и Al-Mg-Er-Zr в исходном состоянии и после деформации на 300%.

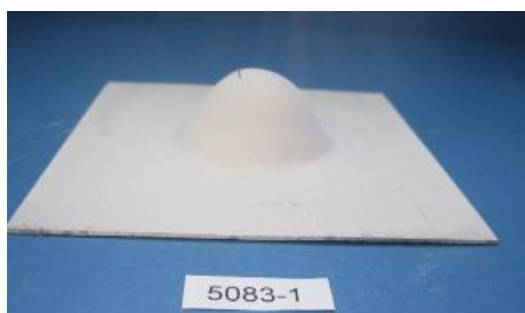
Остаточная пористость была сравнена для образцов сплавов Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr, Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc и Al–Mg–Er–Zr после 100 и 300% при оптимальных для каждого сплава режимах деформации. В сплавах с Fe–Ni объёмная доля пор не превышала 2% после деформации 300%. Сплав Al–Mg–Er–Zr продемонстрировал наибольшую долю остаточной пористости – объёмная доля пор 10% после 100% деформации и 25% после 300% деформации.

Таблица 2 – Показатели промышленного теста сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и AA5083sp.

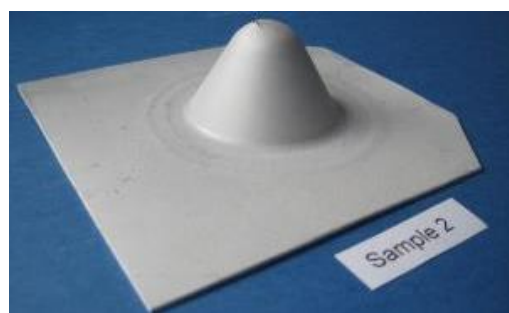
Материал	Т формовки, °C	Скорость деформации, с ⁻¹	Высота купола, мм
Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	495	1×10^{-2}	29,5
AA5083sp	552	1×10^{-2}	22,6
	545	1×10^{-3}	27,0

Для сравнения формуемости разработанного сплава системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr со сплавом AA5083 была использована промышленная технологическая проба выдувкой конуса из листа. Тест был проведен на

предприятии FormTech, Германия (табл.2, рис.26а,б).



а



б



в



г

Рис. 26 – Внешний вид конуса полученного сверхпластической формовкой сплава AA5083sp (а) и сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (б) при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . Модельные детали, полученные методом сверхпластической формовки: модель «крест» (в), модель «купол» (г).

По данным испытаний на одноосное растяжение, скорость $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ близка к оптимальной для разработанного сплава. Для промышленного сплава AA5083sp оптимальная скорость деформации соответствует $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, поэтому сплав AA5083sp испытывали при двух скоростях деформации. При одинаковой скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ экспериментальный сплав имел высоту купола на 30% больше, чем AA5083sp. При сопоставлении полученных значений при оптимальных скоростях деформации показано, что высота конуса разработанного сплава на 10% больше, чем сплава AA5083sp (таблица 2), т.е. экспериментальный сплав имеет лучшие показатели при на порядок большей скорости деформации. Способность сплава к высокоскоростной сверхпластичности была подтверждена получением методом СПФ модельных деталей сложной формы (рис.26 в,г).

В ШЕСТОЙ ГЛАВЕ изучена эволюция структуры при всесторонней изотермической ковке (ВИК). С целью формирования ультрамелкозернистой структуры использовали ВИК при температуре 350°C для сплавов: Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc с 4,8% Mg. ВИК повлияла на параметры частиц фаз эвтектического

происхождения, в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc после отжига гомогенизации слитка полученного методом полунепрерывного литья средний размер частиц составил $1,2 \pm 0,1$ мкм с КФ=0,8. После 6 циклов ВИК с накопленной деформацией $\sum \epsilon = 12,6$ частицы кристаллизационного происхождения уменьшились и более равномерно распределялись по объёму образца. Средний их размер после 2–6 циклов ковки варьировался от $0,6 \pm 0,1$ мкм до $0,5 \pm 0,1$ мкм, а КФ увеличился до 0,9 (рис.27). Таким образом, ВИК обеспечила получение равноосных компактных частиц. Увеличение степени накопленной деформации с 2,1 до 12,6 позволило увеличить долю структуры с мелкими рекристаллизованными зернами с 20 до 95%.

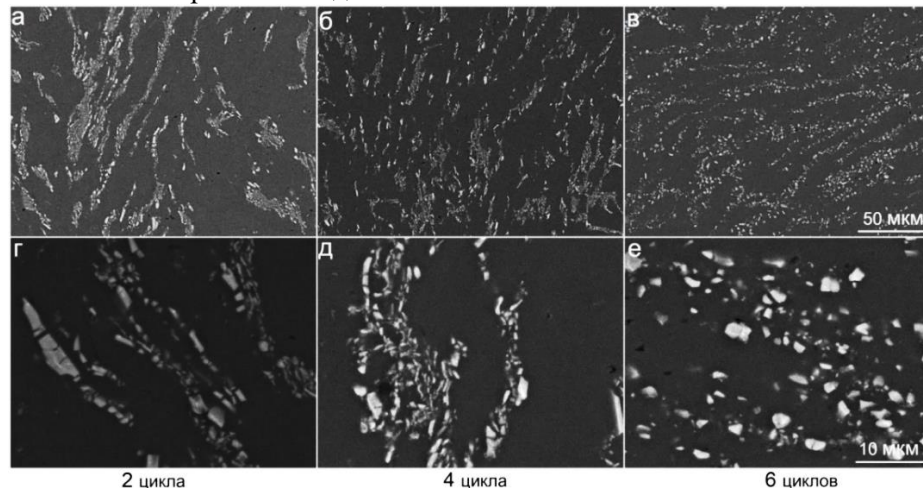


Рис. 27 – Изменение морфологии фазы Al_9FeNi в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc в процессе ВИК при $350^\circ C$ после 2 циклов (а,г), 4 циклов (б,д) и 6 циклов (в,е).

После 6 циклов ВИК ($\sum \epsilon = 12,6$) в сплавах Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr наблюдали бимодальное распределение зерен по размерам с участками структуры с размерами зерен 10–100 мкм и участками равноосных мелких зерен размером менее 10 мкм (рис.28 д,е,ж,з). При этом, сплавы с Ce, Fe, Ni, т.е. 4–7% микронных частиц фаз эвтектического происхождения демонстрировали значительно более однородную зеренную структуру с 80% долей мелких рекристаллизованных зерен против 50% в сплаве Al–Mg–Mn–Cr, содержащем менее 2% микронных частиц.

В сплавах со Sc и Zr при увеличении объемной доли частиц фазы эвтектического происхождения с 3 до 9% наблюдали увеличение однородности зеренной структуры и доли рекристаллизованных мелкозернистых участков как после 3 циклов ВИК, так и после 5 циклов. При прочих равных в сплаве с 6% частиц размером $0,5 \pm 0,1$ мкм формируется однородная рекристаллизованная структура в 95% объема образца после 6 циклов ВИК, а в сплаве с 9% частиц близкого размера уже после 5 циклов. При 3% объемной доли крупных частиц зеренная структура остается неоднородной после ВИК. Среди разрабатываемых экспериментальных сплавов наиболее однородной зеренной структурой после ВИК обладал сплав Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc с крупными частицами эвтектической фазы Al_9FeNi и наноразмерными $L1_2$ $Al_3(Sc, Zr)$ дисперсоидами. Средний размер зерна в этом сплаве после всесторонней ковки по результатам EBSD анализа составил $1,7 \pm 0,2$ мкм.

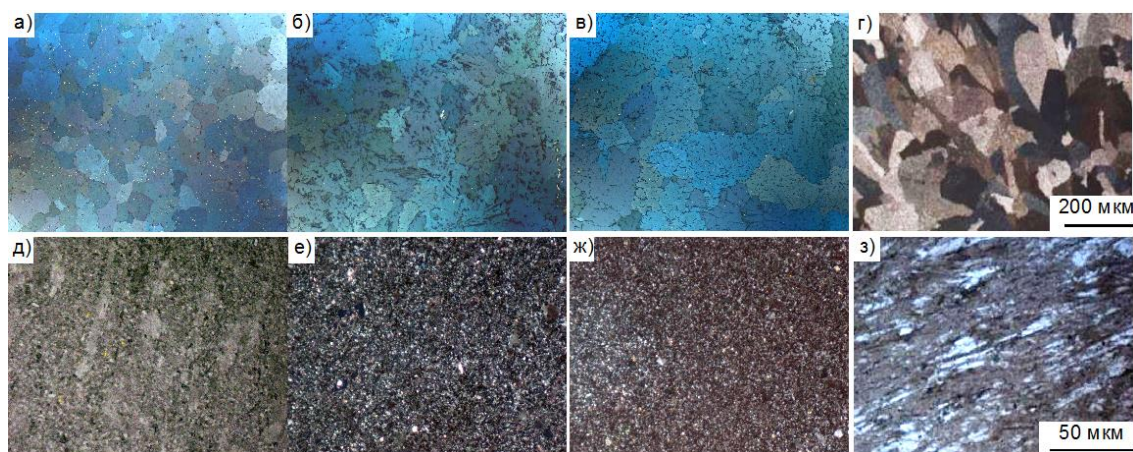


Рис. 28 – Микроструктура после гомогенизационного отжига (а,б,в,г) и ВИК (д,е,ж,з) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,д), Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (б,е), Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (в,ж) и Al–Mg–Ni–Zr–S (г,з).

ПЭМ анализ образцов после ВИК выявил смешанную структуру с присутствием мало- и высокоугловых границ зерен. В структуре наблюдали высокую плотность дислокаций и стенок из дислокаций. Частицы дисперсоидов в сплаве Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr сохранили компактную форму (рис.29д), а в сплаве Al–Mg–Mn–Cr, исходные вытянутые частицы марганцевистой фазы фрагментировались до среднего размера 50 ± 6 нм (рис.29г). Дисперсоиды $Al_3(Sc,Zr)$ в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc не изменили структурный тип, морфологию и размер после ВИК.

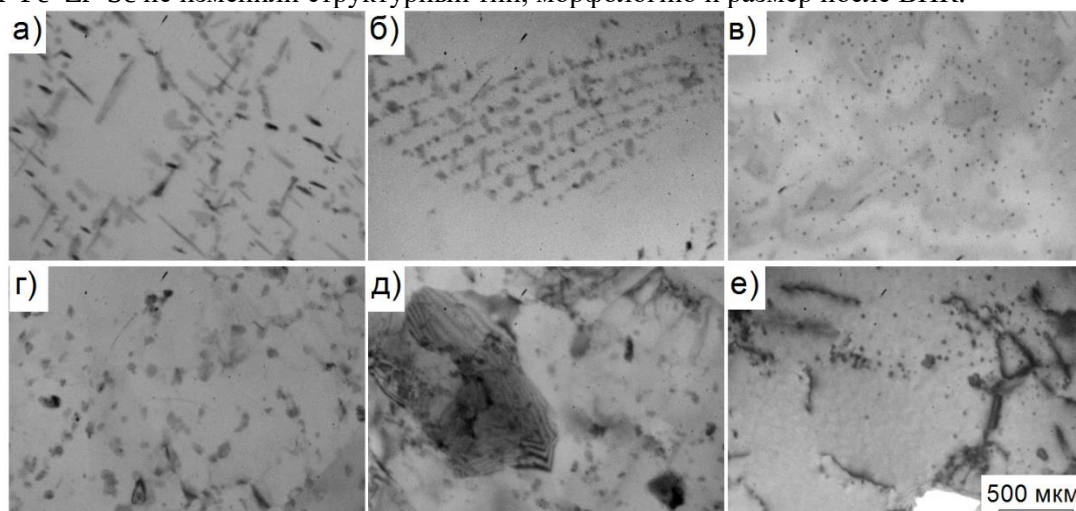


Рис. 29 - ПЭМ структура образцов после гомогенизационного отжига (а,б,в) и после ВИК, 6 циклов (г,д,е) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,г), Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (б,д) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (в,е).

Термическая стабильность структуры, сформированной ВИК, проанализирована при $460^\circ\text{C}/0,87T_{\text{пл}}$ и $540^\circ\text{C}/0,97T_{\text{пл}}$ (рис.30). После отжига сплавов Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr с Mn в качестве основного дисперсоидообразующего элемента формируется неоднородная структура с участками мелких зерен в несколько микрометров и крупнозернистыми участками с зернами в десятки микрометров и сплавы ожидаемо не проявляют признаков сверхпластичности. В сплаве Al–Mg–Ni–Fe с Zr и Sc структура сохраняла однородность со средним размером зерна при $0,97T_{\text{пл}}$ – $8,5 \pm 0,5$ мкм и при $0,87T_{\text{пл}}$ – $3,6 \pm 0,5$ мкм (рис. 30б,г), т.е. наноразмерные $L1_2$ -дисперсоиды эффективно сдерживают миграцию границ зерен, ожидаемо обеспечивая повышенную стабильность зеренной структуры, по сравнению с более крупными дисперсоидами марганцевистых фаз. Сплав Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc, подвергнутый ВИК проявляет сверхпластичность при повышенных скоростях деформации, как и образцы сплава, полученные простой термомеханической обработкой, включающей горячую и холодную прокатку (рис.31).

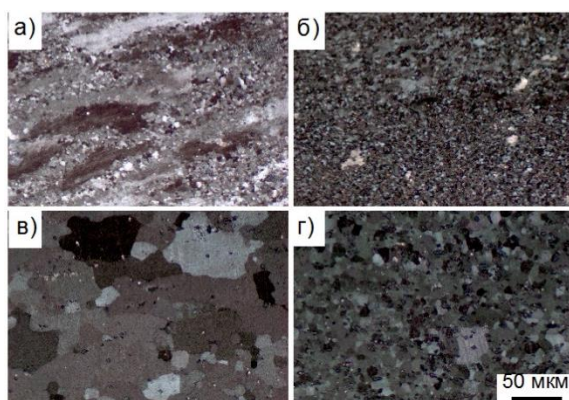


Рис. 30 – Зеренная структура после 6 циклов ковки и отжига при температурах 460°C (а,б) и 540°C (в,г) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,в) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (б,г).

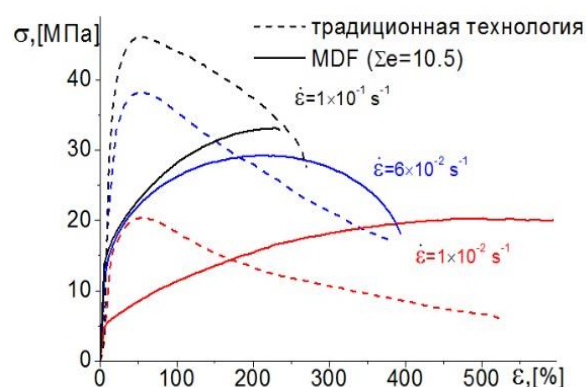


Рис. 31 – Зависимости напряжения течения от степени деформации при температуре 460°C сплава Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc.

При скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ относительное удлинение сплава достигает 610%, а при скорости в 6 раз больше – 405%. Значения удлинения при скорости $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ на 50–70% превышают удлинения сплава, полученного прокаткой. Различие в форме кривых образцов сплава, полученных после ВИК и по традиционной технологии, объясняется разной исходной структурой. В подвергнутых прокатке образцах структура динамически рекристаллизуется при сверхпластической деформации, что приводит к разупрочнению на кривых. В полученных с помощью ВИК образцах рекристаллизованная структура формируется уже перед началом деформации, а в процессе деформации происходит динамический рост зерен, приводящий к росту напряжения течения.

В ГЛАВЕ 7 представлены результаты определения механических свойств сплавов при комнатной температуре по результатам испытаний на одноосное растяжение. Уровень прочностных свойств экспериментальных сплавов при комнатной температуре в отожженном состоянии выше, чем у стандартных сплавов с аналогичным содержанием магния.

Таблица 3 – Механические свойства экспериментальных сплавов в отожженном состоянии при комнатной температуре.

Сплав	Механические свойства		
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Al–4,9Mg–0,3Er–0,3Zr	244±6	378±6	17±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Zr–0,3Zr	202±3	320±4	18±1
Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	215±3	330±5	20±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	205±4	342±6	19±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (A85)	203±2	360±5	20±1
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc	270±5	385±3	14±2
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc (ВИК)*	440±5	465±4	3±1
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc (ВИК+460°C)	230±5	346±5	24±1
Al–Mg–Ce–Fe	130±2	280±5	20±1
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr	195±2	330±4	22±1
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (A85)	176±3	326±4	23±1
Al–Mg–Ce–Fe–0,3Zr	217±5	334±5	18±2
Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc	221±4	352±6	14±1
Alnovi–U	175±5	340±5	30±1

*непосредственно после 6 циклов ВИК при 350°C.

Максимальный предел текучести демонстрируют сплавы с добавками Zr и Sc: в сплаве в системе Al–Mg–Fe–Ni–Zr–0,1Sc, предел текучести и предел прочности равны 270 и 385 МПа, в сплаве системы Al–Mg–Fe–Ce–Zr–0,1Sc 220 и 350 МПа, соответственно. Близкий уровень механических свойств демонстрирует сплав с Er и Zr. В целом стоит отметить, что сплавы с Fe–Ni имеют более высокий уровень прочностных свойств, чем сплавы легированные Fe–Ce, при этом, сплавы с Fe–Ni менее чувствительны к содержанию примесей. При использовании алюминия А85, механические свойства сплава Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr не снижаются, а в сплаве Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr при сохранении предела прочности и характеристик пластичности предел текучести снижается на 20 МПа, что обусловлено огрублением зеренной структуры. После выдержки в коррозионно–агрессивной среде механические свойства сплавов Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr и Alnovi–U не изменились, а сплава Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr снизились незначительно при сохранении состояния поверхности.

В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc всесторонняя изотермическая ковка обеспечила рост прочностных характеристик сплава до уровня термически упрочняемых сплавов на основе алюминия (таблица 3). Предел текучести и предел прочности повысились на 40 и 17%, соответственно, однако, относительное удлинение снизилось с 14 до 3%. Отжиг образцов сплава после ВИК при температуре 460 °С привел к росту характеристик пластичности, но к снижению предела текучести до уровня сплавов с полностью рекристаллизованной структурой.

Режим гомогенизационного отжига значительно влияет на механические свойства листов сплава Al–Mg–Mn (таблица 4). Дисперсоиды среднего размера 35 ± 3 нм с квазикристаллической структурой, формирующиеся в результате низкотемпературной гомогенизации при 360°С, повышают температуру начала рекристаллизации холоднокатаных листов сплава и обеспечивают закономерно более высокие значения предела текучести и предела прочности, чем частицы дисперсоидов среднего размера 85 ± 5 нм, в листах, полученных с использованием высокотемпературного гомогенизационного отжига режиму близкому к стандартному при температуре 450°С.

Таблица 4 – Механические свойства сплава Al–Mg–Mn.

Режим гомогенизационного отжига	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
	Отжиг 270°С, 20 мин			Отжиг 400°С, 20 мин		
360°С, 8 часов	360±5	442±5	9±1	212±5	375±5	22±1
450°С, 8 часов	323±5	428±5	11±1	173±5	355±5	25±1

Механические свойства сплавов после 100% СПД снижаются: предел текучести на 8–13%, предел прочности на 3–8% при сохранении характеристик пластичности, а в сплаве Alnovi–U на 17 и 12%, соответственно, при снижении относительного удлинения почти в 2 раза (таблица 5). Снижение механических свойств можно объяснить формированием в результате сверхпластической деформации рекристаллизованной структуры в сплаве со Sc, динамическим ростом зерна в сплавах с Mn и остаточной пористостью, развивающейся при сверхпластическом течении.

Таблица 5 – Механические свойства сплавов после сверхпластической деформации.

Сплав	Температура деформации, скорость деформации, степень деформации	Механические свойства до деформации (отжиг 20 минут при температуре деформации)			Механические свойства после сверхпластической деформации		
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr	500°С, 10^{-2} с ⁻¹ , 100%	195±5	330±5	22±1	170±5	320±5	23±1
	500°С, 5×10^{-2} с ⁻¹ , 100%				180±5	350±5	23±1
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc	460°С, 10^{-2} с ⁻¹ , 100%	270±5	385±5	14±2	235±10	355±10	13±2
Al–Mg–Mn–Cr (Alnovi–U)	520°С, 2×10^{-3} с ⁻¹ , 100%	175±5	340±5	30±1	145±4	300±4	17±1

Выводы по работе

Исследовано влияние содержания магния и добавок переходных металлов (железа, никеля, церия, марганца, хрома, циркония, скандия и эрбия), режимов отжига слитков и режимов термомеханической обработки на параметры частиц вторых фаз, зеренную структуру, показатели сверхпластичности и механические свойства при комнатной температуре образцов сплавов на основе системы Al–Mg. Основные выводы по работе следующие:

1) Показано, что после рекристаллизационного отжига при $0,97T_{пл}$ холоднокатаных листов сплавов систем Al–Mg–Mn и Al–Mg–Mn–Cr с увеличением концентрации магния с 3 до 6,8% размер зерна уменьшается, а при увеличении с 6,8 до 10% возрастает, что объяснено неоднородным распределением частиц дисперсоидов марганцевистой фазы в сплавах с повышенным содержанием магния, приводящем к снижению эффекта сдерживания роста зерен. Применение к сплавам с 3–10%Mg промежуточного гетерогенизационного отжига между операциями холодной прокатки при 0,9 от температуры сольвуса фазы Al_3Mg_2 приводит к уменьшению размера рекристаллизованного зерна сплавов в среднем в 1,5–2,3 раза.

2) Показано, что сплав на основе системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–(Zr), благодаря формированию структуры с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам – эвтектической Al_3FeNi фазы размером $0,6\pm 0,1$ мкм с объемной долей 6% и наноразмерных дисперсоидов фаз содержащих марганец, хром и цирконий размерами 15–75 нм, имеет размер зерна перед началом сверхпластической деформации 4–5 мкм. Такая структура обеспечивает способность к сверхпластической деформации при постоянных скоростях деформации от 2×10^{-3} до 3×10^{-2} с⁻¹ с относительным удлинением 300–600% и коэффициентом скоростной чувствительности напряжения течения 0,4–0,6. Способность сплава к высокоскоростной сверхпластической формовке подтверждена испытаниями на двухосное растяжение и успешным получением модельных деталей, точно воспроизводящих гравюру матрицы.

3) Установлено, что в сплаве системы Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr, в процессе низкотемпературного гомогенизационного отжига при 360°C в течение 24 ч выделяются частично когерентные алюминиевому твердому раствору дисперсоиды икосаэдрической квазикристаллической I-фазы обогащенные марганцем, хромом и железом и имеющие средний размер 38 ± 5 нм, которые совместно с крупными, средним размером $0,7\pm 0,1$ мкм, частицами фаз эвтектического происхождения $Al_{20}Mn_2Ce$, $Al_{10}Fe_2Ce$ и $Al_{13}Fe_4$ обеспечивают сплаву стабильную при сверхпластической деформации структуру с размером зерна $4,7\pm 0,2$ мкм и сверхпластическое состояние при скоростях деформации 2×10^{-3} – 3×10^{-2} с⁻¹ с относительным удлинением 300–600% и коэффициентом скоростной чувствительности напряжения течения больше 0,3.

4) Показано, что в сплаве системы Al–Mg–Ni–Fe с 0,2%Zr и 0,1%Sc после одноступенчатого гомогенизационного отжига при температурах 400–430°C фаза $Al_3(Sc,Zr)$ с $L1_2$ структурой образуется по механизму непрерывного распада твердого раствора, преимущественно гетерогенно на дислокациях и малоугловых границах зерен, в виде наноразмерных дисперсоидов среднего размера 11 ± 1 нм, и механизму прерывистого распада с формированием веерообразных выделений вблизи высокоугловых границ зерен. После двухступенчатых режимов отжига с высокотемпературной второй ступенью признаков прерывистого распада не обнаружено, $L1_2$ дисперсоиды выделяются как гетерогенно вблизи дислокаций и малоугловых границ зерен, так и гомогенно в теле зерен. Высокая плотность распределения дисперсоидов среднего размера 14 ± 1 нм получена при использовании двухступенчатого отжига слитка при 400 и 470°C, а повышение температуры отжига до 500°C приводило к увеличению среднего размера $L1_2$ дисперсоидов до 20 ± 2 нм.

5) Показано, что благодаря высокой плотности распределения $L1_2$ -дисперсоидов зеренная структура листов сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc, Al–Mg–Zr–Er, Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc, полученных горячей и холодной прокаткой остается частично нерекристаллизованной перед началом сверхпластической деформации при температурах до $0,97T_{пл}$, а в процессе сверхпластического течения происходит динамическая рекристаллизация с формированием зерен, имеющих средний размер в интервале 3–5 мкм, что обеспечивает сплавам

сверхпластичность при скоростях деформации $10^{-2} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ с относительным удлинением 300 – 600%.

6) Выявлено, что всесторонняя изотермическая ковка при температуре 350°C с накопленной деформацией 12,6 позволяет уменьшить средний размер частиц фаз эвтектического происхождения в два раза и дисперсоидов марганцовистой фазы в 2–3 раза. При увеличении объемной доли крупных частиц фаз эвтектического происхождения с 1,5 до 6% однородность зеренной структуры послековки значительно повышается, а объемная доля мелкозернистых рекристаллизованных участков увеличивается с 50 до 95%.

7) В сплаве с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам крупных Al_9FeNi и наноразмерных $\text{L}_{12} \text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ всесторонняя изотермическая ковка при температуре 350°C с накопленной деформацией $\Sigma \epsilon = 12,6$ позволяет сформировать в более 90% объема образца однородную структуру со средним размером зерна $1,7 \pm 0,1 \text{ мкм}$. Нагрев подвергнутых всесторонней ковке образцов сплавов до температуры сверхпластической деформации 460°C сохраняет однородную структуру со средним размером зерна $3,6 \pm 0,5 \text{ мкм}$, которая обеспечивает сплаву сверхпластичное состояние с относительным удлинением 250–600% в интервале постоянных скоростей деформации $1 \times 10^{-2} - 1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.

8) Листы разработанных сплавов на основе систем Al-Mg-Fe-Ni и Al-Mg-Fe-Ce , легированных (0,6–0,7)%Mn и (0,1–0,15%)Sc благодаря частицам марганец-содержащих дисперсоидов и однородной микроструктуре в рекристаллизованном состоянии имеют предел текучести 195–215 МПа, предел прочности 330–340 МПа, относительное удлинение 19–22%. Сплавы легированные 0,2%Zr и 0,1%Sc и содержащие нанодисперсоиды L_{12} фазы после отжига холоднокатаных листов, формирующего частично рекристаллизованную структуру, имеют предел текучести 220–270 МПа, предел прочности 340–385 МПа, относительное удлинение 14%. После 100% сверхпластической деформации характеристики пластичности экспериментальных сплавов сохраняются на прежнем уровне, а прочностные характеристики снижаются не более чем на 13%, сохраняя более высокие значения, чем у промышленного сплава Alnovi-U на основе системы Al-Mg .

9) Установлено, что применение низкотемпературного отжига при температуре 360°C в течение 8 часов слитка сплава Al-4,9Mg-1,2Mn приводит к формированию дисперсоидов квазикристаллической I-фазы среднего размера $40 \pm 3 \text{ нм}$, что обеспечивает повышение температуры начала рекристаллизации сплава и рост предела текучести отожженных после холодной прокатки образцов на 10–23% по сравнению с образцами, подвергнутыми гомогенизационному отжигу в течение 8 часов при температуре 450°C.