

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

На правах рукописи

Эсмаили Гайумабади Маджид

ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ И  
СВЕРХПЛАСТИЧНОГО СОСТОЯНИЯ В СПЛАВАХ  
СИСТЕМЫ Al-Mg-Si, ЛЕГИРОВАННЫХ ПЕРЕХОДНЫМИ  
МЕТАЛЛАМИ

Специальность 2.6.1

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук Михайловская Анастасия Владимировна

Москва – 2022

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
1.1 Микроструктура сплавов серии бxxx.....	10
1.2 Влияние термической обработки на микроструктуру и свойства сплавов серии бxxx.....	12
1.3.2 Разрушение при сверхпластической деформации.....	18
1.3.4 Влияние температуры на сверхпластичность алюминиевых сплавов.....	21
1.3.5 Влияние скорости деформации на сверхпластичность алюминиевых сплавов.....	23
1.3.6 Влияние зеренной структуры на сверхпластичность сплавов Al.....	24
1.3.7 Влияние термомеханической обработки на формирование структуры и сверхпластичность алюминиевых сплавов.....	25
1.3.9 Влияние добавок дисперсоидообразующих и эвтектикообразующих элементов на сверхпластичность алюминиевых сплавов.....	28
Выводы по Главе 1.....	31
Глава 2. Материалы и методы исследования.....	33
2.1 Объекты исследования.....	33
2.2 Плавка и литье.....	33
2.3 Термомеханическая обработка.....	34
2.4 Рентгеноструктурный анализ.....	34
2.5 Исследование микроструктуры.....	34
2.5.1 Световая (оптическая) микроскопия.....	34
2.5.2 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ).....	35
2.5.3 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).....	35
2.6 Методы определения механических свойств.....	35
2.6.1. Испытания на одноосное растяжение при комнатной температуре.....	35
2.6.2 Метод измерения твердости по Виккерсу.....	36
2.7 Термический анализ.....	36
2.8 Определение показателей сверхпластичности.....	36
2.8.1 Подготовка образцов для сверхпластической деформации.....	36
2.8.2 Высокотемпературные испытания на растяжение при постоянной скорости деформации.....	37
2.9 Испытание на коррозионную стойкость.....	37
Глава 3. Анализ фазового состава и микроструктуры сплавов в литом и гомогенизированном состоянии.....	38
3.1 Анализ фазового состава сплавов по данным ThermoCalc.....	38
3.2 Определение температуры солидуса сплавов методом дифференциального термического анализа.....	40
3.3 Анализ химического и фазового состава сплавов.....	41
3.4 Влияние добавления легирующих элементов на размер зерна в литом состоянии.....	45
3.5 Оптимизация режимов отжига литых образцов.....	47
3.5.1 Анализ кинетических зависимостей твердости.....	47
3.6 Анализ микроструктуры сплавов в гомогенизированном состоянии с помощью сканирующей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии.....	48
3.7 Исследование микроструктуры в гомогенизированном состоянии методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).....	56

3.8 Микроструктура листовых полуфабрикатов, полученных термомеханической обработкой .....	60
Выводы по главе 3 .....	64
Глава 4. Анализ показателей сверхпластичности, эволюции микроструктуры при сверхпластической деформации и механических свойств свойств при комнатной температуре .....	67
4.1 Сравнение параметров микроструктуры в сплавах до начала сверхпластической деформации.	67
4.2 Применение высокотемпературных испытаний на растяжение для выбранных сплавов .....	69
4.3 Сравнительный анализ микроструктуры после сверхпластической деформации.....	79
4.4 Влияние содержания кремния на сверхпластичность выбранных сплавов .....	84
4.5 Анализ механических свойств сплавов при комнатной температуре.....	87
4.6 Оценка коррозионной стойкости сплавов .....	90
Выводы по главе 4.....	92
Выводы по работе .....	95
Список литературы .....	97

## **Введение**

### **Актуальность работы**

Сплавы на основе алюминия востребованы в транспортном машиностроении, в том числе авиационной, аэрокосмической и автомобильной промышленности ввиду высокой удельной прочности. Сплавы типа авиаль на основе системы Al-Mg-Si (6000 серии) занимают особое место среди легких металлов, используемых в современных технологиях. Высокие прочностные характеристики, особенно предел прочности на разрыв при низкой плотности, коррозионная стойкость, свариваемость и хорошая пластичность являются основными характеристиками этой группы сплавов на основе алюминия, которые делают их потенциальными кандидатами для применения в различных отраслях промышленности.

Сплавы данной группы термически-упрочняемые, и ввиду способности к формированию пересыщенного твердого раствора при небольших скоростях охлаждения перспективны для сверхпластической формовки (СПФ). Возможность самозакалки при охлаждении с температуры формовки на воздухе позволит избежать коробления тонкостенных деталей сложной геометрии, которые обычно получают методом СПФ. СПФ реализуется при высоких температурах,  $>0.5T_{пл}$ , и стабильная мелкозернистая структура при высокотемпературной деформации является основным требованием к материалам. Для достижения сверхпластического состояния сплавы должны иметь микрозернистую структуру, и чем меньше размер зерна, тем лучше показатели сверхпластичности. Недостаток сплавов АА6000 серии малолегированный твердый раствор, и, как результат, склонность к ускоренному росту рекристаллизованного зерна при повышенных температурах, что ограничивает их способность к сверхпластической формовке. Использование гетерогенизационного отжига, деформации и последующего рекристаллизационного отжига, как одного из методов получения микрозернистой структуры, было реализовано ранее с целью получить сверхпластичное состояние некоторых сплавов бxxx серии. Результаты данных работ показали возможность формирования микрозернистой структуры с размером зерна около 10 мкм, но из-за низкой стабильности размера зерна при повышенных температурах сверхпластичное состояние было реализовано только при малых скоростях деформации, порядка  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , что не отвечает требованиям промышленности. Для формирования более мелкого зерна необходима повышенная объемная доля крупных частиц, что можно реализовать дополнительным легированием эвтетикообразующими элементами, такими как Ni, Fe, Се. Кроме того, необходимо обеспечить стабильность зеренной структуры при температуре деформации. Известно, что микролегирование некоторыми (ПМ), в том числе, редкоземельными металлами (РЗМ), такими как Sc, Zr, Y, Er, позволяет повысить

термическую стабильность зеренной структуры сплавов на основе Al (AA7000, AA5000, и AA2000 серий). Данный подход основан на образовании наноразмерных частиц алюминидов переходных металлов. Указанные элементы образуют пересыщенный твердый раствор на основе алюминия при литье, а из-за низкой равновесной растворимости в твердом состоянии во время термической или термомеханической обработки происходит распад пересыщенного твердого раствора и образуются мелкие выделения L1<sub>2</sub>-структурированных фаз (также называемые дисперсоидами). Дисперсоиды повышают прочность за счет механизма Орована, повышают температуру начала рекристаллизации и ограничивают рост зерен за счет механизма Зинера.

Скандий известен как наиболее эффективный дисперсоидообразующий элемент, который придает сплавам на основе алюминия ультрамелкозернистую структуру и обеспечивает состояние сверхпластичности. Однако, ввиду малого содержания скандия в земной коре, необходим поиск альтернативных элементов-аналогов и минимизация содержания скандия в сплавах. Известно, что Zr может эффективно заменить Sc без снижения свойств, кроме того, совместное добавление Sc и Zr приводит к образованию более термически стабильных дисперсоидов со структурой ядро-оболочка Al<sub>3</sub>(Sc,Zr). Однако, ввиду низкого коэффициента диффузии, Zr требует длительной термообработки для достижения высокой плотности распределения L1<sub>2</sub> дисперсоидов и, соответственно, особое внимание следует уделять режиму термообработки и ее продолжительности. Недавние достижения в области дисперсионного упрочнения сплавов на основе Al показали, что более дешевые, чем скандий, Y и Er могут частично заменить Sc и Zr в фазе L1<sub>2</sub> и увеличить плотность распределения дисперсоидов. Несмотря на то, что проведено и в настоящее время активно проводятся исследования влияния малых добавок указанных переходных металлов на микроструктуру и механические свойства, в том числе показатели сверхпластичности, некоторых групп Al сплавов, наименьшее внимание уделено проблеме формирования микрозеренной структуры и обеспечения сверхпластичного состояния сплавов на основе системы Al-Mg-Si.

### **Цель работы**

Разработка сплава на основе системы Al-Mg-Si-Cu, легированного переходными металлами, обеспечивающими микрозеренную структуру и сверхпластичность при скоростях деформации выше  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и повышенные по сравнению с аналогами характеристики прочности при комнатной температуре.

Для достижения цели решали следующие задачи:

1. Выбор легирующих элементов и химического состава новых модельных сплавов на основе анализа литературных источников и термодинамических расчетов.

2. Исследование влияния выбранных элементов на фазовый состав сплавов и параметры частиц вторых фаз и выбор режимов термической обработки слитков, обеспечивающих образование наноразмерных дисперсоидов с типом структуры  $L1_2$ , околосферическую форму частиц фаз кристаллизационного происхождения и формирование микрозеренной структуры исследуемых сплавов до и во время сверхпластического течения.

3. Изучение деформационного поведения новых сплавов в сверхпластичном состоянии, эволюции микроструктуры сплавов при сверхпластическом течении, механических свойств при комнатной температуре и коррозионных свойств перспективных составов сплавов.

### **Научная новизна**

1. Показано, что создание структуры с бимодальным распределением частиц по размерам, необходимой для достижения сверхпластичности при скоростях деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и выше, обеспечивается в сплавах системы Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc дополнительным легированием никелем, никелем и железом совместно, или иттрием, которые формируют при кристаллизации частицы вторых фаз микронного размера, необходимые для стимулирования динамической рекристаллизации и уменьшения размера рекристаллизованного зерна при сверхпластической деформации. Наиболее эффективно для достижения сверхпластичности при повышенных скоростях введение совместно железа и никеля, образующих фазу  $\text{Al}_9\text{FeNi}$  с объемной долей  $\sim 4.5\%$ .

2. Установлено, что для сплавов на основе системы Al-Mg-Si-Cu, в том числе с добавками железа и никеля, оптимальное с точки зрения формирования микрозеренной структуры с размером зерна 3-4 мкм и наилучших показателей сверхпластичности содержание скандия, составляет 0.1 масс.% при 0.2 масс.% Zr. Увеличение содержания скандия до 0.2 масс.% приводит к снижению относительного удлинения и смещению его максимума в сторону более высоких температур и низких скоростей сверхпластической деформации, что объяснено сдерживанием динамической рекристаллизации в присутствии высокой плотности распределения наноразмерных дисперсоидов  $L1_2 (\text{Al,Si})_3(\text{Sc,Zr})$  фазы.

3. Уменьшение с 0.7 до 0.3 масс.% содержания кремния, имеющего высокий коэффициент диффузии в алюминии, приводит к улучшению показателей сверхпластичности сплавов системы Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc благодаря уменьшению формирующегося при сверхпластической деформации размера зерна при сохранении размера и распределения дисперсоидов  $L1_2 (\text{Al,Si})_3(\text{Sc,Zr})$  фазы.

4. Установлено, что добавка иттрия (0,5 масс.%) в сплавы системы Al-Mg-Si-Zr-Sc обеспечивает выраженный модифицирующий эффект, приводя к уменьшению среднего размера зерна в литом состоянии в четыре раза.

### **Практическая значимость**

1. Показано, что для достижения сверхпластичности с удлинением более 400% при скоростях деформации более  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и обеспечения повышенных прочностных характеристик при комнатной температуре в листах сплавов на основе системы Al-Mg-Si-Cu (6000 серия) наиболее эффективно легирование совместно дисперсиодообразующими элементами 0.2%Zr и 0.1%Sc для выделения наноразмерных дисперсоидов  $L1_2$  фазы размером  $\sim 10$  нм и эвтектикообразующими элементами 1%Fe и 1%Ni, для выделения крупных частиц размером  $\sim 2$  мкм фазы  $Al_9FeNi$  кристаллизационного происхождения, в которой незначительно растворяются медь и кремний. Легирование никелем (без железа), иттрием и эрбием обеспечивает требуемые показатели сверхпластичности, но образуют нерастворимые в процессе гомогенизационного отжига фазы с легирующими элементами, обеспечивающими упрочняющий эффект при старении, - медью и кремнием, что снижает механические свойства сплавов при комнатной температуре.

2. Предложен состав сплава на основе системы Al-Mg-Si-Cu (Al, 1.2% мас. Mg, 0.7% мас. Si, 1.0 мас. %. Cu, 1.0 % мас. Fe, 1.0 % мас. Ni, 0.2 мас. %. Zr, 0.1% мас. Sc), имеющего за счет легирования совместно Fe, Ni, Zr, Sc стабильную микроструктуру, обеспечивающую сверхпластичное состояние в интервале температур от 440 до 520°C при скоростях деформации до  $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Максимальные значения относительного удлинения 680% сплав имеет при пониженной температуре 440°C и постоянной скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , что на два порядка выше, чем у промышленных сплавов данной системы. Листы разработанного сплава в состоянии после закалки и старения имеют предел текучести 340 МПа, предел прочности 400 МПа.

### **Методология и методы исследования**

Были использованы современные методы исследований, современное оборудование и программное обеспечение для проведения необходимых расчетов, получения модельных сплавов, оценки параметров структуры, свойств сплавов и анализа результатов. Используются дифференциальный термический анализ (DTA), испытания на твердость по Виккерсу (HV), методы световой, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии с применением анализа дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD) и энергодисперсионного анализа, рентгеновская дифрактометрия, а также испытания на растяжение при комнатной и повышенной температуре.

Современное исследовательское оборудование и методы, использованные в работе, позволили получить требуемые результаты, которые были опубликованы в высокорейтинговых научных журналах.

### **Положения, представленные на защиту**

1. Составы новых сплавов типа авиаль на основе системы Al-Mg-Si, обеспечивающие сверхпластичность при скоростях деформации более  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  без потери или с повышением прочностных характеристик при комнатной температуре.
2. Закономерности формирования микроструктуры при термомеханической обработке новых сплавов на основе системы Al-Mg-Si в зависимости от состава.
3. Закономерности деформационного поведения экспериментальных сплавов в зависимости от состава и эволюции микроструктуры в сверхпластичном состоянии.

### **Личный вклад автора**

Личный вклад автора заключается в непосредственном участии в планировании и проведении экспериментов, обработке, обсуждении, интерпретации и оформлении результатов.

### **Апробация работы**

Основные материалы диссертационной работы были представлены и обсуждены на международном форуме молодых ученых "Ломоносов" (2020, Москва, Россия): М. Эсмаили Гайумабади, А.Г. Мочуговский, А.В. Михайловская, Международный форум молодых ученых "Ломоносов" (2020, Москва, Россия).

### **Публикации**

Основные результаты диссертации представлены в 3 статьях, опубликованных в высокорейтинговых научных журналах Web of Science/Scopus, входящих в список рекомендованных журналов ВАК.

1. M. Esmacili Ghayoumabadi, A.G. Mochugovskiy, N. Yu. Tabachkova, A.V. Mikhaylovskaya, The influence of minor additions of Y, Sc and Zr on the microstructural evolution, superplastic behavior, and tensile properties of AA6013 alloy, J. Alloys Compd. 900, 2022, 163477. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163477>.

2. A.V. Mikhaylovskaya, M. Esmaili Ghayoumabadi, A.G. Mochugovskiy, Superplasticity and mechanical properties of Al–Mg–Si alloy doped with eutectic-forming Ni and Fe, and dispersoid-forming Sc and Zr elements, Mater. Sci. Eng. A. 817 (2021) 141319. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141319>.

3. Mochugovskiy, A.; Kotov, A.; Esmaili Ghayoumabadi, M.; Yakovtseva, O.; Mikhaylovskaya, A. A High-Strain-Rate Superplasticity of the Al-Mg-Si-Zr-Sc Alloy with Ni Addition, Materials, 2021, 14, 2028. <https://doi.org/10.3390/ma14082028>.

**Структура и объем работы:** диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и списка литературы из 194 названий, представлена на 108 страницах, содержит 56 рисунка и 6 таблицы.

## Глава 1. Обзор литературы

Алюминиевые сплавы, благодаря сочетанию эксплуатационных характеристик, широко используются в различных областях, таких как авиационная, аэрокосмическая и автомобильная промышленность. Сплавы на основе Al-Mg-Si (серия бxxx) занимают особое место среди легких металлов, используемых в современных технологиях. Высокие механические свойства, относительно высокая прочность на разрыв, низкая плотность, высокая коррозионная стойкость, свариваемость и пластичность являются основными характеристиками этой группы сплавов [1,2]. Сплавы относятся к группе термически-упрочняемых Al-сплавов, в которых значительное упрочнение может быть обеспечено за счет упрочняющей обработки с возрастом (с помощью  $Mg_2Si$  и его метастабильных модификаций, таких как  $\beta'(Mg_{1.8}Si, MgSi)$ ,  $\beta''(Mg_5Si_6)$ ) [3–6].

Механические свойства сплавов Al-Mg-Si зависят от их микроструктуры, особенно от морфологии метастабильных фаз-упрочнителей, которые выделяются при термической обработке (Т6), а также от параметров частиц фаз кристаллизационного происхождения. В данным фазам относятся  $\beta-Mg_2Si$ , пластинчатые (игольчатые)  $Al_8Fe_2Si$ ,  $Al_5FeSi$  и  $Al_{15}(Fe,Mn)_2Si_3$  («китайский шрифт»). Многие промышленные сплавы АА6000 серии содержат медь, которая образует такие фазы, как  $\theta-Al_2Cu$ ,  $Q-Al_3Cu_2Mg_8Si_6$  и  $\pi-Al_8Si_6Mg_3Fe$ . Сообщается, что увеличение прочности сплавов, содержащих медь, также обусловлено образованием метастабильных выделений  $Q-(Al,Mg,Si,Cu)$  фазы [3,7–10].

В процессе затвердевания образуются основные компоненты (интерметаллические фазы, такие как  $Al_3FeSi$ ,  $Al_8Fe_2Si$ ,  $Al_6(FeMn)$ ,  $AlMnSi$  и  $Al_3Fe$ ). Образование этих фаз может быть результатом перитектической или эвтектической реакции. Дополнительно, при легировании Mn, возможно образование  $Al_6(Fe,Mn)$  и  $AlMnSi$ , выделением из твердого раствора  $\alpha-Al$  во время термической обработки слитка. Поскольку состояние микроструктуры определяет механические свойства конечного продукта, очень важен не только химический состав сплава, но и режим термообработки.

### 1.1 Микроструктура сплавов серии бxxx

Микроструктура сплавов серии бxxx состоит из  $\alpha-Al$  твердого раствора и интерметаллических фаз, которые образуются в результате взаимодействия алюминия, магния и кремния с переходными металлами, особенно медью, марганцем, хромом и титаном, или примесными элементами, как Fe и Si. Они обладают низкой растворимостью в твердом растворе, и в процессе кристаллизации небольшое их количество может привести к образованию различных интерметаллических фаз, обычно путем перитектических и эвтектических превращений[11–14].

Добавки основных легирующих элементов Mg и Si вызывают образование интерметаллической фазы  $Mg_2Si$ , которая выделяется в матрице ( $\alpha$ -алюминий) и приводит к увеличению предела текучести. Предел текучести может быть увеличен за счет увеличения содержания Mg в сплавах, содержание Mg в сплавах на основе Al-Mg-Si должно соответствовать соответствующему соотношению концентраций между (Al) и  $Mg_2Si$  в квазибинарном поперечном сечении ( $Mg:Si=1.73$ ). Растворимость  $Mg_2Si$  в (Al) уменьшается, когда Mg или Si присутствуют в количестве, превышающем стехиометрическое соотношение Mg:Si [15,16].

Железо является одной из примесей в сплавах серии бxxx, которая оказывает наиболее пагубное влияние на изменения микроструктуры. Присутствие железа приводит к выделению многообразия фаз, наиболее часто встречаются ( $\beta$ - $Al_5FeSi$ )б в присутствии меди также  $Al_7Cu_2Fe$  с пластинчатой морфологией и более компактная  $\alpha$ - $Al_8Fe_2Si$ , однако, данные фазы ухудшают механические и технологические свойства сплавов. Следовательно, в дополнение к контролю химического состава, контроль размера и распределения фаз кристаллизационного происхождения являются важными факторами для достижения желаемых свойств в конечном продукте [12,13,17–19]. Железо может иметь и положительный эффект, например, в некоторых алюминиевых сплавах, содержащих никель. Комбинированная добавка Fe и Ni приводит к образованию частиц  $Al_9FeNi$  и обеспечивает сверхпластичность при высокой скорости деформации в сплавах серий 7XXX и 5XXX [20,21].

Добавление Cu в сплавы серии бxxx приводит к выделению фаз, богатых медью, обычно  $Q$ - $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$  и  $\theta$ - $Al_2Cu$ , и может привести к выделению этих фаз при старении. Добавки меди приводят к снижению свариваемости и коррозионной стойкости, а также к увеличению веса сплава, что также стоит учитывать [16,22].

Важными для сверхпластичных сплавов являются добавки переходных металлов, образующих дисперсоиды (основные Mn,Cr,Zr,Sc). Sc и Zr являются легирующими элементами, которые имеют ограниченную растворимость в алюминии. Добавление Sc/Zr в сплавы Al приводит к образованию пересыщенного твердого раствора при литье и к выделению фаз  $Al_3Sc/Al_3Zr$ , которые являются эффективными модификаторами зеренной структуры слитка. При добавлении Zr в алюминиевые сплавы, содержащие Sc, Zr частично замещает Sc и образует  $Al_3(Sc_{1-x},Zr_x)$ , которая обладает более высокой термической стабильностью по сравнению с фазой  $Al_3Sc$ . Для достижения сверхпластичных свойств необходимо сохранять очень мелкий размер зерна при высоких температурах. Малые добавки Sc и Zr играют решающую роль в сплавах на основе алюминия, образуя выделения, которые препятствуют росту зерен при повышенных температурах.

Исследования показывают, что малые добавки Sc и Zr в сплавы Al могут одновременно помочь сплавам достичь более высокой прочности и пластичности благодаря образованию дисперсоидов  $Al_3(Sc,Zr)$  со структурой  $L1_2$  в процессе гомогенизации. Такие частицы могут эффективно препятствовать рекристаллизации, препятствовать росту зерен (за счет эффекта Зеннера) и улучшать механические свойства (за счет механизма Орована) сплавов. Кроме того, первичные дисперсоиды могут быть использованы для превосходного гетерогенного образования зародышей, что позволяет эффективно уменьшать размер зерен в процессе затвердевания алюминиевых сплавов. Было замечено, что структура ядро-оболочка, приводило к увеличению как прочности, так и удлинения, обеспечивая превосходную сверхпластичность [23–27].

Таблица 1- Механические свойства сплава 6013

№	$\sigma_y$ (МПа)	$\sigma_{uts}$ (МПа)	El. (%)	Состояние	Источник
1	339	404	17	T6	[28]
2	317	359	8	T6	[29]
3	321	359	8	T6	[30]

## 1.2 Влияние термической обработки на микроструктуру и свойства сплавов серии бxxx

Основной целью гомогенизации является подготовка слитков к дальнейшей термомеханической обработке. Основные параметры гомогенизации алюминиевых сплавов серии бxxx, такие как время и температура, зависят от химического состава сплавов и обычно находятся в диапазоне 6-14 часов и от 530°C до 600°C соответственно. Сообщалось [10] что в течение первых 2 часов процесса гомогенизации в низколегированных сплавах серии бxxx атомы Mg и Si полностью растворяются в твердом растворе, что приводит к однородному распределению легирующих элементов в  $\alpha$ -Al-матрице. Кроме того, высокотемпературный гомогенизационный отжиг обеспечивает достижение соответствующей морфологии интерметаллических фаз кристаллизационного происхождения [14,31–34]. Алюминиевые сплавы серии Al-Mg-Si обладают сравнительно низкой восприимчивостью к межкристаллитной коррозии, которая зависит от термической обработки и содержания легирующих элементов. Кремний способствует увеличению прочности за счет старения, в то же время присутствие Si снижает восприимчивость к межкристаллитной коррозии [35,36]. Термическая обработка влияет на фазовый состав и,

соответственно, на восприимчивость сплава к межкристаллитной коррозии [36–39]. В случае сплавов на основе Al-Mg-Si межкристаллитная коррозия не наблюдалась в условиях закалки в воде [38,40,41], однако она наблюдалась после охлаждения на воздухе [38,42]. Исследования показывают, что термическая обработка повышает восприимчивость сплавов Al-Mg-Si к межкристаллитной коррозии из-за выделения  $Mg_2Si$  на границах зерен [38,40,41].

Особое внимание необходимо уделять термической обработке слитков с добавками Sc/Zr. При добавлении Sc в алюминиевые сплавы температура отжига слитков не должна превышать 300–350°C, поскольку при более высокой температуре наблюдается значительное увеличение размера дисперсоидов  $Al_3Sc$  [54]. При добавлении Sc вместе с Zr область оптимальных температур отжига смещается в сторону более высоких температур из-за повышенной стабильности фазы  $Al_3(Sc,Zr)$  и варьируется, по данным разных авторов, может быть увеличена до 400°C. Сообщалось, что в случае добавок Si в образовавшихся выделениях со структурой  $L1_2$  атомы Si имеют тенденцию замещать Al-центры, образуя  $(Al,Si)_3Sc$ , который, как было обнаружено, оказывает большое упрочняющее действие в литом сплаве [43,44,53,45–52].

В дополнение к температуре обработки большое значение имеет время отжига. С увеличением концентрации циркония и уменьшением концентрации скандия, из-за малой диффузионной подвижности атомов Zr, продолжительность отжига для достижения максимального упрочняющего эффекта, увеличивается [21]. В [54], показано, что в сплаве Al-3Mg-0.3Zr максимальная твердость наблюдается после отжига 32-134 ч при 350 °C. Для ускорения обработки и повышения ее эффективности был предложен двухступенчатый отжиг с первой стадией при низких температурах 300-350 °C и второй стадией при температуре около 420 °C [43,48,54,55]. Вероятно, первая стадия необходима для формирования зародышей или кластеров дисперсоидов, в то время как вторая направлена на ускорение их роста и увеличение плотности распределения. Применительно к сплавам с гетерофазной структурой, в дополнение к ускорению роста зародышей, стадия высокотемпературного отжига может оказать положительное влияние на структуру слитка, обеспечивая более полное прохождение гомогенизации и фрагментации/сфероидизации фаз эвтектического происхождения [56,57].

Сообщалось [58,59], что добавление некоторых легирующих элементов к сплавам серии bxxx улучшает конечные свойства и влияет на выбор режима гомогенизации. Например, добавление Mn и Sr сокращает требуемое время и температуру гомогенизационного отжига. В присутствии Mn и Sr дисперсность частиц фаз кристаллизационного происхождения увеличивается. Марганец и хром, при гомогенизации, выделяются из твердого раствора в виде дисперсоидов, как и Sc/Zr; но

концентрация этих легирующих элементов не должна превышать определенного предела . что бы избежать снижения пластичности[60]. Кристаллизация пластинчатой и игольчатой фазы  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$ , типичной для серии бxxx, может действовать как место концентрации напряжений и приводит к охрупчиванию. В результате большое значение имеет сфероидизация этой фазы в процессе высокотемпературной гомогенизации, которая может быть достигнута в присутствии марганца.  $\text{Mg}_2\text{Si}$  является еще одной фазой, на которую влияет режим гомогенизации. В первые несколько часов процесса (обычно 3-10 часов при температуре  $565^\circ\text{C}$ ) он частично растворяется в твердом растворе. Любое увеличение продолжительности процесса (до 48 часов) не влияет на степень растворения и только сфероидизирует форму оставшейся  $\beta$ -фазы. Кроме того, в сплавах серии бxxx с добавками меди в процессе гомогенизации происходит растворение (частично или полностью) эвтектических фаз  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  и  $\text{Q-Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ [10].

### 1.3 Сверхпластическая деформация

Сверхпластическая формовка (СПФ) является одним из наиболее перспективных методов получения тонкостенных изделий из-за низкой энергоемкости производства, доступных экономичных материалов для штамповки (керамика или чугун), а также возможности получения высококачественных сложных изделий за одну технологическую операцию. Как упоминалось ранее, одним из наиболее важных факторов для достижения сверхпластичного состояния в сплавах Al является микрозернистая и термически стабильная структура. Кроме того, было доказано, что измельчение зерна также приводит к увеличению ударной вязкости, прочности и технологичности сплавов при горячей и холодной штамповке [61–64].

#### 1.3.1 Особенности феномена сверхпластичности

Сверхпластичность - это термин, обозначающий способность поликристаллических материалов (сплавов, керамики, интерметаллидов и т.д.) при деформации проявлять значительные квазиравномерные удлинения в сотни и тысячи процентов ввиду повышенной чувствительности напряжения течения к скорости деформации. Условия проявления сверхпластичности следующие:

- Мелкозернистая структура ( $\leq 10$  мкм).
- Относительно высокая температура (обычно выше примерно половины температуры солидуса).

- Низкие по сравнению с другими методами обработки давлением скорости деформации (обычно от  $0.0001$  до  $0.01 \text{ с}^{-1}$ ).

Высокий процент относительного удлинения объясняется высокой чувствительностью материала к скорости деформации и, деформация как правило, происходит изотропно. Как правило, максимальное относительное удлинение до разрушения сверхпластичных металлов может составлять от 200 до 1000% или нескольких тысяч процентов, в том числе  $> 5000\%$  [65,66].

Сверхпластическая формовка обладает значительными преимуществами, из которых можно отметить следующие [67,68]:

- Объединение нескольких деталей на одном этапе обработки при изготовлении сложных форм путем получения цельного изделия;
- Высокая точность воспроизведения формы;
- Практическое отсутствие остаточных напряжений.
- Одна половина матрицы, так как в качестве пуансона выступает газ.
- Возможность комбинирования с технологией диффузионной сварки для получения многослойных полых конструкций (в основном применяется для сплавов Ti).

Часто используемое для описания сверхпластической деформации в ограниченном диапазоне скоростей деформации уравнение, было предложено Бекофеном [67].

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

где  $K$  - постоянная материала,  $\sigma$  - напряжение течения,  $\dot{\epsilon}$  - скорость деформации и  $m$  - коэффициент чувствительности напряжения к скорости деформации.

Характеристики пластичности зависят от скорости деформации, достигая максимума при определенной скорости деформации. Например, в монотектоидном сплаве Zn-Al относительное удлинение до разрушения в зависимости от скорости деформации было изучено для трех различных температур (рис.1). Аналогичная зависимость наблюдалась для всех исследуемых температур. Результаты показывают, что для оптимальной сверхпластической деформации есть ограниченный диапазон скоростей деформации. Лагарифмическая зависимость напряжения течения от скорости деформации имеет сигмоидальную форму S-образной кривой, состоящей из трех отдельных областей (нижняя часть рис.1). Наклон кривой (представляющий значение  $m$ ) в нижней части рис.1 увеличивается с 0.22 в области I при низких скоростях деформации до 0.50 в области II при промежуточных скоростях деформации, а затем снова уменьшается в области III. Хотя значение  $m$ , существенно не зависело от температуры испытания в выбранном диапазоне, максимальное значение удлинения, достигаемое в области II, увеличивается с повышением температуры. Высокая

чувствительность к скорости деформации необходимое (но недостаточное) требование для высокой пластичности при растяжении [66,69].

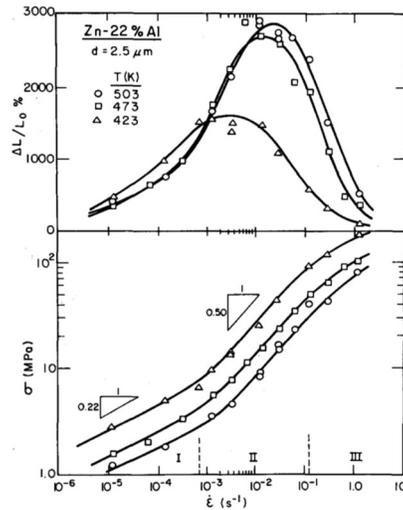


Рис. 1 Относительное удлинение до разрушения и напряжение в зависимости от скорости деформации для сплава Zn-22%Al с размером зерна 2.5 мкм, испытанного при температурах 423, 473 и 503 К [69].

Коэффициент чувствительности напряжения к скорости деформации ( $m$ ) определяется соотношением (2):

$$m = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_T \quad (2),$$

где  $\sigma$  - напряжение, а  $\dot{\epsilon}$  - скорость деформации [66].

Значение  $m$  для большинства поликристаллических материалов не превышает 0.1, это значение для металлов в сверхпластичном состоянии обычно находится в диапазоне от 0.3 до 0.9. Значение  $m=1$  соответствует Ньютоновскому вязкому течению. За некоторыми исключениями (например, эвтектоидный сплав Zn–Al с  $m = 0.5$  демонстрирует более высокое значение относительного удлинения по сравнению с эвтектическим сплавом Al–Cu с  $m = 0.7$ ), максимальное относительное удлинение до разрушения сверхпластичных материалов увеличивается с увеличением значения  $m$  (рис.2) [67,69,70].

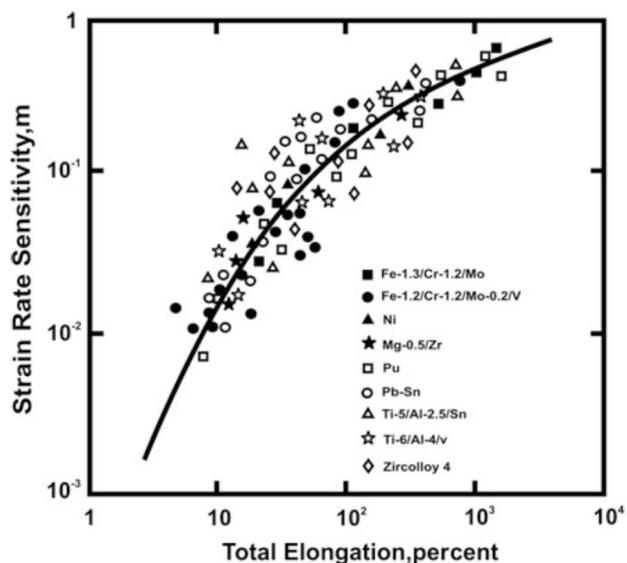


Рис.2. Взаимосвязь между относительным удлинением при растяжении и индексом  $m$  для ряда материалов [67]

Нужно учитывать, что эволюция микроструктуры при сверхпластическом течении, в том числе развитие пор и рост зерен, могут стать причиной низких удлинений при высоких значениях исходной скоростной чувствительности. Поскольку границы сверхпластического интервала обычно определяются на основе эмпирического условия  $m \geq 0.3$ , считается, что значение  $m$  является наиболее важной характеристикой сверхпластических материалов, которая используется для определения сверхпластического и не сверхпластического состояния материала. Для численной оценки скоростной чувствительности были разработаны различные методы [70,71].

Энергия активации деформации ( $Q$ ) является еще одним важным фактором, который характеризует деформационное поведение. Сверхпластическая деформация является термически активируемым процессом. Необходимая энергия для прохождения атомов через барьер во время пластической деформации металлов называется энергией активации деформации ( $Q$ ). Значения энергии активации ( $Q$ ) различны для различных процессов, контролируемых диффузией; например, 82 кДж/моль для диффузии по дислокационным трубкам в алюминии, 84 кДж/моль для самодиффузии Al по границам зерен и 142 кДж/моль для самодиффузии в решетке чистого алюминия [72]. Величина энергии активации характеризует диффузионные механизмы, контролирующие пластическую деформацию материалов при относительно высокой температуре. Это значение может быть рассчитано с помощью уравнения (3).

$$Q = \frac{R}{m} \cdot \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad (3)$$

Экспериментальные результаты показали, что значение  $Q$  в области III высокое и близко к ожидаемому значению энергии активации самодиффузии по телу зерен, в то время как это значение в области II ниже и близко к значению энергии диффузии по границам зерен. Значение энергии активации снова повышается в области низких скоростей деформации (I) [73,74].

### 1.3.2 Разрушение при сверхпластической деформации

Как правило, разрушение сверхпластичных материалов может быть вызвано следующими причинами, образованием шейки (внешняя) и формированием и ростом несплошностей/пор (внутренняя). Нестабильность течения приводит к локализации деформации во время испытания на растяжение. Основными параметрами, влияющими на неустойчивость течения, являются описанная выше чувствительность напряжения к скорости деформации ( $m$ ) и показатель деформационного упрочнения [67]. На основании аналитических результатов и экспериментальных исследований продемонстрировано, что чем выше чувствительность к скорости деформации, тем больше задержка начала локализации течения и, следовательно, достигается более высокое значение удлинения до разрушения. Образование шейки при растягивающей деформации приводит не только к локальному увеличению скорости деформации, но и к увеличению напряжения в зоне шейки. Следовательно, высокая чувствительность к скорости деформации обеспечивает сопротивление распространению шейки, а также высокие деформации при растяжении. Равномерное удлинение в значительной степени контролируется деформационным упрочнением, в то время как скорость последующей локализации течения и шейки контролируется деформационным упрочнением. Обычно с увеличением степени пластической деформации деформационное упрочнение уменьшается, а напряжение течения продолжает увеличиваться. В точке, где эти два значения пересекаются, деформация материала перестает быть стабильной. На этом этапе наличие небольшого дефекта может способствовать локализации течения и разрушению. В некоторых работах отмечено, что возникновение деформационного упрочнения (вызванного либо ростом зерен, либо увеличением плотности внутризеренных дислокаций) может повышать стабильность течения [67–69,75,76].

Пористость как основной источник нестабильности течения подобна микроскопическому сужению сечения образца. В основном существует два механизма образования пор в сверхпластичных материалах: диффузионный рост вакансий и контролируемый пластической деформацией рост по границам зерен, однако, в любом случае разрушение происходит в результате

зарождения, роста и соединения небольших полостей. Результаты исследований в этой области показывают, что возникновение пор в основном и приводит к разрушению сверхпластичных материалов. Во избежание разрушения в результате порообразования напряжение течения должны быть ниже критических значений, определяемых поверхностной энергией и диффузией по границам зерен [67,69].

Величина остаточной пористости зависит от сплава, она наблюдается не во всех сверхпластичных сплавах. Пористость возникает при сверхпластической деформации алюминиевых сплавов и всегда усиливается с увеличением пластической деформации. Для некоторых сплавов при разрушении объемная доля остаточной пористости может достигать 10% [77]. Почти все сверхпластичные алюминиевые сплавы содержат частицы второй фазы, кристаллизационного происхождения, многие из которых могут дробиться во время холодной прокатки с появлением микротрещин и служить местами зарождения пор при сверхпластической деформации. Полости также могут возникать и расти во время сверхпластической деформации в результате зернограничного скольжения по границам зерен (ЗГС). Однако, для большинства алюминиевых сплавов, полученных сверхпластической формовкой, потеря прочностных свойств из-за пористости незначительна, но критична для изделий, работающих в условиях циклического или динамического нагружения. Для уменьшения остаточной пористости используют формовку с противодавлением, приложение внешнего электрического поля [78–81] которые могут предотвратить порообразование в алюминиевых сплавах [68,75].

### 1.3.3 Механизмы сверхпластической деформации

Сверхпластическая деформация в основном контролируется тремя механизмами: зернограничным скольжением (ЗГС), дислокационным скольжением /ползучестью и диффузионной ползучестью или направленным диффузионным массопереносом [82,83]. Некоторые исследования показывают, что во время формовки мелкозернистых металлов при низкой скорости деформации скольжение по границам зерен будет контролирующим механизмом деформации, в то время дислокационная ползучесть будет основным механизмом при деформации с высокими скоростями [74,84,85].

ЗГС является наиболее важной особенностью сверхпластичности алюминиевых сплавов, однако движение дислокаций и диффузия в теле зерен или в областях вблизи границ зерен также являются важными механизмами [86,87]. Так как мелкозернистая равноосная структура сохраняется в сплавах после сверхпластической деформации считается, что ЗГС является основным механизмом. Чтобы предотвратить образование полостей, необходимо компенсировать концентрации напряжений, т.е. аккомодировать ЗГС, для чего служат диффузионная и дислокационная ползучесть или их комбинация [88]. К настоящему времени было разработано несколько моделей для описания механизма ЗГС при сверхпластической деформации. Классическая модель с участием диффузионной ползучести была предложена Эшби и Верраллом [89] в то время как Болл–Хатчисон [90], Мукерджи [91] и Гифкинс [92] предложили модели аккомодации ЗГС путем скольжения дислокаций.

Микроструктура сплавов перед сверхпластической деформацией влияет на механизм деформации. Поскольку сверхпластическую деформацию сопровождают миграция границ зерен, рост зерен, статическая/ динамическая рекристаллизация, вращение зерен, возврат и полигонизация, особое внимание следует уделять микроструктуре на любой стадии деформации [93]. Доминирующий механизм сверхпластической деформации зависит и от микроструктурных изменений, происходящих при деформации. Термомеханическая обработка и состав сплава могут привести к формированию рекристаллизованной структуры перед началом сверхпластической формовки, в таком случае более вероятно доминирование ЗГС уже на начальной стадии деформации. Если сплавы имеют нерекристаллизованную структуру перед началом деформации, то на начальной стадии идет динамическая рекристаллизация, в сплавах алюминия чаще всего непрерывная динамическая рекристаллизация, тогда деформация будет контролироваться дислокационными механизмами, а после завершения динамической рекристаллизации основным механизмом сверхпластической деформации становится зернограничное скольжение [74].

### 1.3.4 Влияние температуры на сверхпластичность алюминиевых сплавов

При повышенных температурах облегчается ЗГС с одной стороны, с другой миграция границ зерен и рост зерен ускоряется, что приводит к потере сверхпластичного состояния [94]. В результате температура сверхпластической деформации является важным фактором, необходимо найти оптимальный температурный диапазон, при котором сверхпластическое удлинение наибольшее. На рис. 3 в качестве примера результатов исследований, представленных в этой области, показана зависимость удлинения ряда сплавов Al от температуры деформации [74]. Можно заметить, что с повышением температуры относительное удлинение до разрушения увеличивается, пока не достигнет максимума, после чего повышение температуры уменьшает величину относительного удлинения. Считается, что рост удлинения до максимальной точки может быть связан с активацией механизма ЗГС с повышением температуры. Когда температура поднимается выше оптимальной точки, рост зерна будет доминирующим, а роль ЗГС становится меньше. В результате, величина относительного удлинения до разрушения уменьшается [95].

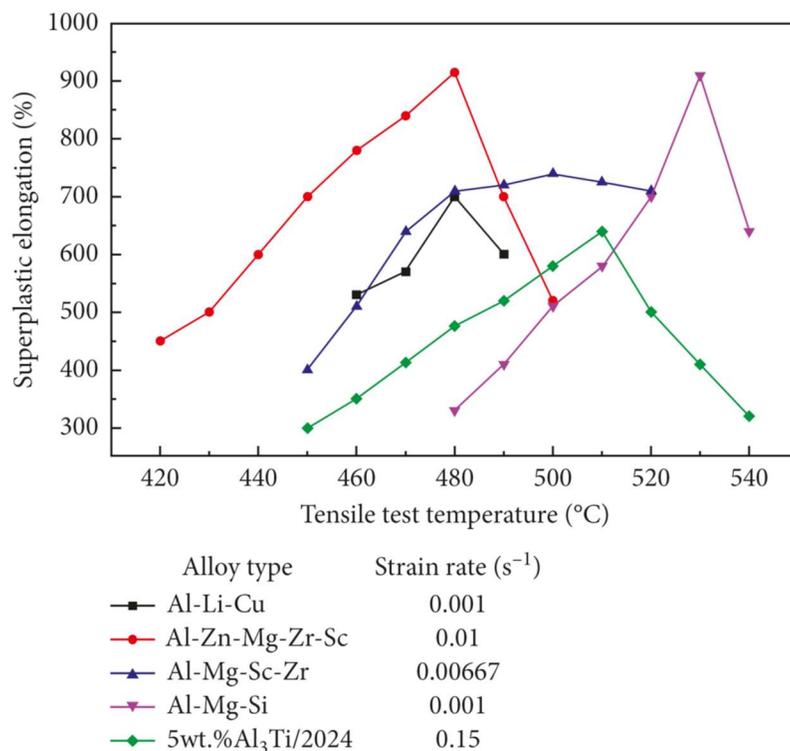


Рис.3. Изменение сверхпластического удлинения ряда алюминиевых сплавов в зависимости от температуры сверхпластичности (при различных начальных скоростях деформации)[74]

В исследовании Лингин Йе и др.[96] проведены испытания сплава Al-Mg-Li при постоянной скорости деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и различных температурах в диапазоне 450-570°C для оценки

влияния температуры на кривые напряжения–деформации (рис.4). Они заметили, что при повышении температуры деформации напряжение уменьшается и начинает проявляться установившееся течение, однако при низких температурах разупрочнение доминирует. Кроме того, при высоких температурах (выше 550°C) величина относительного удлинения вновь резко уменьшалась, что подтверждает необходимость выбора оптимальной температуры для сверхпластической деформации.

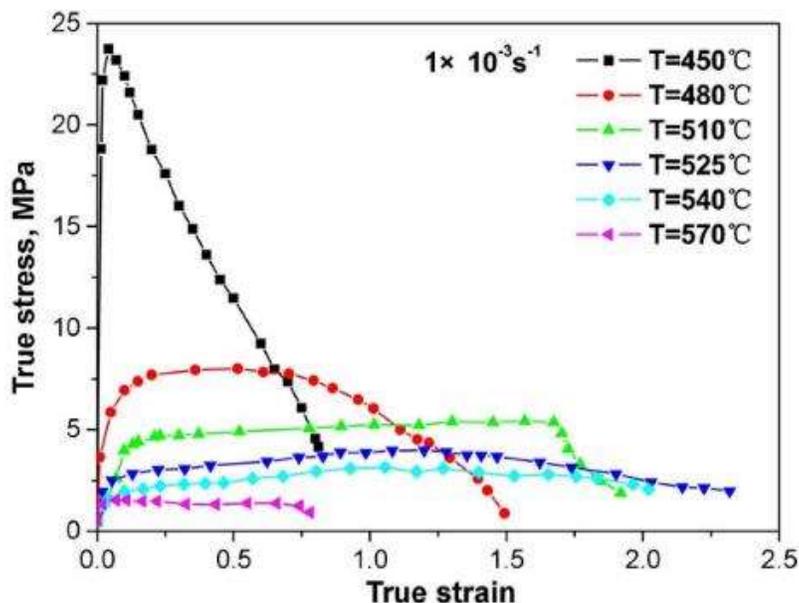


Рис. 4. Влияние температуры на кривые напряжения–деформации сплава Al-Mg-Li при постоянной скорости деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  [96]

Снижение температуры эффекта, а именно низкотемпературная сверхпластичность, является одной из задач в области сверхпластичности алюминиевых сплавов. Некоторые исследователи обнаружили низкотемпературную (200-300°C) сверхпластичность некоторых сплавов Al и наблюдали высокие удлинения (1280%). Однако, это было достигнуто за счет одновременно сочетания методов интенсивной пластической деформации, формирующей наноструктурное состояние перед сверхпластической деформацией, добавления в состав сплавов дисперсоидообразующих элементов, Sc и Zr, и использования относительно низких скоростей деформации [97,98]. В работе [94], во время сверхпластической деформации при относительно высоких скоростях деформации, было отмечено, что показатели сверхпластичности алюминиевого сплава слабо чувствительны температуре деформации.

### 1.3.5 Влияние скорости деформации на сверхпластичность алюминиевых сплавов

Значительно влияет на сверхпластичность алюминиевых сплавов выбранная скорость деформации. Для многих сплавов оптимальные свойства проявляются в диапазоне скоростей деформации  $10^{-4} - 5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  [77], при этом значение оптимальной скорости деформации зависит от микроструктуры сплавов. Лингин Йе и др. [96] исследовали сплав Al-Mg-Li с исходной перед деформацией нерекристаллизованной структурой, при различных скоростях деформации и сравнили размеры зерен после разрушения. С увеличением начальной скорости деформации размер зерна уменьшается. С точки зрения сверхпластичности при низкой скорости деформации выявлена грубая микроструктура, поскольку относительно длительное время процесса приводило к полной динамической рекристаллизации и динамическому росту зерен. В условиях сверхпластичности с высокой скоростью деформации формировалась относительно мелкозернистая структура за счет активной динамической рекристаллизации. Более того, полученная в их исследованиях диаграмма напряжение-деформация (рис.5) показывает, что напряжение быстро возрастает, достигая максимума в начале процесса (из-за внезапного увеличения плотности дислокаций), а затем остается постоянным или уменьшается. продолжительность стадии установившегося течения на кривых увеличивается с уменьшением скорости деформации, что относится к эффекту двух сопутствующих факторов деформационного разупрочнения и деформационного упрочнения. Как и при любой горячей деформации, напряжение увеличивается с увеличением скорости деформации, что авторы связывают с недостаточным временем для процессов диффузии, контролирующих механизмы деформации [96,99].

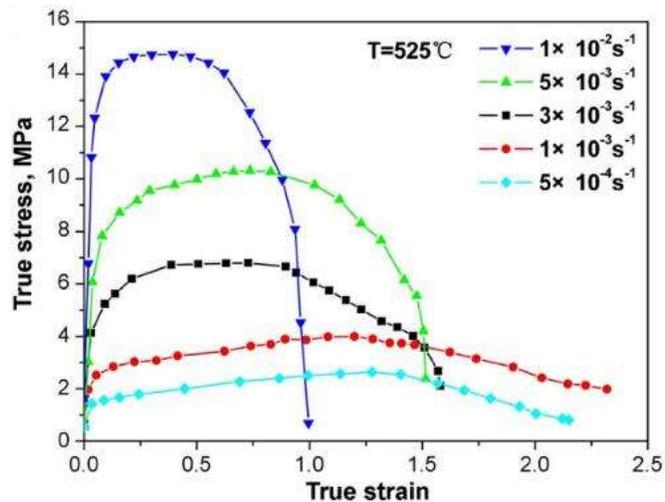


Рис.5. Влияние скорости деформации на кривую напряжение-деформация при 525°C сплава 1420 (Al–5,2% мас. Mg–2.1% мас. Li– 0.12% мас. Zr)[96]

Скорость деформации влияет на долю пористости после деформации. В работе [100] показано, что с увеличением скорости деформации объемная доля остаточной пористости увеличивается (рис.1.6). При применении низких скоростей деформации величина напряжения на границах зерен меньше, и аккомодация ЗГС успевают протекать полнее по сравнению с высокой скоростью деформации, следовательно, вероятность образования зародышей пор уменьшается.

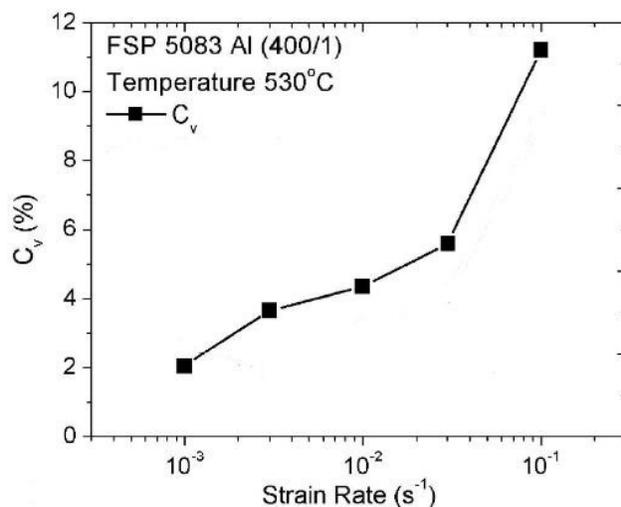


Рис.6. Влияние скорости деформации на объемную долю пор (C<sub>v</sub>)[100].

### 1.3.6 Влияние зеренной структуры на сверхпластичность сплавов Al

Сверхпластичные материалы должны не только иметь мелкозернистую микроструктуру, но и необходимо, чтобы она сохранялась стабильной во время деформации при повышенных температурах. Управлять структурой можно через изменение состава и режимов обработки. В последние десятилетия для формирования ультрамелкозернистой структуры в сверхпластичных сплавах часто используют методы интенсивной пластической деформации (ИПД). Использование методов ИПД сопровождается увеличением количества энергии, запасенной в материале, что увеличивает плотность зарождения зерен при повышенных температурах. Однако, запасенная энергия действует и как движущая сила для аномального роста зерна при повышенных температурах и приводит к снижению максимальной температуры, при которой может работать ЗГС, то есть проявляться сверхпластичность [101–103].

Уменьшение размера зерен приводит к увеличению плотности границ зерен и, следовательно, к ускорению ЗГС и увеличению относительного удлинения. Одним из основных требований к сверхпластичности является размер зерен менее 10 мкм. Уменьшение размера зерна приводит к увеличению оптимальной скорости деформации для сверхпластичности, снижению напряжения течения и, часто, температуры проявления сверхпластичности (рис.7). Снижение напряжения при

формовке выгодно с практической точки зрения [104]. Уменьшение размера зерна приводит к увеличению чувствительности к скорости деформации, и оптимальное удлинение до разрушения может быть достигнуто при более низких температурах. Чем меньше размер зерна тем легче активировать ЗГС и механизмы дислокационной ползучести при высокой скорости деформации, в результате чего проявляется высокоскоростная сверхпластичность [105].

Форма зерен и строение границ также оказывают влияние. Микроструктура состоящая из равноосных зерен, окруженных высокоугловыми границами облегчает ЗГС и улучшает показатели сверхпластичности [88,106,107]. Однако большая скорость миграции зерен с большими углами разориентировок приводит к ускоренному росту зерна во время сверхпластической деформации (динамический рост зерна), деформационному упрочнению, росту напряжения и определяет предельное удлинение. Кроме того, необходимость применения низких скоростей деформации усиливает рост зерна при сверхпластической деформации. Кроме того, динамический рост зерен и изменения геометрии зерен могут предотвратить образование несплошностей при сверхпластической деформации [108,109].

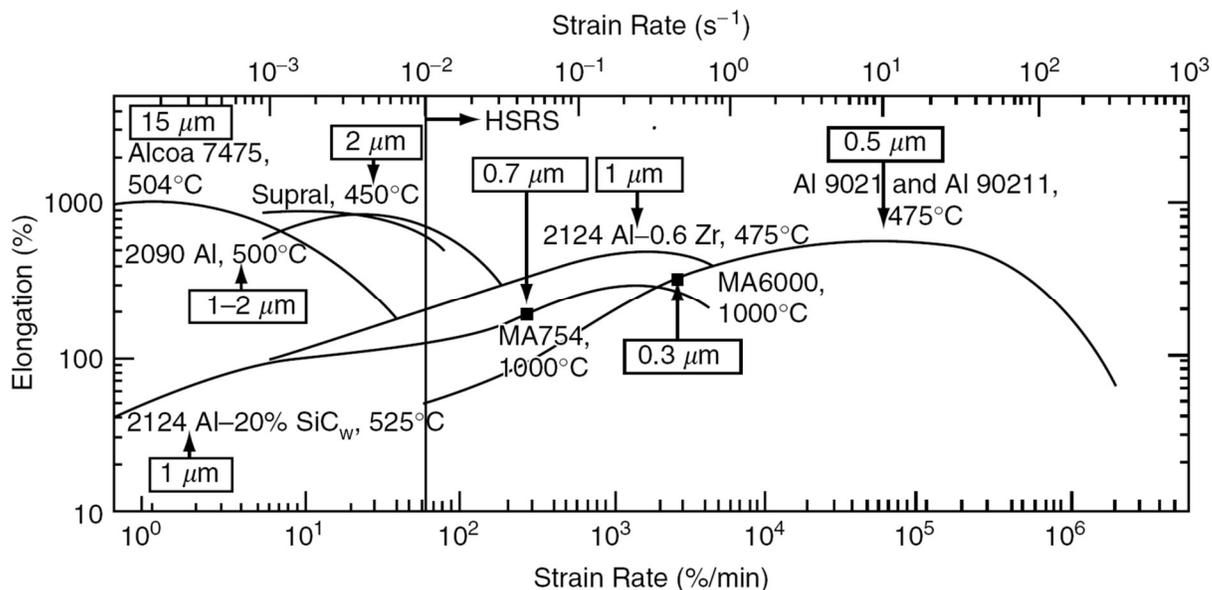


Рис.7. Влияние размера зерна на оптимальную скорость деформации при СПФ [104]

### 1.3.7 Влияние термомеханической обработки на формирование структуры и сверхпластичность алюминиевых сплавов

Используют различные методы термомеханической обработки алюминиевых сплавов для достижения заданных свойств. Сплавы можно прокатывать в диапазоне температур, близких к

температуре рекристаллизации, тогда полученная при высокой температуре структура сохраняет высокую термическую стабильность при сверхпластическом течении. Эффективны комбинации холодной и теплой прокатки, с применением промежуточной гетерогенизации (перестаривания) [110]. Традиционно используют многоступенчатую термомеханическую обработку с отжигами и прокаткой для получения микрочеренной структуры в алюминиевых сплавах. ТМО состоит из нескольких этапов обработки, (1) гомогенизационный отжиг, (2) горячая прокатка, (3) перестаривание, (4) горячая прокатка, (5) холодная прокатка и (6) рекристаллизационный отжиг (рис.8) [104].

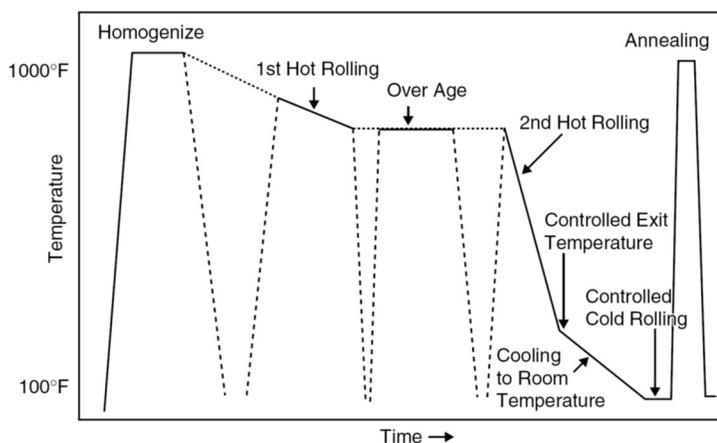


Рис.8. Пример ТМО на основе прокатки с перестариванием для термически-упрочняемых алюминиевых сплавов [104]

Сплавы с близким составом могут обладать различными свойствами, вероятно, в зависимости от применяемой технологии обработки. Ли и др.[111] испытывали сплав Al-5.8Mg-0.4Mn-0.25Sc-0.1Zr в диапазоне температур от 450 °C до 525 °C и диапазоне начальных скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$  максимальное удлинение составило 740% при 500°C и  $7 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ . Ху и др.[99] изучали сплав близкого состава при 450 - 550 °C и  $1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$  и относительное удлинение 3250% при 520 °C и  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ . Аналогично, Loucif и др.[112] и Caballero и др.[101], в двух разных исследованиях работали над сверхпластичностью сплава на основе Al-Zn-Mg-Cu (AA7075), но полученные свойства сильно отличались из-за различий режимов термомеханической обработки и, как следствие, параметров микроструктуры. Данные результаты показывают важность подготовки микроструктуры и, следовательно, важную роль термомеханической обработки для получения сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах.

### 1.3.8 Особенности получения сверхпластичного состояния в сплавах Al-Mg-Si

В сплавах на основе Al-Mg-Si из-за низкой концентрации растворенных легирующих элементов в твердом растворе измельчение зерен затруднено, а динамический рост зерен при повышенных температурах доминирует, что чрезвычайно затрудняет достижение сверхпластичного состояния [4]. Наиболее эффективным методом формирования ультрамелкозернистой (с размером зерен около 1 мкм) структуры и сверхпластичности в сплавах на основе системы Al-Mg-Si является ИПД [5,6,8]. Однако методы ИПД чрезвычайно энергоемки, что накладывает ограничения на размер образцов и, следовательно, на их промышленное применение для массового производства [113,114].

Некоторые исследования показали, что можно достичь сверхпластичности в сплавах Al-Mg-Si в результате применения соответствующей термомеханической обработки. Фактически, первые попытки достичь сверхпластичности в сплавах на основе Al-Mg-Si с помощью термомеханической обработки относятся к 70-м годам, когда исследователи намеревались получить микрозернистую структуру в некоторых сплавах серии бxxx, используя комбинацию процессов экструзии, горячей и холодной прокатки [115]. Позже некоторые другие исследования были сосредоточены на этой проблеме путем разработки соответствующих методов термомеханической обработки для измельчения зерна и достижения сверхпластичного состояния в некоторых сплавах бxxx серии, однако, число работ на данную тему весьма ограничено. Chung et. al. [116], Troeger et. al. [117,118], и Kovacs-Csetenyi et. al. [119] разработали термомеханическую обработку для измельчения зерна сплавов 6013, 6111, 6061 и 6066, используя стимулированное частицами зарождение при рекристаллизации ("эффект стимулированной зародышеобразования частиц", далее PSN) (принцип Rockwell технологии, примененный впервые для сплава AA7075/7475 [120]). Наилучшие результаты были получены Troeger и др., которые достигли структуры со средним размером зерен 10 мкм. Максимальное удлинение до разрушения 350-375% при диапазоне скоростей деформации  $2.8 \times 10^{-4}$ - $5 \times 10^{-4}$  с<sup>-1</sup> и температуре 450°C являются приемлемыми результатами. Kovacs-Csetenyi и др. применив термомеханическую обработку получили сверхпластичность при температурах выше 500°C и скоростях деформации в пределах  $10^{-5}$ - $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Обработка включала длительный гетерогенизационный отжиг с контролируемым медленным охлаждением, приводящий к выделению частиц Mg<sub>2</sub>Si, которые обеспечивали PSN эффект [120–122]. Несмотря на все усилия по разработке различных методов термомеханической обработки, максимальное удлинение до разрушения проявлялись чрезвычайно низких скоростях деформации и относительно высоких температурах. Низкие скорости деформации и низкое относительное удлинение не обеспечили промышленного применения для разработанных сплавов серии бxxx в технологии СПФ.

Стабильность зеренной структуры оставалась ниже, чем у сильно легированных сплавов, а также эффективность эффекта PSN для сплавов 6XXX ниже, чем у сплавов 7XXX, из-за меньшего содержания легирующих элементов в твердом растворе и меньшей объемной доли выделенных частиц. Таким образом, сплавы Al-Mg-Si требуют в первую очередь модифицирования состава, для получения и сохранения микроструктуры.

### **1.3.9 Влияние добавок дисперсоидообразующих и эвтектикообразующих элементов на сверхпластичность алюминиевых сплавов**

Однофазные сплавы – твердые растворы практически не проявляют сверхпластичность, поскольку рост зерен происходит быстро при повышенных температурах. Для предотвращения роста зерен требуется наличие частиц вторых фаз на границах зерен. В присутствии частиц на мигрирующую границу действует сдерживающая сила Зинера. Рост зерна значительно замедляется, чем больше объемная доля частиц и меньше их размер. Термически стабильные частицы второй фазы равномерно распределяются по зернам и границам зерен и эффективно тормозят рост зерен [23,123].

Легирующие элементы, находясь в растворе или в виде частиц вторых фаз закрепляют дислокации и могут ускорить рост плотности дислокаций при деформации, что может стать причиной деформационного упрочнения [124]. Выделения частиц второй фазы на границах зерен влияют на поверхностную энергию межфазных и межзеренных границ и порообразование [65]. Обычно, сверхпластичные сплавы содержат относительно мелкие частицы второй фазы, которые равномерно распределены в теле зерен. Мелкие частицы создают малые концентрации напряжений, и не препятствуют ЗГС [104]. Крупные частицы на границах зерен могут, напротив, мешать ЗГС и стать зародышами пор на межфазных границах (<1 мкм).

Некоторые переходные/редкоземельные элементы, такие как элементы группы 4, Ti, Zr, Hf, Sc, Er, Y, Yb и т.д., привлекли большое внимание в качестве микродобавок в сплавы Al формирующих дисперсные частицы (дисперсоиды) со структурой  $L1_2$  и эффективно сдерживающих рост зерен при сверхпластической деформации [125–127].

Дисперсоиды представляют собой продукты распада во время гомогенизации слитков пересыщенного при литье (или в малолегированных сплавах при закалке с температур выше сольвуса  $L1_2$  фаз) твердого раствора. Наиболее эффективными дисперсоидообразующими элементами являются Sc и Zr [47,50–52,128–130], которые при добавлении к алюминиевым сплавам

по отдельности образуют фазы  $L1_2$   $Al_3Sc$  и  $Al_3Zr$ ,  $Al_3(Sc,Zr)$  [48,49,51]. Дисперсоиды  $Al_3(Sc, Zr)$  с оболочкой из атомов  $Zr$  и ядром из атомов  $Sc$  обладают повышенной прочностью и термостойкостью [50,52,130].  $Y$  и  $Er$  также могут образовывать дисперсоиды при термообработке и, благодаря их более низкой стоимости, могут рассматриваться в качестве альтернативы  $Sc$  в алюминиевых сплавах. Кроме того, эти элементы способны вызывать образование эвтектических фаз во время кристаллизации, позволяя в отсутствие других легирующих элементов образовывать бимодальную структуру. Однако, как показано в ряде исследований, эффект этих элементов становится значительным только в присутствии  $Zr$  и/или  $Sc$  [131–138].

Перспективным способом обеспечения сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах является создание гетерогенной структуры с бимодальным распределением частиц по размерам частиц вторых фаз. Крупные частицы размером 0.5-2 мкм обеспечивают измельчение зерна благодаря эффекту PSN, наноразмерные частицы (дисперсоиды) стабилизируют границы зерен в соответствии с механизмом Зинера [23,139,140]. Бимодальное распределение частиц в структуре обеспечило высокоскоростную сверхпластичность в алюминиевых сплавах типов AA5XXX- [20,141,142], AA7XXX- [56,141,143,144] and AA2XXX [145,146] содержащих эвтектико-образующие элементы  $Fe$  [20],  $Ni$  [20,56,143,145],  $Ce$  [145,147,148],  $Y$  [146],  $Er$  [142].

Никель является перспективным легирующим элементом для обеспечения сверхпластичности сплавов на основе алюминия [20,56,57,145,149]. Применение простой термомеханической обработки приводит к почти сферической морфологии частиц  $Al_3Ni$  в листах  $Ni$ -содержащих сплавов [145,146,148]. В работах [21,56,143] было показано, что добавление 3%  $Ni$  к алюминиевым сплавам серии 7XXX приводит к образованию фазы  $Al_3Ni$  с объемной долей 6%, что обеспечивает относительное удлинение 600-800% при высоких скоростях деформации 0.01-0.04  $s^{-1}$ . Совместное добавление  $Fe$  и  $Ni$  приводит к образованию частиц фазы  $Al_9FeNi$  и обеспечивает сверхпластичность при высокой скорости деформации в сплавах серий 7XXX и 5XXX. В работе [21] было показано, что сплав серии 7XXX, легированный 1.1%  $Ni$  и 1.0%  $Fe$ , содержал ~6% фазы  $Al_9FeNi$ , которая была фрагментирована во время термомеханической обработки с образованием частиц размером около 0.9 мкм. В результате этот сплав показал сверхпластичность с относительным удлинением более 600% в диапазоне скоростей деформации 0.01-0.04  $s^{-1}$  при температуре 440°C. В сплавах серии 5XXX [20], частицы  $Al_9FeNi$  с объемной долей ~8% и средним размером 0.8 мкм обеспечили относительное удлинение 300-550% при скорости деформации 0.002-0.1  $s^{-1}$  в температурном диапазоне 420-540°C.

Аналогичное положительное влияние на показатели сверхпластичности наблюдалось также при добавлении в алюминиевые сплавы редкоземельных металлов, образующих эвтектику, таких как Се, Ер и Y. В работе [148], было проанализировано влияние 0.8 мас.% Се на сверхпластичность сплава Al-4,8 Mg-0.8 Ce-0.6 Mn-0.6 Fe-0.1 Cr. После кристаллизации были идентифицированы сложные Се-содержащие фазы, предположительно следующих стехиометрий:  $Al_{10}Mn_2Ce$ ,  $Al_{20}Mn_2Ce$ ,  $Al_{10}Fe_2Ce$ . Общая объемная доля фаз составляла ~7%, а средний размер частиц после термомеханической обработки составлял ~0.8 мкм. Сплав показал сверхпластичность в диапазоне температур 500-540°C с относительным удлинением до 400% при скорости деформации  $0.01 \text{ c}^{-1}$ .

Влияние добавки редкоземельного иттрия (Y) на микроструктуру и механические свойства литых алюминиевых сплавов обсуждено в [150–157]. Однако влиянию добавок Y на зеренную структуру и сверхпластичность Al-сплавов не обсуждено в литературе. В работе Позднякова и др. сообщается о положительном влиянии добавки Y на сверхпластичность сплава Al-4,7Cu-0.3Zr [146]. Авторы выявили богатые иттрием фазы эвтектического происхождения, предположительно  $Al_8Cu_4Y$  и  $(Al,Cu)_{11}Y$  с суммарной объемной долей около 11%. После ТМО в листах была получена гетерогенная бимодальная структура со средним размером крупных частиц 1.7-1.9 мкм и наноразмерными дисперсоидами фазы  $L1_2$ . В результате сплав показал сверхпластичность при скорости деформации в диапазоне от  $5 \times 10^{-4}$  до  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  с относительным удлинением до 400% при температурах на несколько градусов ниже солидуса.

Введение Ер в разные Al-сплавы приводит к уменьшению размера зерна, повышению температуры начала рекристаллизации и росту прочностных свойств при сохранении высокой пластичности [125,138,158–162]. Добавка Ер обеспечивает сверхпластичность в сплавах серии 5XXX, что было показано в работе [142]. Авторы проанализировали сплав Al-3Mg-0.25Er-0.25Zr, в котором выявили фазу  $Al_3Er$  эвтектического происхождения. После ТМО сплав показал сверхпластичность с относительным удлинением 300-500% в диапазоне температур 440-520°C и скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Анализ литературных данных указывает на повышенный интерес исследователей к легированию РЗМ, таким как Y, Ер, Yb, Gd, и их влиянию на механические свойства алюминиевых сплавов, однако круг работ, посвященных влиянию этих элементов на сверхпластичность, ограничен.

Измельчение зерна слитка в основном реализуют за счет модифицирующей добавки  $Al_5TiB$ . Частицы  $TiB_2/TiAl_3$  действуют как зародыши новых зерен при кристаллизации, обеспечивая гетерогенное образование зародышей. При этом, растворившийся титан сегрегируя ограничивает рост зерен при кристаллизации. Однако, титан практически не приводит к образованию

дисперсоидов и стабильности рекристаллизованных зерен при повышенных температурах, кроме того, кремний по данным ряда работ взаимодействуют с Ti и уменьшает модифицирующий эффект зарождения добавки Ti-B[5,64,163–166].

Механизм стимулирования частицами зарождения при рекристаллизации (PSN) приводит к измельчению зерна в алюминиевых сплавах. Наноразмерные дисперсоиды также подавляют рекристаллизацию и замедляют рост зерен при повышенных температурах за счет механизма Зинера[47,57,84,111,128,129,167,168]. Сочетание этих механизмов обеспечивает ряду сплавов ультрамелкое зерно и сверхпластичное поведение. Отметим, что описанные выше сплавы относятся к сильнолегированным, и термическая стабильность структуры может быть результатом в том числе сильно легированного твердого раствора. При этом, роль бимодальности структуры в сплавах с малолегированным твердым раствором, таких как Al-Mg-Si, остается неочевидной.

## **Выводы по Главе 1**

- 1.1 Сплавы на основе Al-Mg-Si (серия бxxx) имеют высокие прочностные характеристики и коррозионную стойкость, свариваемость и пластичность, что делает их важным материалом для транспортного машиностроения. Благодаря способности образовывать пересыщенный Mg и Si твердый раствор при малых степенях переохлаждения (например, на воздухе) сплавы являются перспективными для получения изделий сложной формы методом сверхпластической формовки с возможностью упрочнения изделий после формовки путем закалки и старения при минимизации коробления. При этом, получение микрозеренной структуры путем термомеханической обработки и сверхпластичного состояния при требуемых для промышленного применения скоростях деформации (более  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) в сплавах данной серии затруднительно ввиду малолегированного твердого раствора и склонности к статическому и динамическому росту зерен, ввиду чего сверхпластичность сплавов на основе Al-Mg-Si (серия бxxx) мало исследована.
- 1.2 Термомеханическая обработка, включающая горячую и теплую/холодную прокатку с промежуточным гетерогенизационным отжигом обеспечивающим выделение частиц вторых фаз микронных/субмикронных размеров позволяет сформировать микрозеренную структуру и получить сверхпластичное состояние благодаря задействованию механизма стимулирования зарождения новых зерен при рекристаллизации, в том числе в сплавах системы Al-Mg-Si, но сплавы, полученные по такой технологии проявляют сверхпластичность при скоростях порядка  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , чего не достаточно для промышленного применения. Эффективный путь формирования крупных частиц в

сплавах на основе алюминия, обеспечивающих стимулирование зарождения новых зерен и микроструктурную сверхпластичность при скоростях порядка  $10^{-2} \text{ с}^{-1}$  дополнительное легирование эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими добавками переходных металлов, Fe, Ni, Ce, Er Y, Sc, Zr. Крупные твердые частицы эвтектических фаз способны стимулировать зарождение новых зерен при статической и динамической рекристаллизации, в том числе во время сверхпластической деформации. Дисперсоиды образованные рядом данных элементов, равномерно распределенные по матрице твердого раствора сдерживают рост зерен при повышенных температурах за счет механизма Зинера, обеспечивая продолжительное установившееся течение, и повышают прочностные характеристики за счет механизма Орована. Результаты, представленные к настоящему времени, показывают, что комбинированное воздействие мелких и крупных частиц эффективно обеспечило сверхпластичность с высокой скоростью деформации в сплавах типа AA7xxx, AA5xxx и AA2xxx, имеющих сильнолегированный твердый раствор. Данный подход формирования бимодального распределения частиц вторых фаз по размерам, не был применен к сплавам системы Al-Mg-Si, ввиду чего, влияние указанных переходных металлов на микроструктуру и свойства сплавов данной группы и выбор наиболее перспективных комбинаций требует детальных исследований. Таким образом, формирование микроструктуры и сверхпластичного состояния сплавов 6XXX серии путем модифицирования добавками эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов в сочетании с термомеханической обработкой представляют собой новый подход к получению сверхпластичности при повышенных скоростях деформации для сплавов типа авиали, т.е. на основе системы Al-Mg-Si, что является целью данного исследования. Необходимо изучить влияние указанных переходных металлов на фазовый состав, зеренную структуру, показатели сверхпластичности, механические свойства при комнатной температуре и коррозионную стойкость.

## Глава 2. Материалы и методы исследования

### 2.1 Составы сплавов

Исследовали сплавы на основе системы Al-Mg-Si с добавками переходных, в том числе редкоземельных металлов (REM/TM). Сплавы приготовлены методом литья. Составы исследуемых сплавов приведены в таблице 2.1. Сплав сравнения А (базовый состав) по составу близок к промышленным сплавам AA6013 и AA6011 (ISSN 2377-6692).

Таблица 2- Химические составы исследуемых сплавов (мас.%) и температура плавления (T<sub>m</sub>)

Сплав	Mg	Si	Cu	Ni	Fe	Ce	Er	Y	Sc	Zr	Al	T <sub>m</sub> , °C
A	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	-	-	-	-	Bal.	569
S01	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	-	-	0.1	0.2	Bal.	570
S02	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	-	-	0.2	0.2	Bal.	568
N1	1.2	0.7	1.0	0.5	<0.005	-	-	-	0.1	0.2	Bal.	573
N2	1.2	0.7	1.0	2.0	<0.005	-	-	-	0.1	0.2	Bal.	571
N3	1.2	0.7	1.0	4.0	<0.005	-	-	-	0.1	0.2	Bal.	573
F0	1.2	0.7	1.0	1.0	1.0	-	-	-	-	-	Bal.	563
F	1.2	1.0	1.0	1.0	1.0	-	-	-	0.2	0.2	Bal.	569
F1	1.2	0.7	1.0	1.0	1.0	-	-	-	0.2	0.2	Bal.	566
F2	1.2	0.7	1.0	1.0	1.0	-	-	-	0.1	0.2	Bal.	563
C1	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	1.0	-	-	0.2	0.2	Bal.	584
E2	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	0.5	-	0.1	0.2	Bal.	570
Y1	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	-	0.5	0.2	0.2	Bal.	579
Y2	1.2	0.7	1.0	-	<0.005	-	-	1.0	0.2	0.2	Bal.	-
F3	1.2	0.3	1.0	1.0	1.0	-	-	-	0.2	0.2	Bal.	564
F4	1.2	0.1	1.0	1.0	1.0	-	-	-	0.2	0.2	Bal.	566

### 2.2 Плавка и литье

Для получения сплавов использовали следующие исходные материалы: алюминий марки алюминий А99 (ГОСТ 55375-2012), магний Mg95 (ГОСТ 804-72) и лигатуры: Al-12% Y, Al-5% Zr, Al-20% Ni, Al - 53,5% Cu, Al - 10% Fe, Al - 2% Sc, Al-9% Er, Al - 12% Si, Al - 20% Ce. Расплав

готовили в графито-шамотном тигле с использованием печи Nabertherm S3. Чтобы уменьшить выгорание магния, его вводили с помощью титанового колокольчика в расплав при температуре около  $720 \pm 10^\circ\text{C}$ , завернув в алюминиевую фольгу перед разливкой. Температура заливки  $780 \pm 20^\circ\text{C}$ . Слитки размерами  $20 \times 40 \times 100$  мм<sup>3</sup> отливали со скоростью охлаждения при литье около 15 К/с в медную изложницу с водяным охлаждением.

## **2.3 Термодеформационная обработка**

Сплавы подвергали термообработке в электропечи сопротивления Nabertherm N30/65A (основной режим 8 часов при  $350^\circ\text{C}$  и 3 часа при  $480^\circ\text{C}$ , точность поддержания температуры  $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Сплавы помещали в печь, нагретую до нужной температуры, затем выдерживали в течение определенного времени, при необходимости, закаливали в воду комнатной температуры.

Для прокатки использовали двухвалковый прокатный стан марки ДУО-250, диаметр валков 200 мм. При горячей прокатке при температуре  $440 \pm 20^\circ\text{C}$  образцы деформировали с обжатием 75%. Конечной операцией получения листа была холодная прокатка с обжатием 80%.

## **2.4 Рентгеноструктурный анализ**

Для анализа фазового состава была проведена рентгеновская дифрактометрия (порошковый образец) на Bruker D8 ADVANCE с использованием излучения Cu-K $\alpha$ .

## **2.5 Исследование микроструктуры**

### **2.5.1 Световая (оптическая) микроскопия**

Микроструктуру сплавов анализировали с помощью оптического микроскопа (LM, Zeiss Axiovert 200 M). Использовали естественный и поляризованный свет. Образцы были получены путем механической шлифовки и полировки с использованием Struers Labopol-5 на SiC-бумаге разной дисперсности (220, 320, 800, 1200, 2400, 4000). Заключительным этапом являлась полировка с использованием полировального сукна и суспензии Struers OP-S. Там, где это было необходимо, применяли электрополировку и анодное оксидирование.

Электрополировку проводили в растворе 6 частей этилового спирта, 1 части хлорной кислоты при напряжении 20 В в течении 5-10 с. Катод использовали из нержавеющей стали. Для оксидирования применяли реактив Бэккера при напряжении 20 В и температуре около  $0^\circ\text{C}$  в течении 30-50 с. Средний размер зерна измеряли на изображениях микроструктуры с использованием метода случайных секущих (ASTM-E112), анализируя по меньшей мере 300 данных измерений для каждого состояния.

## **2.5.2 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)**

Для анализа микроструктуры использовали сканирующий электронный микроскоп Tescan-VEGA3 LMN, с энергодисперсионным рентгеновским спектрометром/анализатором (ЭДС/ЭДА) (X - MAX80, Oxford Instruments) и детектором обратно-рассеянных электронов EBSD-HKL (NordlysMax EBSD, Oxford Instruments). Сканирование проводили в отраженных электронах при напряжении 20 кВ. Образцы были подготовлены путем механической подготовки, как упоминалось ранее в 2.5.1. Образцы для EBSD-анализа вырезали из листа или деформированного образца в плоскости прокатки/растяжения. Размер полученных с помощью EBSD-анализа изображений составлял  $400 \times 400$  мкм<sup>2</sup> при шаге 0.3–0.4 мкм.

## **2.5.3 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)**

Параметры частиц вторых фаз были исследованы при помощи просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM–2100 с высоким разрешением и возможностью энергодисперсионной спектроскопии/анализа (ЭДС/ЭДА). Ускоряющее напряжение составляло 200 кВ.

Объектами исследования были фольги, для получения которых пластины площадью примерно 1 см<sup>2</sup> механической шлифовкой утоняли до  $0.25 \pm 0.02$  мм, далее образцы подвергали электрополировке в растворе азотной кислоты (30%) и метанола на установке Struers TenuPol-5 при напряжении  $20 \pm 1$  В и температуре  $(0 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Средний размер частиц определяли методом случайных секущих, анализируя более 250 пересечений.

## **2.6 Методы определения механических свойств**

### **2.6.1. Испытания на одноосное растяжение при комнатной температуре**

Испытания на одноосное растяжение при комнатной температуре проводили с постоянной скоростью траверсы 4 мм/мин на машине Zwick Roell Z250, оснащенной автоматическим экстензометром TC-EXMACRO. Испытания проводили в соответствии со стандартом ASTM E8/E8M с использованием трех-пяти образцов для каждого состояния. Были определены предел текучести 0.2% (YS), предел прочности при растяжении (UTS) и относительное удлинение (El). Испытываемые образцы (длина рабочей части 25 мм и ширина 6 мм) были вырезаны из прокатанных листов (вдоль направления прокатки) толщиной 1 мм. Образцы подвергали отжигу в течение 20 мин при температуре 520 °С, затем проводили закалку охлаждением в воде с 520 °С и искусственное старение при 180 °С в течение 8 ч. Относительная погрешность экспериментов по пределу

прочности при растяжении и условному пределу текучести составила не более 7%, а по относительному удлинению - 10% от измеренного значения.

### 2.6.2 Метод измерения твердости по Виккерсу

Твердость по Виккерсу измеряли с помощью лабораторного твердомера Wilson Wolpert УН930 при нагрузке 50 Н. Время нагрузки 15 с. Среднее значение твердости HV определяли по результатам 5-10 измерений на точку.

Для определения доверительного интервала средних значений твердости или структурных параметров использовали стандартное отклонение при доверительной вероятности 0.95.

## 2.7 Термический анализ

Температуры плавления сплавов определяли методом дифференциального термического анализа на калориметре Setaram Labsys DSC 1600 в атмосфере аргона. Объектами исследования были образцы размером 3×3×5 мм. Эталонном был пустой тигель. Скорость нагрева составляла 5 К/мин. Температуры плавления исследуемых сплавов приведены в таблице 2.

## 2.8 Определение показателей сверхпластичности

Определяли напряжение течения  $\sigma$ , показатель скоростной чувствительности  $m$ , относительное удлинение %E1 при постоянной скорости деформации ( $\dot{\epsilon}$ ) и температуре (T).

### 2.8.1 Подготовка образцов для сверхпластической деформации

Испытания проводили на образцах холоднокатаных листов с размером рабочей части шириной 6 мм, толщиной  $1.0 \pm 0.1$  мм и длиной 14 мм (рис.9). Значение  $L_0$  (длина) рассчитано на основе следующих пропорций [169] (уравнение (4)):

$$L_0 = 5.65\sqrt{A_0}, \quad (4)$$

где " $L_0$ " - расчетная длина в мм; а " $A_0$ " - начальная площадь поперечного сечения рабочей части образца, мм<sup>2</sup>.

Для листа толщиной 1 мм рабочая часть образца имела размеры (14×6×1) мм<sup>3</sup>.

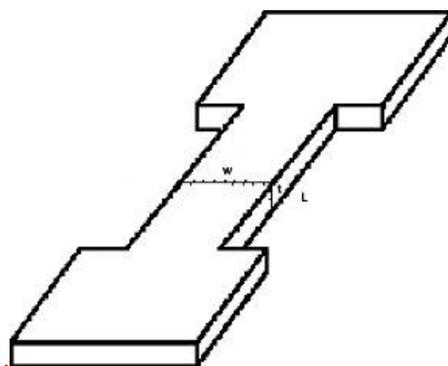


Рис.9. Схема образцов из листовой заготовки, подготовленных для определения показателей сверхпластичности

### 2.8.2 Высокотемпературные испытания на растяжение при постоянной скорости деформации

Испытания на одноосное растяжение проводили в диапазоне температур 440-520°C и при постоянной скорости деформации в интервале от  $1 \times 10^{-3}$  до  $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  на испытательной машине Walter Bai LFM-100 согласно ASTM E2448-11. Скорость траверсы увеличивалась пропорционально увеличению длины образца для поддержания скорости деформации постоянной. Образец помещали в захваты печи испытательной машины и разогретую до заданной температуры печь. нагрели в течение 15-20 минут до выхода до заданной температуры перед началом высокотемпературных испытаний на растяжение. Для каждого состояния испытывали три образца на точку. С учетом поддержания постоянной скорости деформации при испытании и равномерности сверхпластической деформации сплавов без образования шейки были рассчитаны значения истинного напряжения ( $\sigma$ ) - истинной деформации ( $\epsilon$ ).

### 2.9 Испытание на коррозионную стойкость

Коррозионную стойкость определяли в соответствии с ASTM G110-92 путем погружения образцов в раствор 57 г хлорида натрия + 10 мл перекиси водорода (30), разбавленный до 1.0 л водой при температуре  $30 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ . Перед испытанием поверхность образцов травили, в растворе 945 мл дистиллированной воды + 50 мл азотной кислоты (70 %) + 5 мл плавиковой кислоты (48 %). Таким образом, поверхность образцов была очищена перед испытанием. Образцы погружали в раствор на период не менее 24 часов (при соотношении исследуемого раствора к площади поверхности образца не менее  $5 \text{ мл/см}^2$ ), а затем промывали водой и сушили. По окончании испытаний оценивали состояние поверхности визуально, а также оценивали снижение механических свойств при комнатной температуре после испытаний.

### Глава 3. Анализ фазового состава и микроструктуры сплавов в литом и гомогенизированном состоянии

#### 3.1 Анализ фазового состава сплавов по данным Thermo-Calc

Фазовый состав базового сплава А (типа 6011 или 6013) в равновесном состоянии был проанализирован с помощью программного продукта Thermo-Calc (рис. 10). По данным термодинамических расчетов, при температурах ниже солидуса в равновесии находятся твердый раствор на основе алюминия (Al) и фаза  $Mg_2Si$ , эвтектического происхождения (рис. 10-а). Добавление 0.1-0.2% Sc и 0.2% Zr к базовому сплаву приводит к увеличению температуры ликвидуса сплава с 650 до 730-740°C (рис. 10- с, d). При равновесной кристаллизации образование первичных кристаллов фазы  $DO_{23}$ -  $Al_3Zr$  предшествует образованию кристаллов (Al). При повышенном содержании скандия кристаллы  $L_{12}$ -фазы  $Al_3Sc$  также термодинамически возможны при равновесной кристаллизации сплавов.

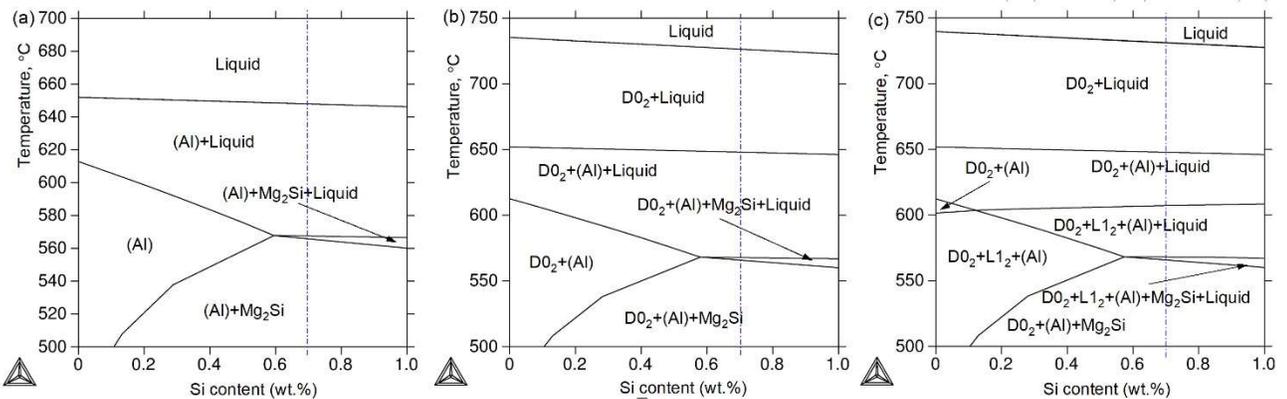


Рис. 10-Политермические сечения для систем (a) Al–1.2 Mg–xSi–1.0 Cu, (b) Al–1.2 Mg–xSi–1.0 Cu–0.1Sc–0.2Zr и (c) Al–1.2 Mg–xSi–1.0 Cu–0.2 Sc–0.2Zr

Добавление 0.5-4% Ni к сплаву А приводит к образованию при равновесной кристаллизации дополнительно фазы  $Al_3Ni$  (рис. 11 а), а добавление 1% Се приводит к образованию фазы  $Al_{11}Ce_3$  в дополнение к (Al) и  $Mg_2Si$  (рис. 11b) однако, данных о тройных фазах с Се, наблюдаемых в сложнокомпонентных сплавах при кристаллизации согласно данным литература, в имеющихся базах данных ThermoCalc нет. Совместное легирование 1% Fe и 1%Ni обеспечивает кристаллизацию тройной фазы  $Al_9FeNi$  эвтектического происхождения (рис. 11 в).

До настоящего времени база данных ThermoCalc не имеет необходимого набора данных для расчета фазового состава сплавов с добавками большинства редкоземельных элементов. В

результате анализ фазового состава сплавов с Er и Y, а также Ce, был проведен с учетом литературных данных.

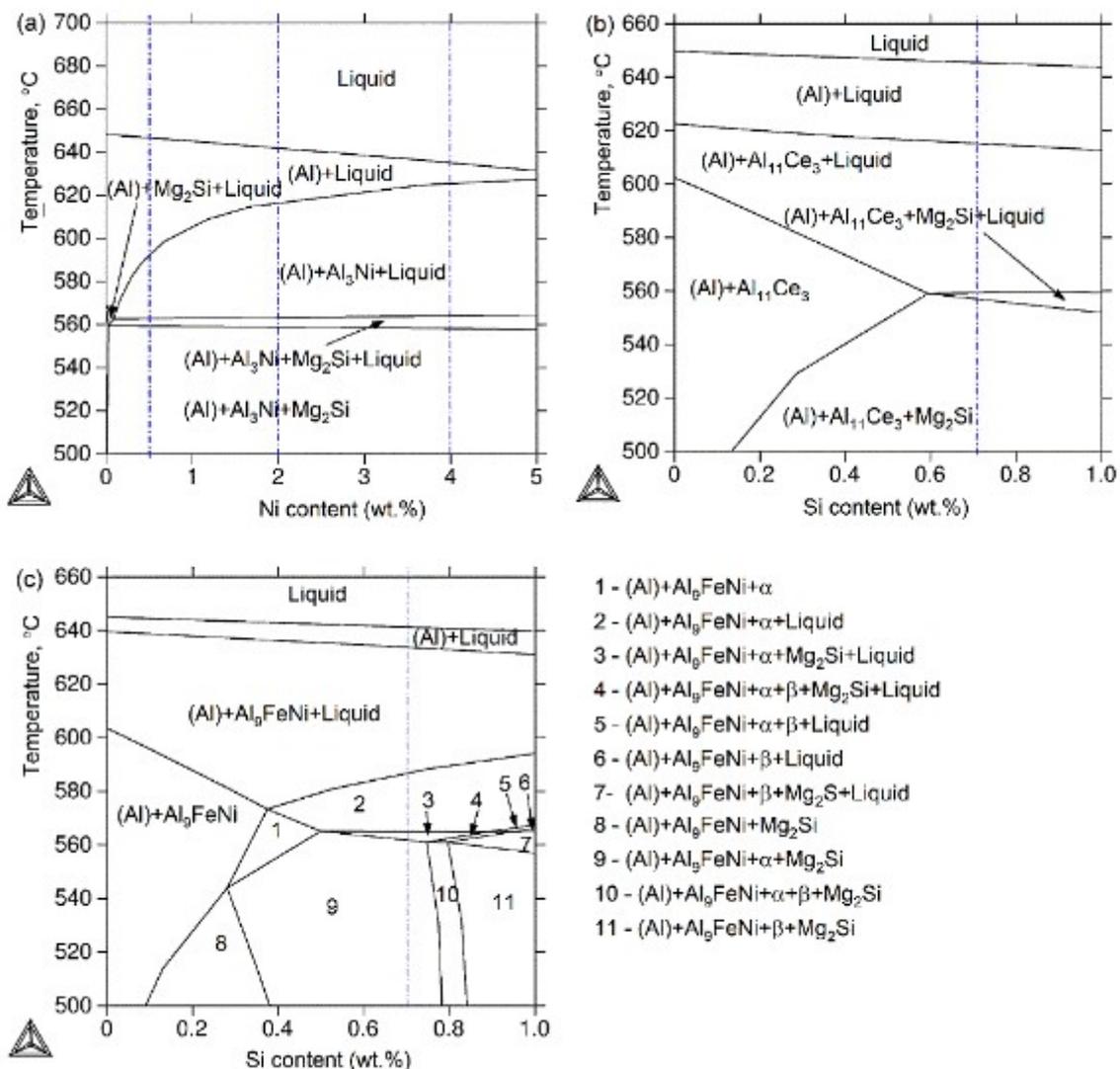


Рис. 11-Политермические сечения системы (a) Al–1.2 Mg, –0.7 Si, –1.0 Cu, –x Ni, (b) Al–1.2 Mg, –0.7 Si, –1.0 Si, –x Ce, и (c) Al–1.2 Mg, –0.7 Si, –1.0 Si, –1.0 Fe, –x Ni, рассчитанные с помощью программного пакета ThermoCalc

Основываясь на ранее упомянутом влиянии легирующих элементов и пределах их растворимости, теоретических расчетах возможных фаз для создания через легирование бимодального распределения частиц, были выбраны следующие легирующие элементы Ni, Fe, Ce, Er, Y, Sc и Zr (таб. 1). Основываясь на литературных данных, соотношения концентраций Mg/Si (масс. %) в сплавах считалось равным приблизительно 1.73, что соответствует квазибинарному разрезу системы Al–Mg<sub>2</sub>Si [10,170]. В качестве сплавов сравнения, в дополнение к базовому сплаву

А, также были получены сплавы сравнения S01 и S02 с добавками 0.1% Sc и 0.2% Zr (S01), и 0.2% Sc и 0.2% Zr (S02).

### 3.2 Определение температуры солидуса сплавов методом дифференциального термического анализа

ДСК кривые показаны на рис. 12. Рассчитанные температуры солидуса приведены в таблице 2. Добавки Er, Ni и Fe, а также Sc и Zr оказывали незначительное влияние на температуру солидуса (она изменялась в пределах погрешности определения), в то время как легирование Ce или Y привело к повышению температуры солидуса. Это можно предположительно объяснить значительным влиянием Ce и Y на фазовый состав сплава и растворением основных элементов, (к которым относится магний, медь и кремний) в фазах кристаллизационного происхождения при их меньшем количестве в твердом растворе на основе алюминия.

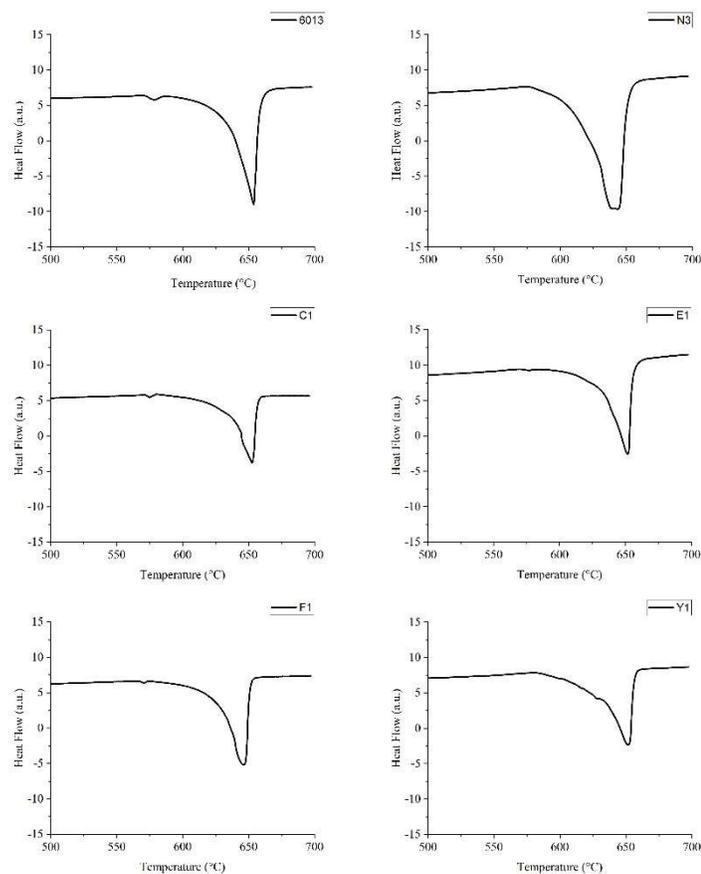


Рис. 12 – ДСК-кривые сплавов А, С1, Y1, F2, E1 и N3.

### 3.3 Анализ химического и фазового состава сплавов

СЭМ микроструктура исследованных сплавов показала, что после кристаллизации во всех сплавах основным микроструктурным компонентом были дендриты твердого раствора на основе алюминия, однако, было очевидно присутствие отдельных фаз более темного и более светлого контраста в междендритных областях. Основываясь на данных СЭМ-ЭДА и рентгенофазового анализа (представлен далее), темные области были обогащены Mg и Si и предположительно соответствуют фазе  $Mg_2Si$ .

Рисунок 13 иллюстрирует сравнение микроструктур сплавов базового состава А (типа АА6013), сплава-сравнения S02 и модельного сплава Y1 в литом состоянии. Дендритные ячейки окружены двумя типами фаз кристаллизационного происхождения (что типично для фаз эвтектического происхождения) более темного и светлого контраста. Объемная доля светлой фазы для сплавов базового состава и S02 не превысила  $0.6 \pm 0.2\%$ , а в Y1 составила  $1.2 \pm 0.2\%$ , а объемная доля темной фазы ( $Mg_2Si$ ) для сплавов составляла  $1.5 \pm 0.1\%$ ,  $1.8 \pm 0.2\%$  и  $1.1 \pm 0.2\%$  соответственно. Кроме алюминия, области с светлым контрастом были обогащены Cu в сплавах базовом, S02 и S01, и принадлежали неравновесной фазе  $Al_2Cu$ , в то время как в сплаве Y1 они были обогащены Cu, Si и Y. Карты ЭДА для Sc и Zr показали почти однородное распределение элементов в сплавах S02 и Y1 с единичными участками, обогащенными Sc и Si. Не было обнаружено существенных различий в микроструктуре сплавов S01 и S02 с добавками Sc и Zr по сравнению со сплавом А. Данные ЭДА сплава S02 показали, что некоторые области в светлой фазе обогащены Si и Sc (рис. 13). Это может указывать на кристаллизацию  $Al_2Cu$  и  $AlSi_2Sc_2$  [171,172] в сплаве S02, однако, в виду малой фракции  $AlSi_2Sc_2$  рентгенографически ее присутствие не выявили. В сплаве Y2 с повышенным содержанием иттрия до 1% выявили первичные кристаллы богатые цирконием, вероятно, равновесной фазы  $Al_3Zr$ , и далее этот сплав не рассматривали.

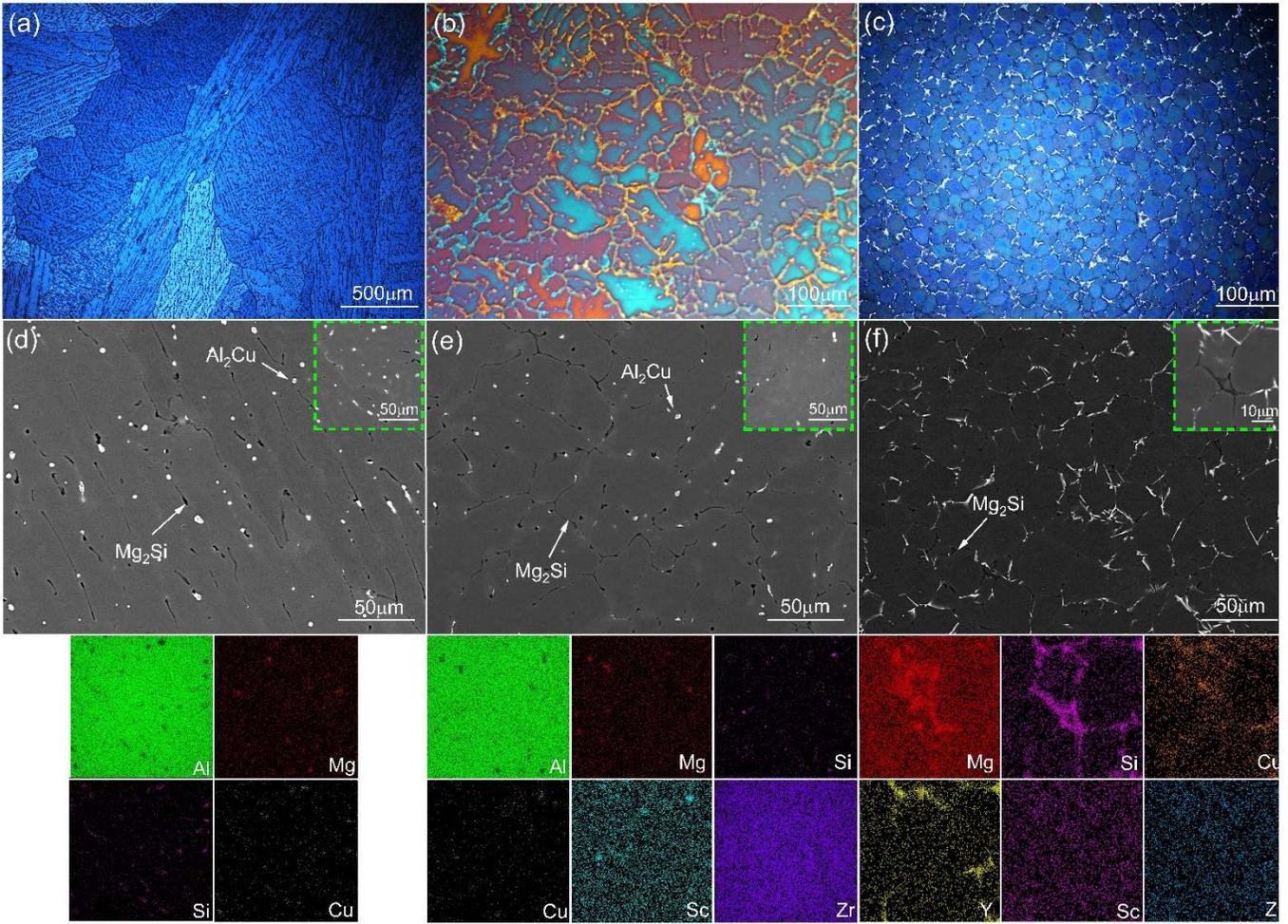


Рис. 13-Микроструктуры литых сплавов (a, d) А, (b, e) S02 и (c, f) Y1; (a-c) Изображения световом микроскопе (поляризованный свет), (d-f) микрофотографии СЭМ и карты ЭДА для областей отмеченных зеленым пунктирным квадратом в d, e и f.

На рис. 14 показаны СЭМ-изображения Ni-содержащих сплавов N1, N2 и N3 в литом состоянии. Основным структурным компонентом во всех выбранных сплавах были дендриты твердого раствора (Al). Два типа фаз кристаллизационного происхождения окружали дендритные ячейки в исследованных сплавах: преимущественно светлая фаза с высоким содержанием Ni, предположительно  $Al_3Ni$ , и темная фаза  $Mg_2Si$ . Объемная доля фазы  $Al_3Ni$  увеличивалась с увеличением концентрации Ni. В сплавах N2 с 2% Ni и N3 с 4% Ni наблюдали пластинчатые эвтектические колонии (рис. 14- b, c), в то время как в сплаве N1 с 0.5% Ni наблюдали прослойки светлой фазы на периферии дендритных ячеек (рис. 14-a). Объемная доля фазы  $Al_3Ni$  составляла  $2.8 \pm 0.4\%$ ,  $4.8 \pm 0.3\%$ , и  $8.1 \pm 0.4\%$  для сплавов N1, N2 и N3 соответственно. Фаза  $Mg_2Si$  наблюдалась в

основном на периферии дендритных ячеек, и ее объемная доля для всех исследованных сплавов составляла приблизительно  $1.2 \pm 0.3\%$ . Неполное совпадение на картах ЭДА зон богатых Mg и Si предполагает наличие небольшой фракции свободного (Si) в литом состоянии. Анализ ЭДА выявил сегрегацию Cu на периферии дендритных ячеек. Фазы кристаллизационного происхождения, содержащие Sc и Zr, обнаружены не были, а карты ЭДА для Sc и Zr показали практически однородное распределение этих элементов в сплавах (за исключением единичных включений богатых кремнием и скандием).

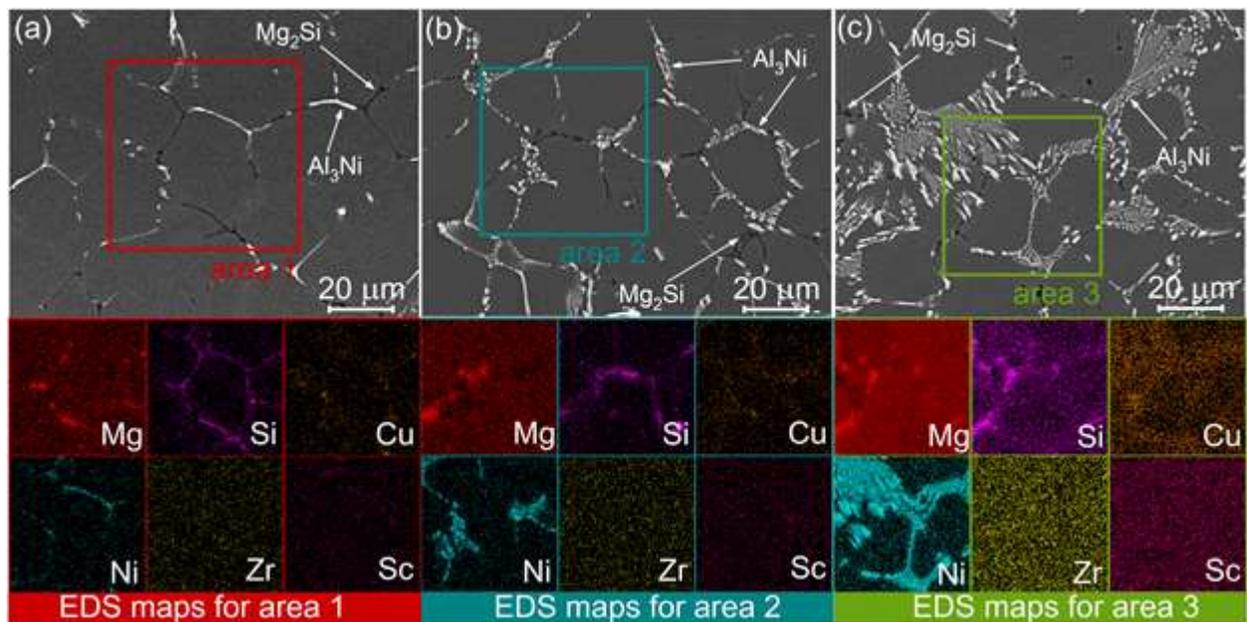


Рисунок 14-Изображения микроструктуры СЭМ и соответствующие карты СЭМ-ЭДА для (а) сплава N1, (б) сплава N2 и (в) сплава N3 в литом состоянии.

Подобно сплавам, не содержащим Fe, в сплаве F1, содержащем 1.0% Fe и 1.0% Ni, основным структурным компонентом был твердый раствор на основе алюминия (Al). Яркие области на изображении СЭМ соответствовали фазе эвтектического происхождения, обогащенной Ni и Fe (А-тип, вставка на рис. 15 - а), предположительно  $Al_9FeNi$ . Темные области (тип В, вставка на рис. 15 - а) были обогащены Mg и Si и соответствовали фазе  $Mg_2Si$ . Некоторые области были обогащены только Si, что может указывать на небольшую долю избытка (Si) после кристаллизации, некоторые единичные включения содержали кремний и скандий и могли принадлежать фазе  $AlSi_2Sc_2$  (рис. 15 - d). Sc и Zr на соответствующих картах ЭДА были в основном равномерно распределены (рис. 15 - h, i). В литом состоянии на микрофотографиях СЭМ были обнаружены выделения Cu, соответствующие окосферическим включениям белого цвета (фаза С, рисунок 14 - е, вставка на

рис. 15-а). Структура сплавов F0 (Al-1.2 % Mg, 0.7 % Si, 1 % Cu, 1 % Fe, 1 % Ni), F2 (Al-1.2 % Mg, 0.7 % Si, 1 % Cu, 1 % Fe, 1 % Ni, 0.2 % Zr, 0.1 % Sc), F3 (Al-1.2 % Mg, 0.3 % Si, 1 % Cu, 1 % Fe, 1 % Ni, 0.2 % Zr, 0.1 % Sc) и F4 (Al-1.2 % Mg, 0.1 % Si, 1 % Cu, 1 % Fe, 1 % Ni, 0.2 % Zr, 0.1 % Sc) в литом состоянии качественно не отличалась от структуры сплава F1 (Al-1.2 % Mg, 0.7 % Si, 1 % Cu, 1 % Fe, 1 % Ni, 0.2 % Zr, 0.2 % Sc). В сплаве F, с повышенным содержанием кремния до 1%, кристаллизуется фаза богатая кремнием и скандием, предположительно  $AlSi_2Sc_2$ . В сплавах с 0.1%Sc или (0.1-0.3)%Si включений, богатых кремнием и скандием, не обнаружили.

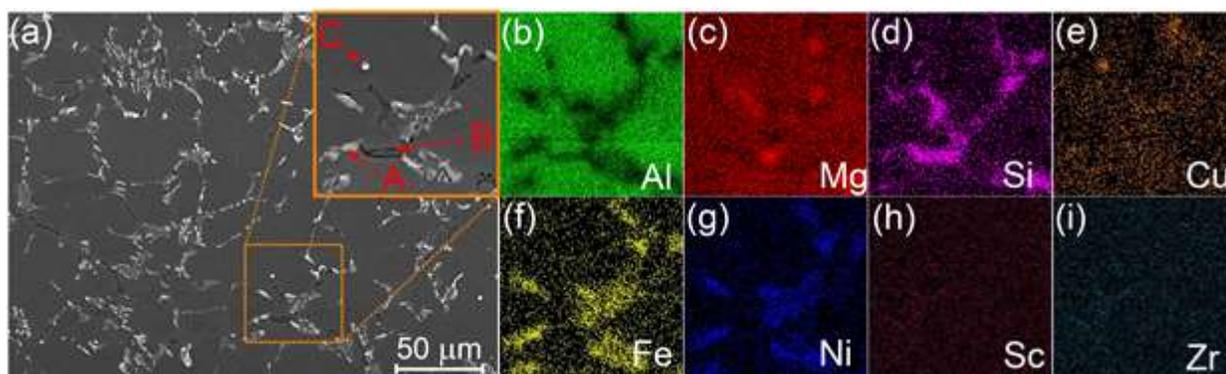


Рисунок 15 - (а) СЭМ-изображения микроструктуры и (b-i) соответствующие карты СЭМ-ЭДА для сплава F1 в литом состоянии

В сплавах с добавками Er и Ce в литом состоянии наблюдали качественно близкую микроструктуру (рисунок 16). В сплавах C1 и E2 не наблюдали богатой Zr фазы кристаллизационного происхождения. Были идентифицированы как минимум две фазы эвтектического происхождения, которые отличаются контрастом: темная фаза ( $Mg_2Si$ ) и светлые фазы, которые, согласно точечному анализу ЭДА, были обогащены Er и Ce для сплавов E2 (рисунок 16- а) и C1 (рисунок 16- с), соответственно.

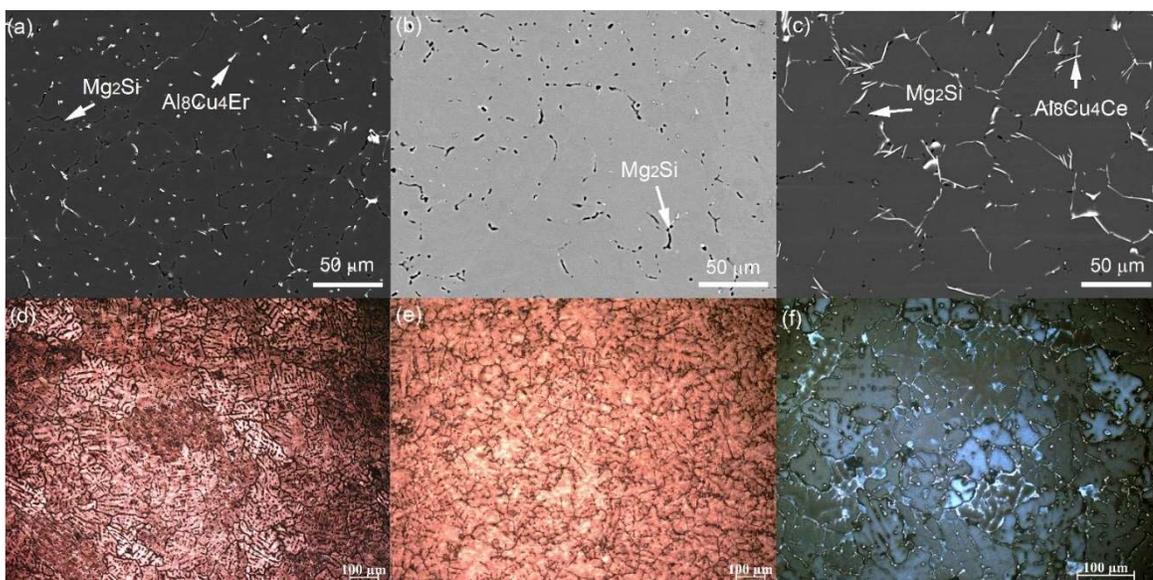


Рисунок 16 - Микроструктуры литых сплавов (a, d) E2, (b, e) S01 и (c, f) C1; (d-f) Изображения световом микроскопе (поляризованный свет)

### 3.4 Влияние легирующих элементов на размер зерна в литом состоянии

В литом состоянии наблюдали отличия в размере зерна слитка в зависимости от состава сплавов в одинаковых условиях кристаллизации (температура заливки, скорость охлаждения при литье около 15К/сек). Средний размер зерна для сплава базового состава составлял  $680 \pm 100$  мкм в литом состоянии (рисунок 13а). Сплавы экспериментальных составов демонстрировали значительное уменьшение размера зерен по сравнению с размером зерен сплава А базового состава, что связано в первую очередь с известным модифицирующим эффектом Sc и Zr. Размер зерна сплава S01 с 0.2Zr и 0.1Sc составлял  $134 \pm 14$  мкм (рисунок 16- e), что незначительно больше, чем полученные  $108 \pm 16$  мкм в сплаве S02 с 0.2Zr и 0.2Sc, вероятно, из-за меньшего содержания Sc. Размер зерна для сплава C1 с 0.2Zr и 0.2Sc близок и составлял  $129 \pm 16$  мкм (рисунок 16-f). Сравнивая сплавы S01 и E1 с одинаковым содержанием Zr и Sc, можно говорить о слабом влиянии эрбия как модификатора зерна для исследуемой группы сплавов и режимов литья, размер зерна в сплаве с эрбием несколько меньше -  $117 \pm 11$  мкм, но в пределах ошибки измерения значения близки. Близкий средний размер зерна 100-120 ( $\pm 10$ ) мкм имеют железосодержащие сплавы со скандием и цирконием (группа F).

При введении совместно добавки Sc, Zr и Y, в сплаве Y1 средний размер зерна составил  $25 \pm 2$  мкм (рис. 13-с), что значительно меньше, чем во всех прочих сплавах. При этом, в сплаве Y1 размер

зерна соизмерим с размером дендритной ячейки, т.е. иттрий весьма эффективно измельчил зеренную структуру.

Добавки легирующих элементов, таких как Zr, Sc и т.д., приводят к образованию интерметаллидных соединений, которые способны модифицировать зеренную структуру, поскольку такие интерметаллические соединения действуют как центры зарождения во время затвердевания и обеспечивают гетерогенное зарождение [173,174]. Отметим, что первичные кристаллы фаз, содержащих Sc и Zr, в основных исследованных сплавах не были обнаружены. Согласно правилу Юма-Розери, Y, Er, Zr, Ce неблагоприятны для образования твердого раствора в алюминии (поскольку размер их атомов отличается более чем на 15% от размера атома алюминия). В результате эти атомы, скорее всего, концентрируются на фронте затвердевания, вызывая сильное “структурное переохлаждение”, которое облегчает образование зародышей и ограничивает рост зерна.

Легирование Y значительно улучшило модифицирующий зерно эффект (уменьшение размера зерна более чем в четыре раза за счет добавления иттрия), что согласуется данными для сплавов Al-Cu [153,175] и не согласуется с данными, полученными для сплавов Al-Mg-Si [174], вероятно из-за различий в составе сплавов и условиях кристаллизации. В любом случае, мы не нашли данных о столь эффективном влиянии иттрия на размер зерна алюминиевых сплавов в литом состоянии, как это было показано в данной работе.

Объяснить влияние иттрия можно следующим. Исходя из атомного радиуса элементов, приблизительная разница между атомными размерами Al и Y составляет около 26%, в то время как для Sc и Zr эта разница составляет 13% и 11% соответственно. Атомы иттрия, скорее всего, концентрируются на фронте затвердевания, вызывая сильное структурное переохлаждение, что облегчает образование зародышей и ограничивает рост зерен. Можно сделать вывод, что вышеуказанные факторы являются основными причинами такого резкого уменьшения размера зерен в сплавах по сравнению с базовым сплавом сравнения. Такое наблюдение согласуется с ранее опубликованным эффектом добавления циркония и редкоземельных металлов в некоторые другие серии алюминиевых сплавов [24,27,176–179]. Если эффективный модифицирующий эффект для скандия, циркония и эрбия широко обсуждается в литературе, то данные о столь эффективном влиянии иттрия для модифицирования сплавов данной группы нами не были найдены.

### 3.5 Оптимизация режимов отжига литых образцов

#### 3.5.1 Анализ кинетических зависимостей твердости

По данным литературы, отжиг слитка сплавов с цирконием в две ступени обеспечивает более эффективное выделение дисперсоидов, кроме того, высокотемпературная ступень необходима для фрагментации и сфероидизации частиц кристаллизационного происхождения. Оптимизация первой низкотемпературной стадии отжига слитка была проведена путем анализа изменения твердости. Для отжига в качестве наиболее эффективной температуры была выбрана температура 350°C, основанная на литературных данных. Полученные кривые показаны на рис. 17- а. При отжиге сплавов А типа 6013 и F0 (без Sc и Zr) твердость постепенно снижается, достигая минимума при времени выдержки более 8 часов. Последующее продолжение процесса отжига при этой температуре не приводит к изменению значения твердости в обоих сплавах. Снижение твердости связано с растворением неравновесных фаз кристаллизационного происхождения, предположительно фазы  $Mg_2Si$  и  $Al_2Cu$  и вторичных выделений данных фаз. Значение твердости сплава базового состава после отжига несколько ниже, чем у сплава F0, что связано с наличием избыточных нерастворимых фаз, богатых Fe и Ni. При отжиге сплава F1, содержащего Sc и Zr, твердость увеличивается, достигая максимума через 8 ч. Этот рост связан с распадом пересыщенного твердого раствора и выделением Sc - и Zr-содержащих дисперсоидов фазы  $Al_3(Sc,Zr)$ . Очевидно. Что в сплаве с Sc - и Zr разупрочнение связанное с растворением фаз  $Mg_2Si$  и  $Al_2Cu$  также должно наблюдаться, но упрочнение от выделения дисперсоидов его перекрывает, и мы видим рост значений твердости.

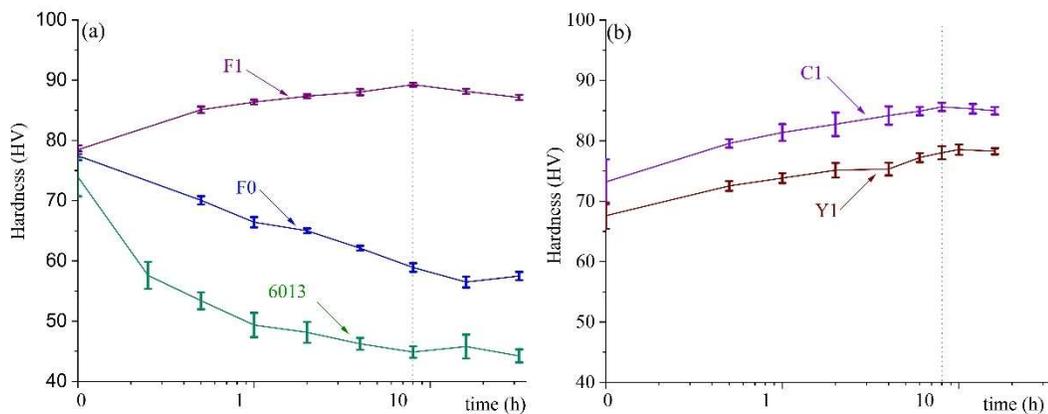


Рисунок 17 - Кинетические кривые твердости при 350°C для сплавов (a) F0, F1, А и (b) C1 и

Y1

Кривые твердости для сплавов С1 и Y1 с добавками церия и иттрия соответственно показаны на рис. 17b. Кривые демонстрируют упрочнение и качественно не отличаются от кривой, полученной для сплава F1. Основное различие заключается в уровне значений твердости, что может быть обусловлено различным соотношением фаз эвтектического происхождения в упомянутых сплавах. По всей видимости, эвтектообразующие элементы (Y, Ce, Ni), в не зависимости от того имеют они растворимость в алюминии (Y) или практически не образуют пересыщенных твердых растворов (Ce, Ni), не оказывают существенного влияния на кинетику распада твердого раствора. Как и в сплаве F1, максимальная твердость в сплавах Y1 и C1 была достигнута через 8 ч отжига при 350 °С, что близко к данным литературы по сплавам со Sc и Zr. Таким образом, для первой стадии гомогенизационного отжига слитков была выбрана температура 350°С и время выдержки 8 часов. Промышленная технология производства сплавов Al-Mg-Si-(Cu) включает гомогенизацию слитков при температурах выше 500°С для фрагментации частиц фаз кристаллизационного происхождения с Fe и Si и растворения неравновесного избытка фаз. Добавление скандия и циркония требует более низких температур отжига, чтобы избежать роста размера дисперсоидов, что значительно снижает эффект дисперсоидообразующих элементов. В виду чего, вторую стадию отжига проводили при температуре 480°С в течение 3 часов, после чего микроструктуру анализировали с помощью рентгенофазового анализа, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии.

### **3.6 Анализ микроструктуры сплавов в гомогенизированном состоянии**

Фазовый состав сплавов анализировали в гомогенизированном состоянии методом рентгенофазового анализа (РФА). Полученные дифракционные спектры после второй ступени отжига показаны на рис. 18. Во всех сплавах были обнаружены дифракционные пики, соответствующие твердому раствору алюминия (Al) и фазе Mg<sub>2</sub>Si. Фаза Al<sub>3</sub>Ni также была обнаружена в сплавах с никелем (N1-N3). Присутствие фазы Al<sub>9</sub>FeNi было подтверждено в сплавах с добавками Fe и Ni. В сплаве C1 с добавлением Ce предположительно образуется фаза Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Ce, что не согласуется с результатами теоретических термодинамических расчетов в ThermoCalc, очевидно, данные по многокомпонентным сплавам с церием требуют уточнения. В сплаве с добавлением Y, помимо дифракционных пиков, соответствующих фазам твердого раствора алюминия (Al) и Mg<sub>2</sub>Si, можно предположить образование фаз (Al,Cu)<sub>11</sub>Y<sub>3</sub>, Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y, однако, из-за наложения дифракционных линий точная идентификация возможных фаз затруднена [180]. Присутствие фаз (Al,Cu)<sub>11</sub>Y<sub>3</sub> и Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y вероятно, так как было экспериментально подтверждено для сплава Al-4,5 мас.%Cu-1.6

мас.%Y в работе [58]. В сплаве E2 с добавлением Er по данным РФА образуется тройная фаза  $Al_8Cu_4Er$ , что также согласуется с литературными данными [181–183].

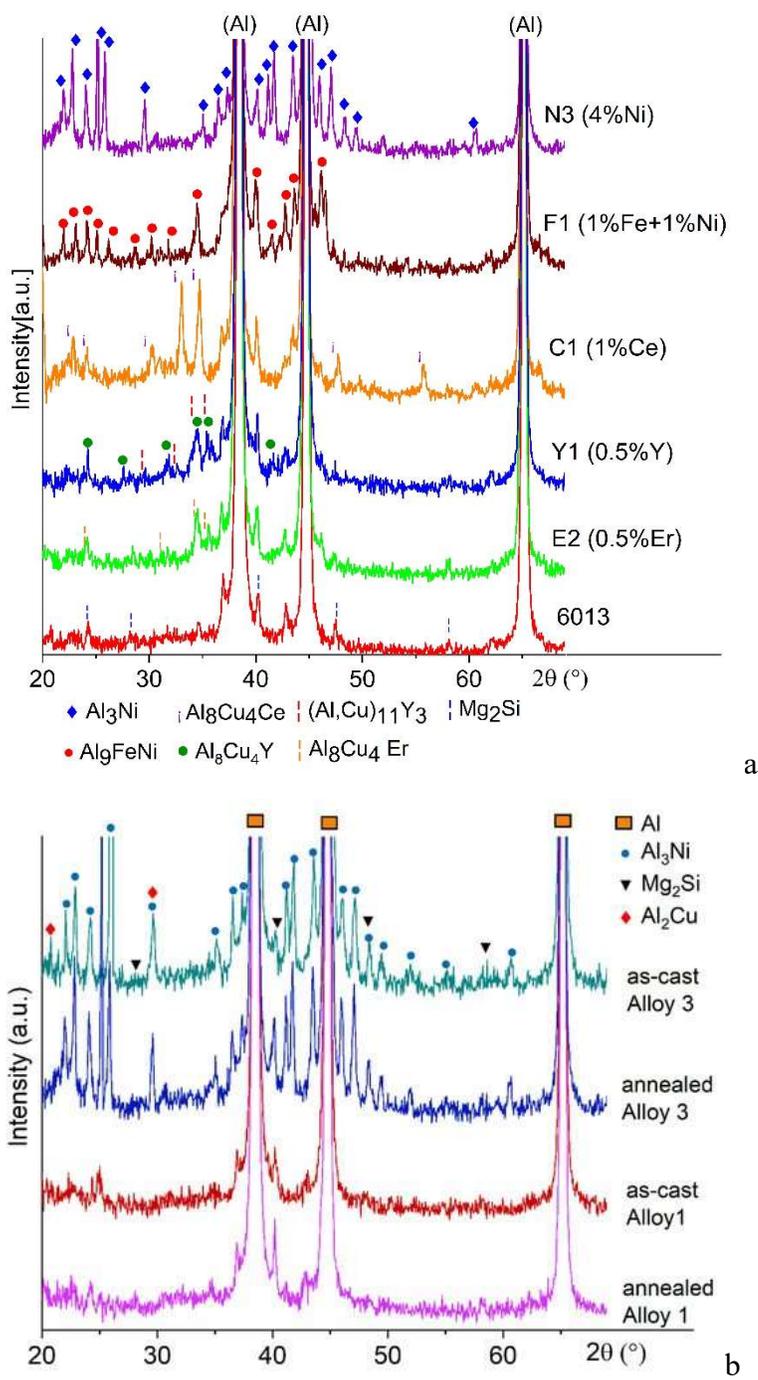


Рис. 18-Дифрактограммы для сплавов (а) N3, F1, C1, Y1, E2 и сплава А типа 6013 в гомогенизированном состоянии ( после отжига 350 и 480° С) и (b) сплавов с разным содержанием никеля N1, N3 в литом и в гомогенизированном состоянии.

На рис. 19 показаны изображения структуры сплавов S02 и Y1 (с соответствующими картами ЭДА) и данные сканирования вдоль линии для сплава Y1 после двухступенчатого гомогенизационного отжига. Темные включения фазы, обогащенной Mg и Si,  $Mg_2Si$ , сохранились в структуре исследуемых сплавов после термической обработки; однако частицы были фрагментированы и сфероидизированы после отжига (рис. 19 - а, б), и их объемная доля уменьшилась по сравнению литым состоянием. Объемная доля  $Mg_2Si$  после гомогенизационного отжига составляла в среднем  $1.3 \pm 0.2\%$  для сплавов А, S02 и Y1.

Неравновесная фаза, богатая медью,  $CuAl_2$ , которая присутствовала в литой структуре, растворилась во время гомогенизации и не была выявлена в структуре сплавов. Частицы фазы, содержащей Sc, Si (вероятно,  $AlSi_2Sc_2$ ), после гомогенизации сохранились в структуре. Для растворения фазы, содержащей Sc, требуется более высокая температура гомогенизации согласно [172]. В сплаве Y1 объемная доля светлой фазы богатой Y мало изменилась по сравнению с литым состоянием, однако, частицы несколько фрагментировались после двухступенчатого отжига.

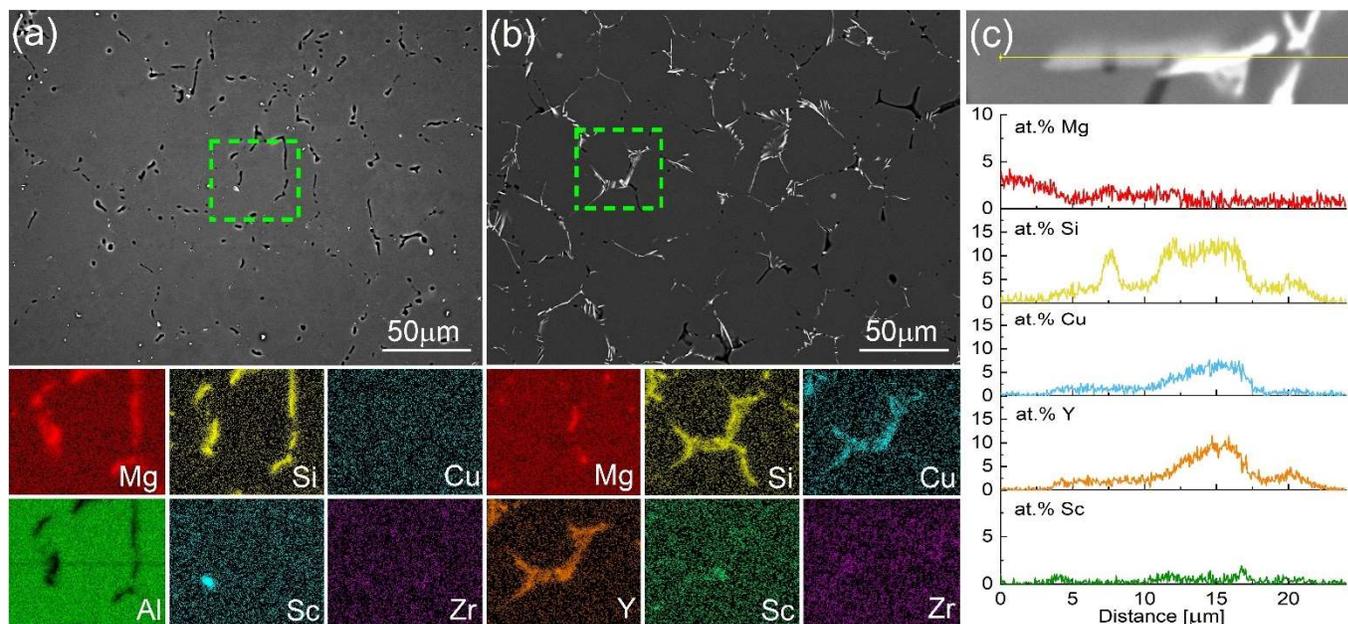


Рис.19. (а) и (б) Микрофотографии СЭМ с соответствующими картами распределения элементов отожженных сплавов S02 и Y1 соответственно. (с) Линейное сканирование распределения элементов в сплаве Y1.

Светлая фаза в сплаве Y1 была обогащена в основном Cu, Si и Y. Более тщательное изучение данных частиц показало, что они состоят из двух отдельных фаз, которые отличаются контрастом (рис. 18-б). Профиль ЭДА данных фаз (рис. 19-с) показал, что светло-серая фаза содержала приблизительно 5 ат. % Si, 3 ат. % Cu, 4 ат. % Y, тогда как частицы белого цвета содержали до 14

ат. % Si, 7,5 ат. % Cu, 11 ат. % Y. Zr не был обнаружен в частицах фаз кристаллизационного происхождения, и его распределение по анализируемой площади шлифа было однородным. Таким образом, основываясь на анализе СЭМ-ЭДА, как белая, так и светло-серая фазы содержали в основном Al, Cu, Y и Si. Некоторые частицы содержали повышенную по сравнению с фоном концентрацию Sc.

На рисунках 20 и 21 показаны СЭМ микроструктуры гомогенизированных образцов сплавов с никелем N1, N2 и N3. Первая стадия отжига при 350°C, 8 ч, не привела к значительным изменениям микроструктуры исследуемых сплавов (рис. 21-а). Фаза  $Al_3Ni$ , которая была идентифицирована рентгенографически, сохранила пластинчатую морфологию, в то время как фаза  $Mg_2Si$  была частично фрагментирована. После второй стадии гомогенизационного отжига при 480°C химический состав фаз был изучен более подробно (рисунки 20, 21-г). Согласно ЭДА фаза  $Al_3Ni$  также содержала Cu. Точечный анализ ЭДА показал, что кроме алюминия фаза содержит до ~23-24% Ni и до 2.7% Cu (рис. 24, спектр 1-4). Темная фаза содержала 21.6% Mg и 19.3 % Si (рис. 20, спектр 3), в то время как общая концентрация других элементов составляла менее 1%, находясь на уровне фона. Анализ твердого раствора Al выявил 0.7% Mg, 0.9% Si и 0.9% Cu (рис. 20, спектр 2). В сплаве N3 после высокотемпературного отжига распределение Cu было более равномерным. Однако небольшое увеличение сигнала Cu на картах ЭДА наблюдалось вблизи областей, богатых никелем. Отметим, что данные ЭДА в СЭМ не позволяют установить точную стехиометрию, из-за повышенного сигнала от алюминиевого твердого раствора.

Вторая стадия гомогенизационного отжига привела к фрагментации и сфероидизации фазы  $Mg_2Si$  (рис. 20, 21-г, 1). В сплаве N1 с 0.5% Ni после второй стадии гомогенизации преобладающая фракция фазы  $Al_3Ni$  сохранила пластинчатую структуру (рис. 20а). Частичная фрагментация Ni-содержащих частиц наблюдалась для сплава N2 с 2 мас.% Ni (рис. 20b). Фрагментация фазы  $Al_3Ni$  была выражена в сплаве N3 с 4% Ni. Можно предположить, что атомы Cu растворяются в фазе  $Al_3Ni$ , повышая ее термическую стабильность и сдерживая процесс фрагментации. Увеличение содержания Ni приводит к увеличению доли эвтектической фазы  $Al_3Ni$  и, следовательно, влияние Cu становится менее выраженным. Можно также предположить, что в сплаве с низким соотношением Ni/Cu при кристаллизации образуется обогащенная Cu фаза  $Al_7Cu_4Ni$ , фракция которой не достаточна для идентификации рентгенографическим методом [182].

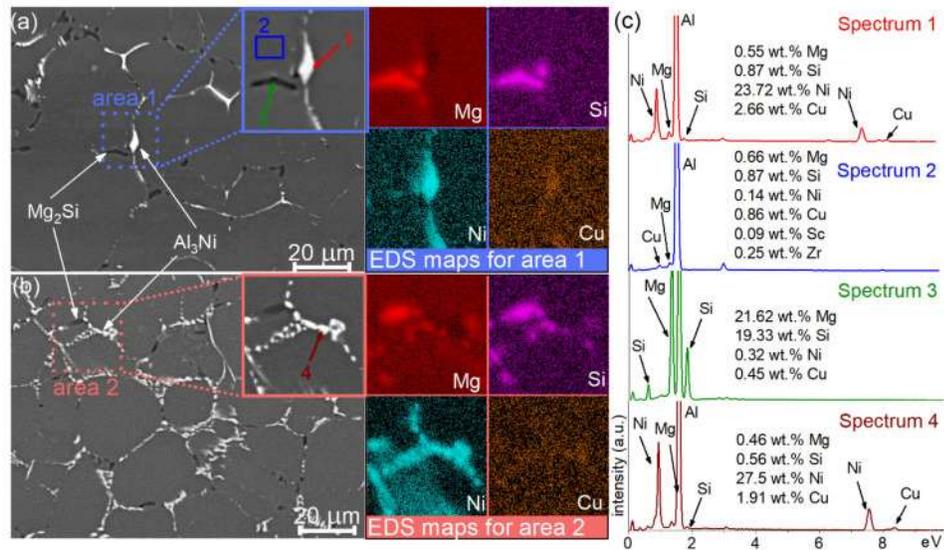


Рис. 20-Изображения СЭМ (а) сплава N1 и (б) сплава N2 после двухступенчатого отжига и соответствующие карты распределения элементов ЭДА, полученные из выделенной области 1 на изображении (а) и 2 на изображении (б); (с-ф) спектры ЭДА, соответствующие стрелкам с цифрами (а) и (б).

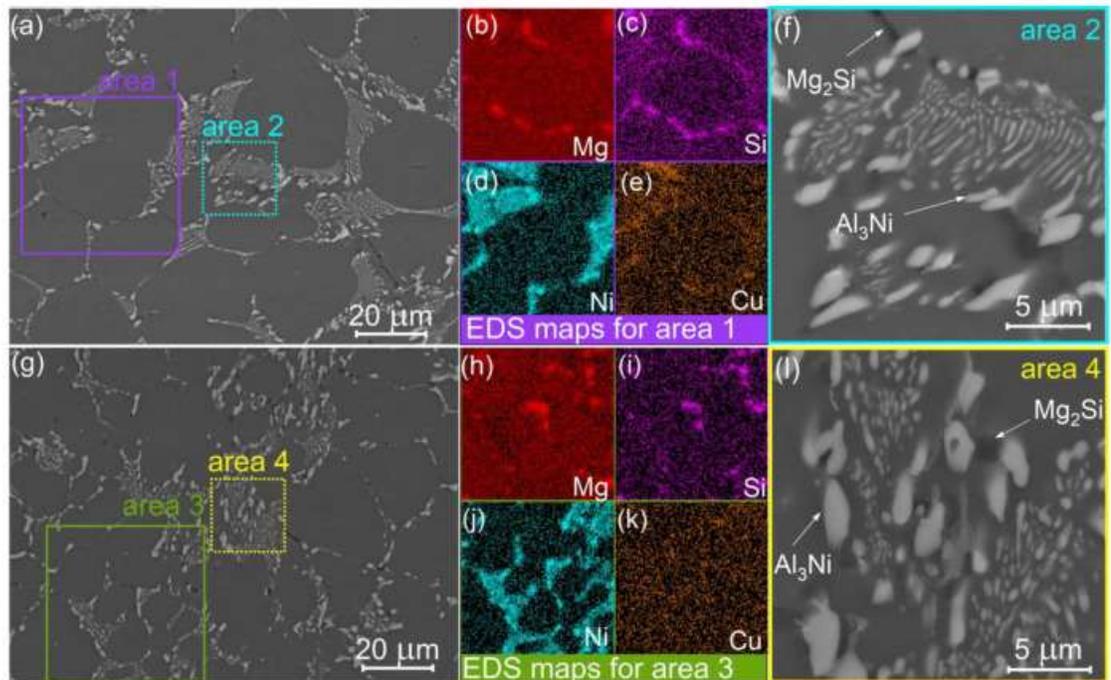


Рис. 21-СЭМ-изображения сплава N3 после (а-ф) одноступенчатого отжига при 350 °С, 8 часов и (г-л) двухступенчатого отжига с первой стадией при 350 °С, 8 часов и второй стадией при 480°С, 3 часа; (b - e) и (h - k) - карты ЭДА, полученные из областей 1 и 3 в (а) и (г) соответственно; (f) и (l) - области 2 и 4 в (а) и (г) соответственно.

В сплавах с добавками Fe и Ni, фазы эвтектического происхождения  $Al_9FeNi$  и  $Mg_2Si$  (А- и В-типы на рис. 22) фрагментировались и сфероидизировались во время гомогенизационного отжига. Области, обогащенные только Si, не были обнаружены после гомогенизации, т.е. избыточный кремний растворился (рис. 22- м).

Эволюция эвтектических колоний во время отжига по сравнению с литой структурой проанализирована на рис. 23. Концентрационный профиль ЭДА (линия 1-1' на рис. 23-с) был получен для уточнения фазового состава. Яркие области, которые отличаются контрастом от более серых частиц, обнаружены в пределах светлой фракции, были обогащены Cu и, скорее всего, соответствовали фазе  $Al_2Cu$  (С-тип), тогда как светло-серые области были обогащены Ni и Fe и соответствовали фазе  $Al_9FeNi$  (А-тип). После отжига сегрегация меди была устранена (рис. 23 j, n), и ее распределение было более равномерным (линия 2-2' на рис. 27-d). Таким образом, богатая медью фаза С-типа растворялась во время гомогенизационного отжига.

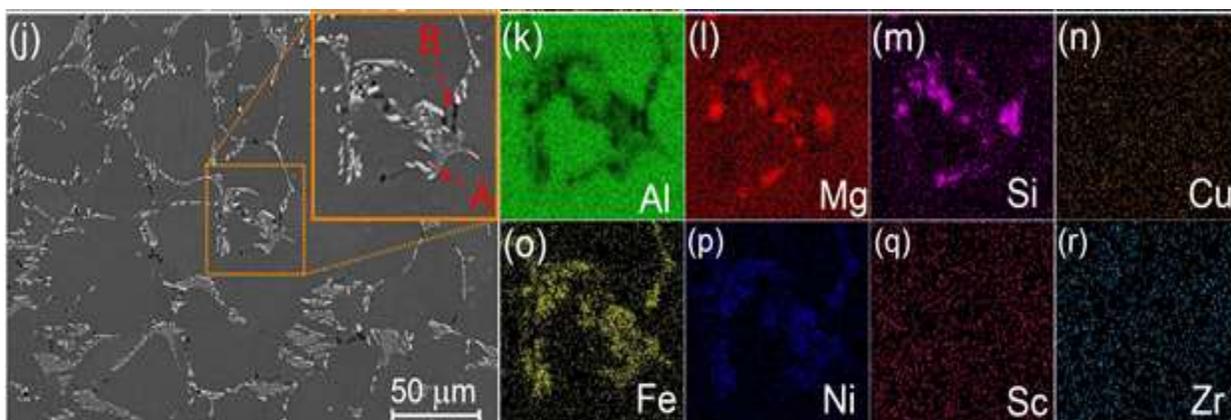


Рис. 22-(j) СЭМ-изображения структуры в гомогенизированном состоянии для сплава F1 и (k-r) карты распределения элементов для сечения на вставке (j).

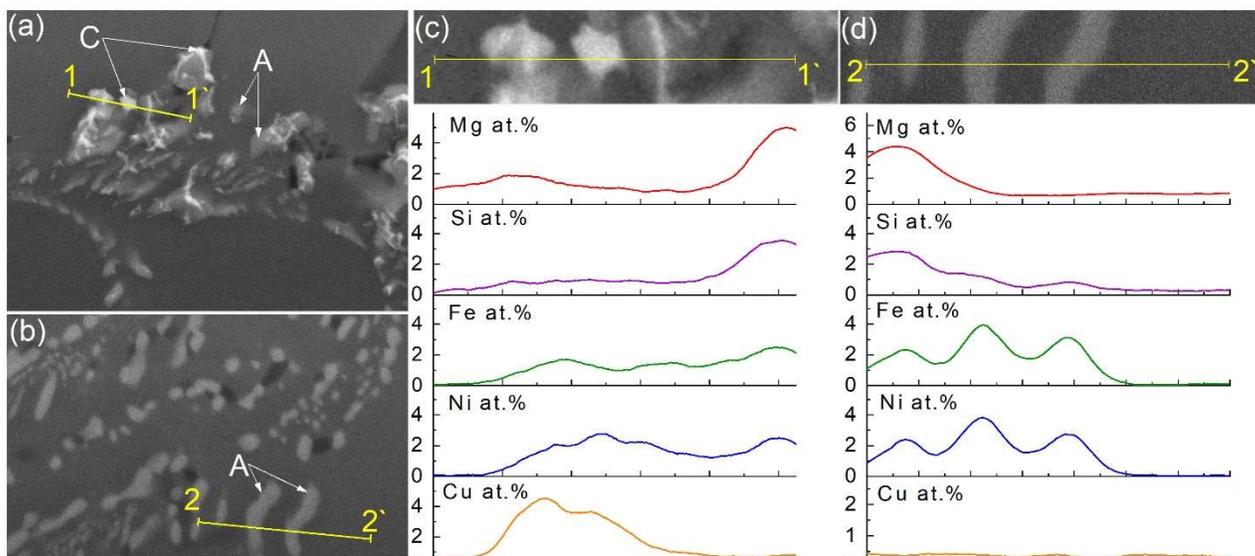


Рис. 23 – (а, б) Изображения СЭМ микроструктуры сплава F1 (а) в литом состоянии и (б) после гомогенизации и (с, d) соответствующие профили концентрации легирующих элементов для линий 1-1' на изображении (а) и 2-2' на изображении (б).

В сплаве С1 после двухступенчатого гомогенизационного отжига были обнаружены фрагментированные частицы фазы  $Mg_2Si$  (рис. 24). При этом, гомогенизационный отжиг не повлиял на морфологию светлой фазы, богатой Се. Карты ЭДА показали локализацию Cu в областях, богатых церием, которая не была устранена в процессе отжига. Это свидетельствует о существовании в сплаве тройной фазы, по данным рентгенофазового анализа,  $Al_8Cu_4Ce$ . В сплаве с Er, также наблюдали локализацию Cu в фазе, богатой Er, что вместе с данными рентгенофазового анализа указывает на присутствие фазы  $Al_8ErCu_4$ .

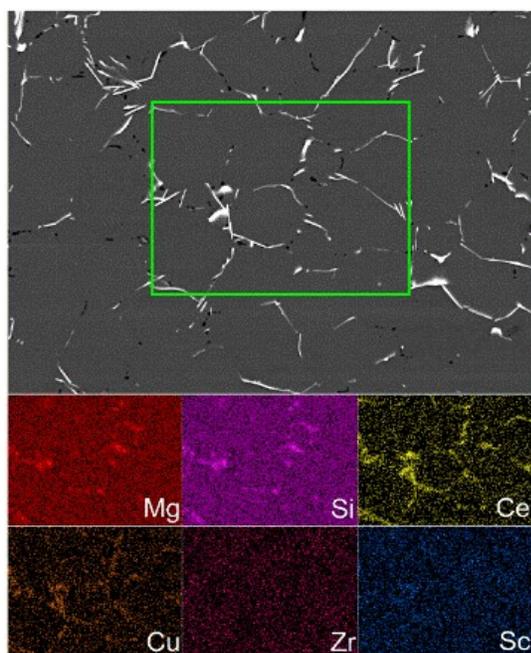


Рис. 24-СЭМ-изображения микроstructures и соответствующие карты ЭДА распределения элементов в сплаве С1 после двухступенчатого гомогенизационного отжига

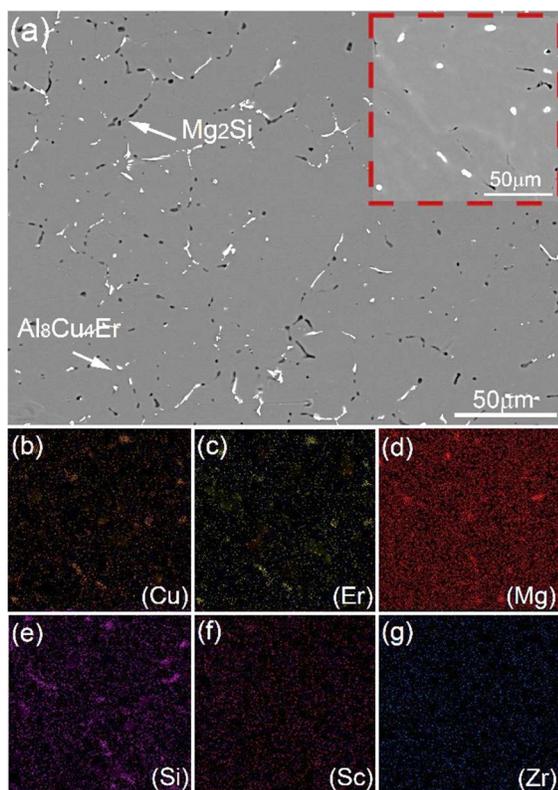


Рис. 25-СЭМ-изображения микроstructures сплава E2 после двухступенчатого гомогенизационного отжига

### 3.7 Исследование микроструктуры в гомогенизированном состоянии методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)

ПЭМ-анализ был проведен для отожженных образцов сплавов Y1 и F1 для выявления фаз эвтектического происхождения, а также для оценки параметров дисперсоидов и их эволюции при переходе от одноступенчатого к двухступенчатому отжигу. Крупные частицы фаз эвтектического происхождения были исследованы методом ПЭМ после второй стадии отжига для сплава Y1 (рис. 26), так как по данным ЭДА был обнаружен кремний в частицах, а рентгенографически фаз с кремнием не выявили.

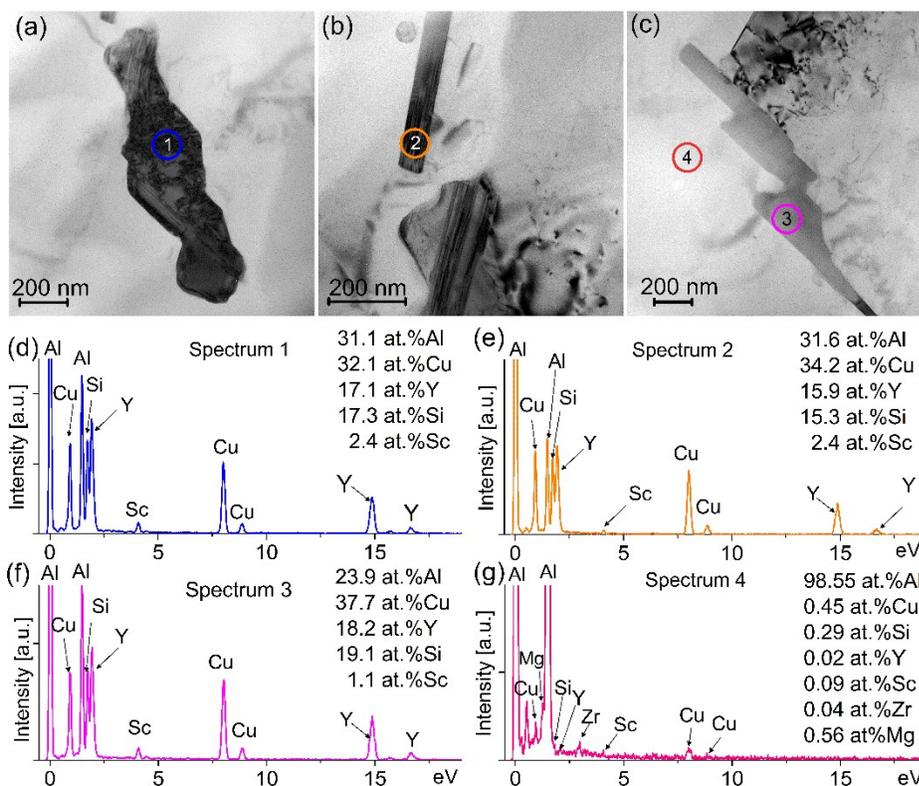


Рисунок 26-Изображения ПЭМ крупных частиц фаз эвтектического происхождения после второй стадии отжига для сплава Y1; (a, b, c) изображения в световом поле; спектры ПЭМ-EDX для областей 1, 2, 3, 4 на изображениях d-g

В теле пластинчатых частиц были обнаружены двойники. Согласно анализу ПЭМ-ЭДА (рис. 31 d-g), частицы содержали 23.9-31.6 ат. % Al, 32.1-37.7 ат.%Cu, 15.9-18.2 ат.%Y, 15.3-19.1 ат.%Si и 1.1-2.4 ат.% Sc, тогда как 99.5 ат.%Al и 0.5 ат.%Cu были обнаружены методом ПЭМ в твердом растворе. Атомное соотношение Al:Si:Y:Si в частицах приблизительно соответствовало (2-1):(2-1):1:1. Атомное соотношение Al:Cu:Y:Si составляло приблизительно 29:1:1.3:1.7 и 9:1:1.5:2 для

частиц двух типов. Следует отметить, что для всех изученных спектров соотношение Y:Si было близко к 1:1, что характерно для фазы  $\text{Al}_2\text{YSi}$  [184]. Атомы Cu могут заменять Al в фазе  $\text{Al}_2\text{YSi}$ , обеспечивая указанное атомное соотношение. Фазы  $(\text{Al,Cu})_{11}\text{Y}_3$  и  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Y}$  предположены в соответствии с расчетами в CALFAD проведенными в работе [185], данные фазы были предположены по данным рентгенофазового анализа исследуемых сплавов. Медь и кремний могут замещать атомы алюминия и иттрия элементов, однако вероятно, образовывать более сложную четверную фазу  $(\text{Al,Cu,Y,Si})$ . Однозначная интерпретация фаз в сплаве с иттрием требует дополнительных кристаллографических исследований.

На рис. 27 показан пример микроструктуры, полученной в ПЭМ после первой стадии отжига при  $350^\circ\text{C}$  в течение 8 часов для сплава Y1 с добавлением иттрия. В структуре сплава наблюдали наноразмерные дисперсоиды со средним размером  $6\pm 1$  нм, образованные по механизму непрерывного распада (рис. 27 a, b). Электронограмма от группы дисперсоидов имеет запрещенные рефлексы, что типично для упорядоченной фазы  $\text{L}_{12}$  (рис. 27-с). Та же картина наблюдалась на карте Фурье преобразования изображений высокого разрешения (рис. 27-г). Оси зон  $[011]$  и  $[1\bar{1}2]$  фазы  $\text{L}_{12}$  были параллельны соответствующим осям матрицы Al (рис. 27-с, г). Вблизи межфазных границ был обнаружен контраст напряжений Эшби-Брауна (рис. 27-д). Изображения ПЭМ с высоким разрешением подтвердили когерентность границ дисперсоидов и Al-матрицы.

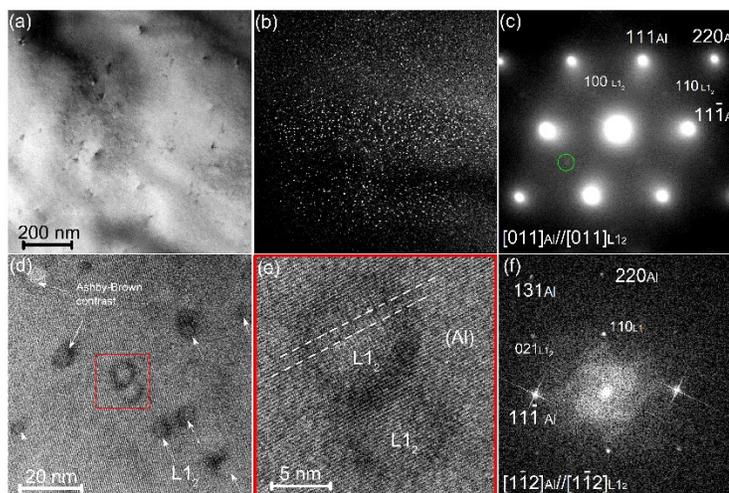


Рис. 27-ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Y1 после одностадийного отжига при  $350^\circ\text{C}$  в течение 8 часов; (a, d) изображения в световом поле; (b) изображение в темном поле, соответствующее области (a); (c) дифракция электронов в выбранной области (SAED) шаблон, соответствующий области (b); (e) изображение, полученное при съемке в высоком разрешении; (f) БПФ для области (e)

Рисунок 28 иллюстрирует результаты исследований ПЭМ для сплава Y1 после двухэтапного процесса отжига (первая стадия при 350 °С в течение 8 ч и вторая стадия при 480 °С в течение 3 ч) и показывает наличие двух типов выделений. Высокая плотность наноразмерных дисперсоеидов L1<sub>2</sub> типа со средним размером (10-13) ±1 нм однородно распределенных в Al матрице (рис. 28-а, б) наблюдалась в теле зерен. Вблизи высокоугловых границ зерен обнаружили незначительное количество веерообразных выделений, образованных по прерывистому механизму распада (рис. 28-а, б). Маловероятно, что данные выделения в виду их малого количества могут оказать влияние на свойства сплава. Несмотря на сравнительно высокотемпературный отжиг на второй стадии, дисперсоеиды сохраняли контраст Эшби-Брауна (рис. 28-д) и когерентность с Al-матрицей (рис. 28-е).

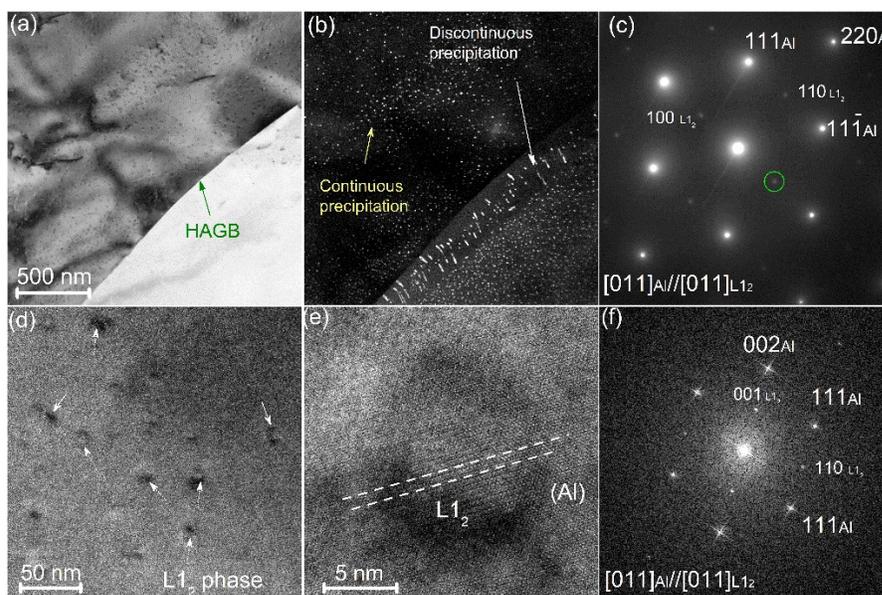


Рисунок 28-ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Y1 после двухступенчатого отжига с первой стадией при 350 °С в течение 8 часов и последующей второй стадией при 480 °С в течение 3 часов; (а, d) изображения в светлом поле; (b) изображение в темном поле, соответствующее области (а); (с) дифрактограмма (SAED), соответствующая области (b); (е) изображение, полученное при съемке в высоком разрешении; (f) Фурье преобразование области (е).

Так же, как и в Y1, в сплавах с Fe и Ni, F1 и F3 после двухступенчатого отжига была обнаружена высокая плотность дисперсоеидов со средним размером 10±1 нм (рис. 29-а, б). Электронограмма (вставка на рис. 29- б) и преобразование Фурье (рис. 29- е) показали дифракционную картину, типичную для фазы L1<sub>2</sub>. Оси зон [011] и [112] алюминия были

параллельны осям зон  $[011]$  и  $[112]$  фазы  $L1_2$  соответственно. Вокруг дисперсоидов наблюдали контраст Эшби-Брауна, характерный для когерентных межфазных границ (рис. 29- а, d). Анализ дисперсоидов в высоком разрешении (рис. 29- d) также подтвердил когерентность решетки дисперсоидов и матрицы. Твердый раствор в F1 содержал 0.2 ат.% Mg, 0.2 ат.% Si и 0.5 ат.% Cu (спектр 1 на рис. 29-с, f).

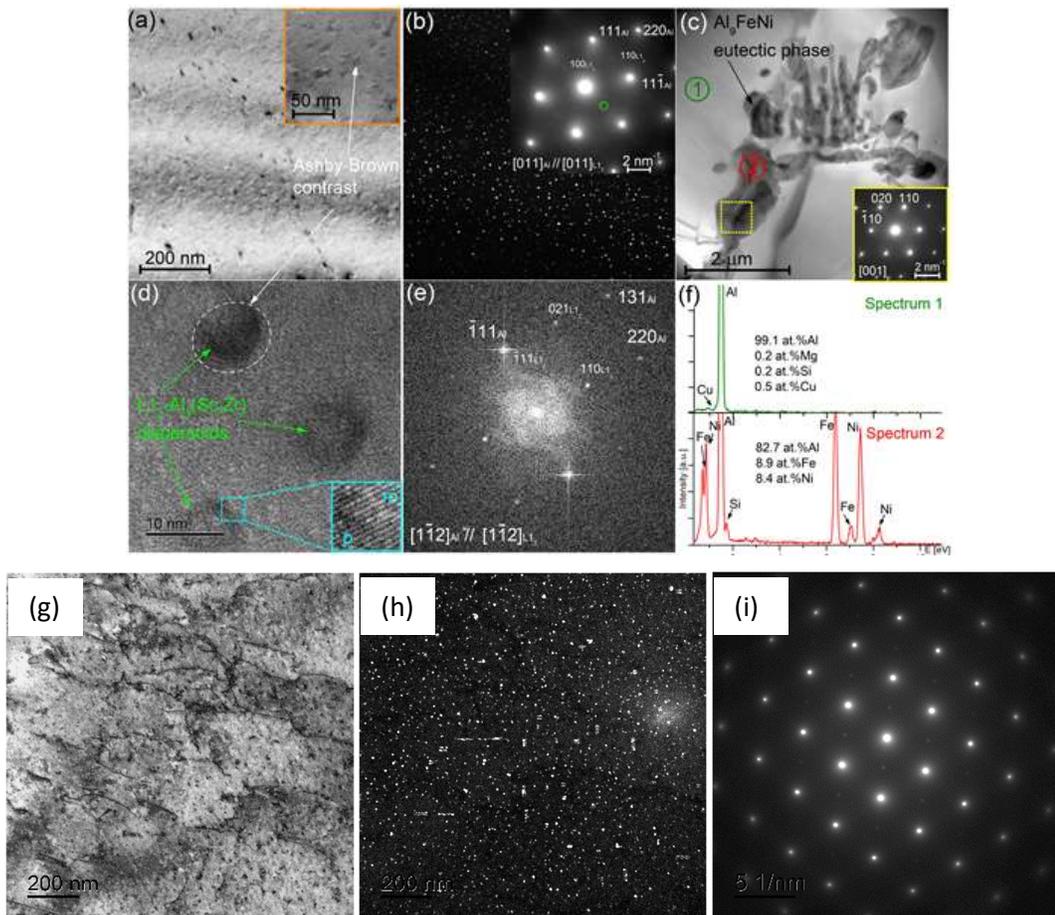


Рисунок 29 - ПЭМ-изображения микроструктуры (а-ф) сплава F1 (g-i) – сплава F3 после двухступенчатого отжига с первой стадией при  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 8 часов и последующей второй стадией при  $480\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 3 часов; (а, g) изображение в светлом поле (b, h) изображение в темном поле с соответствующей микроэлектронграммой во вставке в b; (c) светлое поле для эвтектических частиц с соответствующей микроэлектронграммой во вставке; (d) изображение, полученное при съемке в высоком разрешении (e), его Фурье преобразование (d); (f) спектры ТЭМ-ЭДС 1 и 2, полученные из соответствующих регионов, отмеченных на (c); вставка в (а) показывает контраст с Эшби-Брауна (i) электронограмма для области показанной в (h)

сплаве F3 с меньшим кремнием 0,3%, плотность распределения и размер частиц  $12\pm 1$  нм совпадали со сплавом F1 в пределах доверительного интервала. Анализ ЭДА выявил эвтектические частицы на периферии дендритных ячеек (рис. 29- f) обогащенные Fe и Ni (спектр 2 на рис. 29 с, f). Концентрации Al, Fe и Ni составляли 82,7, 8,9 и 8,4 ат.% соответственно, что соответствует соотношению 9:1:1. Структура SAED (вставка на рис. 29- с, полученная из сечения частиц, выделенного желтым пунктирным квадратом) также соответствует фазе  $Al_9FeNi$ .

### **3.8 Микроструктура листовых полуфабрикатов, полученных термомеханической обработкой**

Термомеханическая обработка слитков включала последовательно горячую и холодную прокатку. На рис. 30 показаны микрофотографии СЭМ листов в прокатанном виде для сплава А, сплавов S02 и Y1. Можно сделать вывод, что применение термомеханической обработки привело к разрушению эвтектических колоний и почти однородному распределению частиц кристаллизационного происхождения в матрице на основе алюминия. Гистограммы распределения частиц фазы  $MgSi_2$  по размерам показали тип распределения с положительным смещением (positive-skew distribution) для обоих сплавов А и S02, в то время как для сплава Y1 распределение было почти одномодальным (unimodal distribution) (рис. 30-d, e, f соответственно). Распределение светлых частиц по размерам, в сплаве Y1 имело тип распределения с положительным смещением. Частицы  $Mg_2Si$  имели средний размер  $0.5 \pm 0.1$  мкм,  $0.6 \pm 0.1$  мкм и  $0.7 \pm 0.1$  мкм для сплавов А, S02 и Y1 соответственно. Объемная доля темной фазы в сплавах не претерпела существенных изменений по сравнению с отожженным состоянием. Светлые частицы, наблюдаемые в сплаве Y1 со средним размером  $0.5\pm 0.1$  мкм, имели объемную долю  $1.2\pm 0.1\%$  после прокатки, что близко к гомогенизированной структуре.

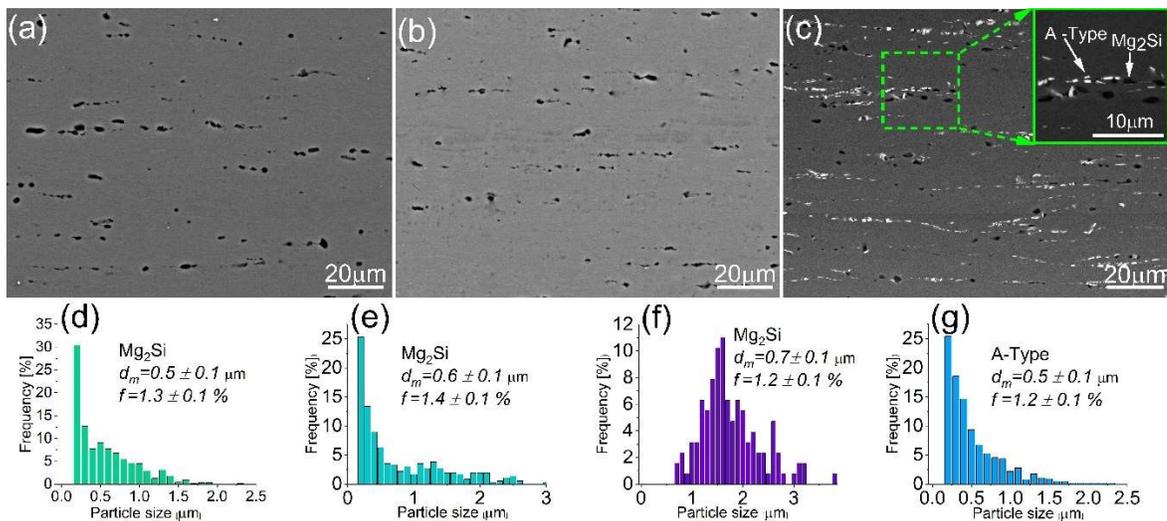


Рис. 30. СЭМ-изображение холоднокатаного листа из сплава А (а), сплава S02 (б) и сплава Y1 (с) вместе с соответствующими гистограммами распределения частиц по размерам (d (сплав А , е (сплав S02), f и g (сплав Y1))

После термомеханической обработки в сплавах N1, N2, N3 наблюдали практически равномерное распределение частиц фаз Al<sub>3</sub>Ni и Mg<sub>2</sub>Si (рис. 31).

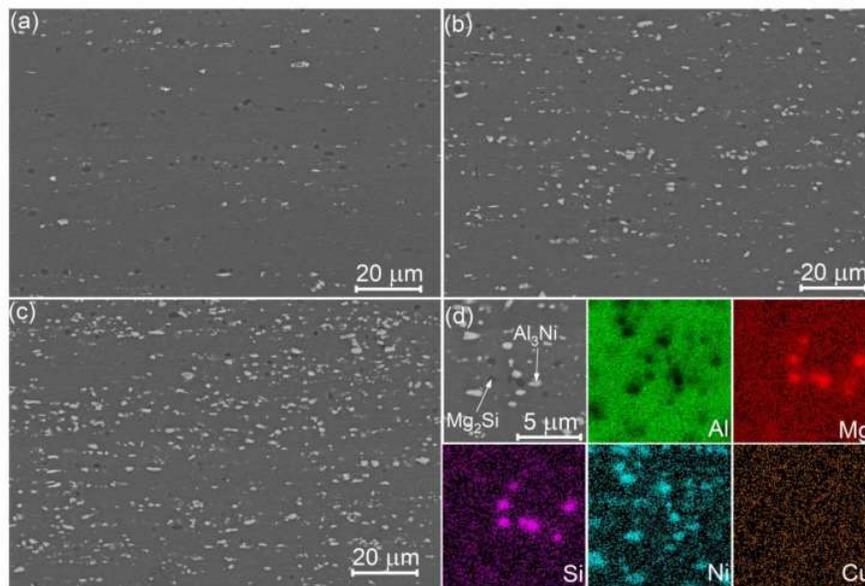


Рис. 31-СЭМ-изображения микроструктуры холоднокатаных листов для (а) сплавов N1, (б) N2 и (с, d) N3 с соответствующими картами ЭДА

Гистограммы распределения частиц по размерам имели близкое к нормальному распределение для обоих типов частиц (рис. 32). Средний размер частиц, содержащих Ni, составлял

1.7 ± 0.1 мкм, 1.6 ± 0.1 мкм и 1.4 ± 0.2 мкм, а средний размер частиц Mg<sub>2</sub>Si составлял 1.4±0.1 мкм, 1.4±0.1 мкм и 1.6±0.1 мкм для сплавов N1, N2 и N3 соответственно.

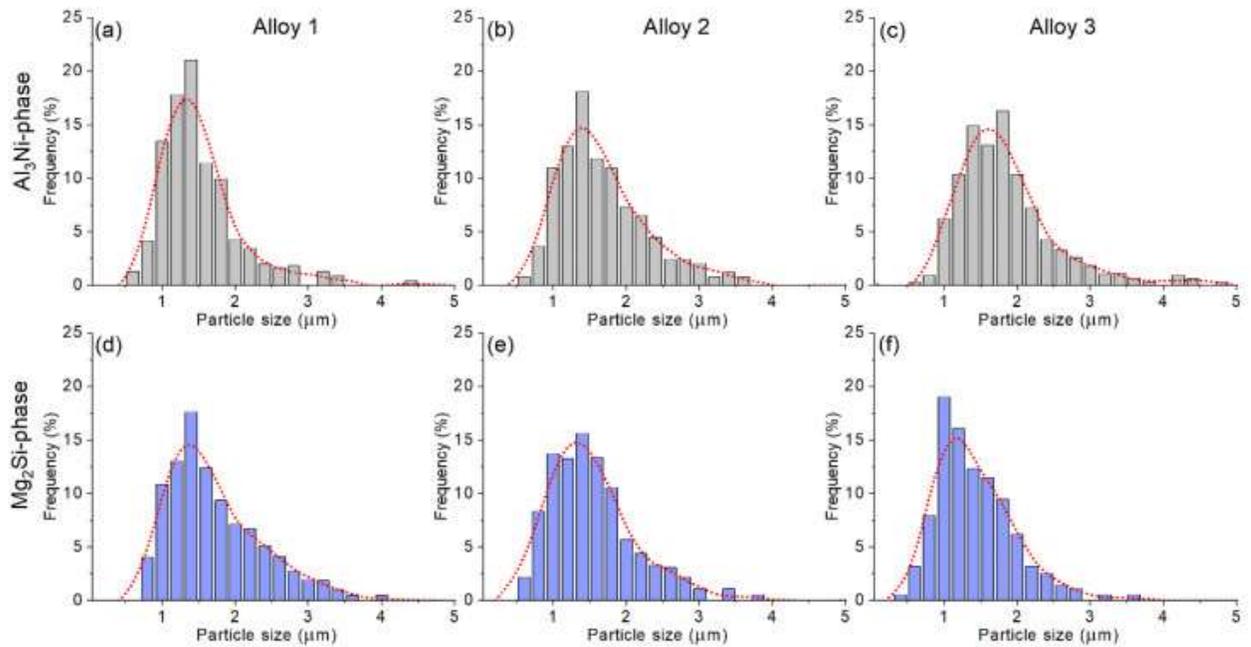


Рис. 32-Гистограммы распределения частиц по размерам фаз Al<sub>3</sub>Ni (a-c) и Mg<sub>2</sub>Si (d-f) в листах (a, d) сплава N1, (b, e) сплава N2 и (c, f) сплава N3 после термомеханической обработки

Однородное распределение частиц в алюминиевой матрице наблюдали после холодной прокатки сплава F1 (рис. 33). Светло-серые частицы Al<sub>9</sub>FeNi (А-типа) компактной формы имели средний размер  $2.2 \pm 0.2$  мкм и объемную долю  $4.4 \pm 0.4\%$ . Темные частицы Mg<sub>2</sub>Si (В-типа) имели средний размер  $1.5 \pm 0.1$  мкм и объемную долю  $1.8 \pm 0.2\%$ . Для обеих фаз размеры частиц варьировались в диапазоне 0.5-5.0 мкм. Гистограммы распределения частиц по размерам показаны на рис. 33-f, g. Гистограммы как для частиц типа А, так и для частиц типа В показывают распределение, близкое к нормальному.

В сплаве С1 объемная доля фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Се и Mg<sub>2</sub>Si составляла  $4.2 \pm 0.2\%$  и  $1.3 \pm 0.2\%$ , а размер частиц составлял  $1.6 \pm 0.1$  мкм для обеих фаз (рис. 34). В сплаве E2 объемная доля фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er и Mg<sub>2</sub>Si составила  $1.3 \pm 0.1\%$  и  $1.2 \pm 0.2\%$ , а размер частиц  $0.7 \pm 0.2$  мкм и  $1.1 \pm 0.2$  мкм, соответственно.

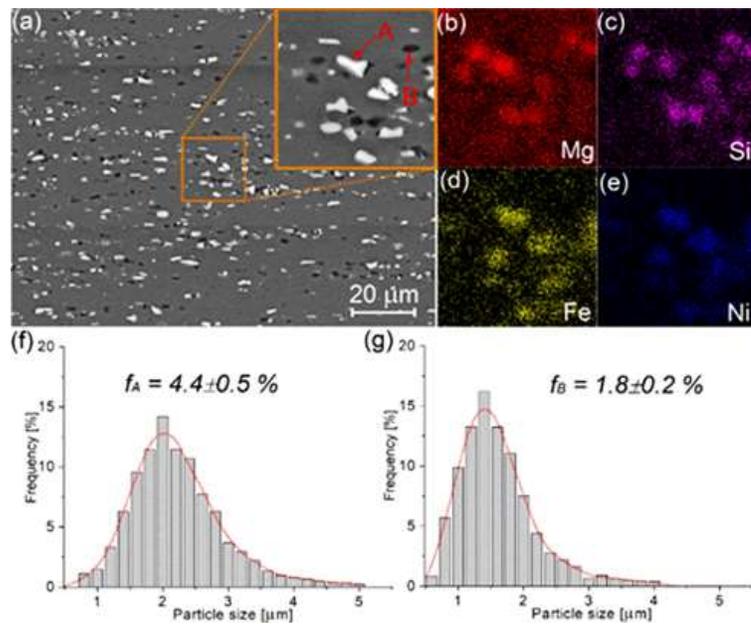


Рис. 33 - Изображения СЭМ (а) микроструктуры сплава F1 после холодной прокатки и карты распределения элементов (b) Mg, (c) Si, (d) Fe, (e) Ni, полученные из области, отмеченной оранжевым квадратом (а); (f) и (g) гистограммы распределения частиц по размерам фаз типа А и типа В, соответственно

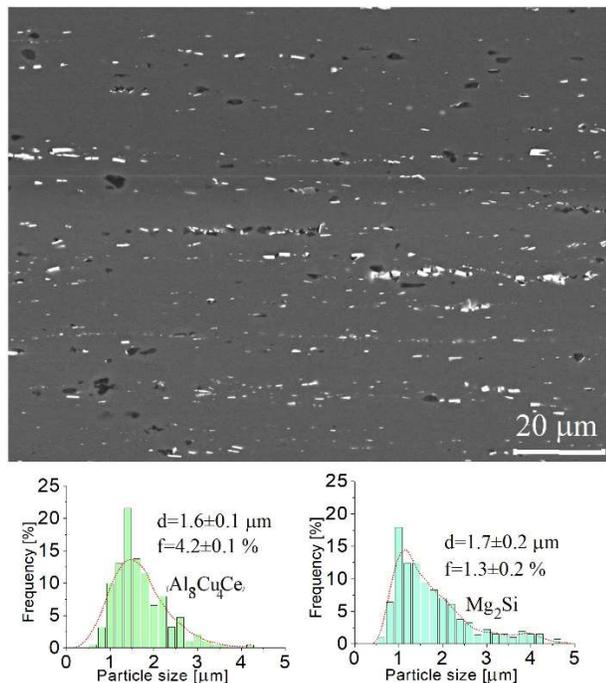


Рисунок 34-СЭМ-изображение микроструктуры холоднокатаного листа из сплава C1 и гистограммы распределения частиц по размерам фаз (Al,Cu,Ce) и Mg<sub>2</sub>Si (с).

Данные по доле частиц вторых фаз кристаллизационного происхождения приведены в таблице 3, для сплавов состав которых позволяет рассчитывать фазовый состав в базах данных ThermoCalc для сравнения приведены данные расчета при 450°C. Учитывая размер и объемную долю Mg<sub>2</sub>Si данные частицы, как и фазы содержащие переходные металлы (типа А), должны стимулировать зарождение новых зерен при рекристаллизации (PSN-эффект), обеспечивая измельчение зерна [186].

Таблица 3. Экспериментальная и расчетная объемная доля (*f*, об.%) и размер частиц (мкм) фаз эвтектического происхождения.

Сплав	Экспериментальные данные						Данные ThermoCalc		
	Гомогенизированное состояние		ТМО				Суммарная доля крупных частиц в сплавах <i>f</i> об.,%	Расчетная объемная доля Mg <sub>2</sub> Si	Расчетная объемная доля фаз с ПМ
			<i>f</i> Mg <sub>2</sub> Si	Размер частиц	<i>f</i> фазы с ПМ	Размер частиц			
	<i>f</i> Mg <sub>2</sub> Si	<i>f</i> фаз с ПМ							
A	1.3±0.1	-	1.2±0.2	0.5±0.1	-	-	~1	1.8	-
S02	1.5±0.1	-	1.6±0.2	0.7±0.1	-	-	~1.5	1.8	-
S01	1.4±0.1	-	1.5±0.2	0.6±0.2	-	-	~1.5	1.8	-
Y1	1.0±0.1	1.2±0.2	1.2±0.1	1.1±0.1	1.2±0.2	0.5±0.1	~2.5	-	-
F1	1.9±0.1	4.6±0.2	1.8±0.2	1.5±0.1	4.3±0.3	2.2±0.2	~6	1.8	6.2
F3	0.8±0.2	4.3±0.1	0.7±0.1	1.3±0.2	4.3±0.2	1.8±0.1	~5	0.9	6.2
F4	0.5±0.1	4.4±0.2	0.5±0.2	1.1±0.1	4.5±0.2	1.5±0.2	~5	0.6	6.2
F2	1.8±0.1	4.3±0.2	1.8±0.1	1.6±0.2	4.3±0.2	1.8±0.2	~6	1.8	6.2
C1	1.1±0.2	3.9±0.3	1.2±0.2	1.1±0.2	4.2±0.2	1.6±0.1	~6	-	-
E2	1.0±0.2	1.0±0.3	1.2±0.1	1.1±0.2	1.3±0.1	0.7±0.2	~2.5	-	-
N1	1.1±0.2	1.0±0.2	1.0±0.1	1.4±0.1	1.1±0.3	1.7±0.1	~2	1.8	1.2
N2	0.9±0.1	4.8±0.2	0.9±0.2	1.4±0.1	4.0±0.3	1.6±0.1	~5	1.8	4.8
N3	0.7±0.2	9.4±0.2	0.7±0.1	1.6±0.1	9.1±0.2	1.4±0.1	~10	1.8	9.5

### Выводы по главе 3

1. В сплаве системы Al-Mg-Si-Cu (типа 6013/6011) после кристаллизации кроме алюминиевого твердого раствора (Al), присутствуют фазы Mg<sub>2</sub>Si, (Si), Al<sub>2</sub>Cu. Фаза Al<sub>5</sub>Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>, которая может образовываться в результате неравновесной кристаллизации согласно данным литературы и базе данных ThermoCalc, не идентифицирована. По данным рентгенофазового, микроструктурного и энерго-дисперсионного анализа, дополнительное легирование 0.5-4% Ni приводит к образованию кроме вышеуказанных фаз равновесной фазы Al<sub>3</sub>Ni, введение Fe и Ni – фазы Al<sub>9</sub>FeNi, Ce – фазы Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Ce, Er -фазы Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er. В сплаве с добавкой Y предположительно кристаллизуются фазы

$(Al,Cu)_{11}Y_3$ ,  $Al_8Cu_4Y$ , идентифицированные рентгенографически, возможна кристаллизация четверной фазы  $(Al,Cu,Si,Y)$ , при этом, атомы также могут взаимно замещать друг друга в тройной фазе. Введение скандия (0,1-0,2%) и циркония (0,2%) приводит к образованию пересыщенного данными элементами твердого раствора на основе алюминия и, при 0,2%Sc, образованию единичных включений фазы, обогащенной Sc и Si, предположительно фазы  $AlSc_2Si_2$ .

2. По данным энергодисперсионного и рентгенофазового анализа установлено, что в фазе  $Al_3Ni$  происходит растворение меди, при этом, в сплаве с 0,9% Cu и 0,5% Ni по периферии дендритных ячеек образуются частицы  $Al_3Ni$  фазы вытянутой околочастичатой морфологии, в то время как при увеличении содержания Ni до 2-4%, т.е. увеличения соотношения Ni/Cu, формируются эвтектические колонии с более равноосными включениями фазы  $Al_3Ni$ .
3. Легирование 0,2%Zr и 0,1-0,2%Sc обеспечивает уменьшение размера зерна с  $680\pm 100$  мкм до 100-130 мкм в исследуемых сплавах. Легирование совместно Zr, Sc и Y уменьшает средний размер зерна до  $25\pm 2$  мкм, что в 27 раз меньше, чем у сплава состава близкого к промышленному сплаву AA6013/6011 и в 4 раза меньше, чем в сплавах без добавки иттрия. Предполагается, что данные элементы кроме эффекта гетерогенного зарождения могут сегрегировать на фронте кристаллизации и ввиду их низкой растворимости приводят к эффекту структурного переохлаждения, что и обеспечивает значительное уменьшение размера зерна слитка.
4. Отжиг при температуре 350 °C приводит дисперсионному твердению в результате непрерывного распада пересыщенного твердого раствора на основе алюминия и выделению частиц фаз  $L1_2$  типа, среднего размера  $6\pm 1$  нм. Максимальные значения твердости достигнуты после 8 часов отжига при приросте твердости 27-44 HV во всех сплавах, что свидетельствует об отсутствии существенного влияния эвтектикообразующих элементов (Y, Er, Ce, Ni) на кинетику распада твердого раствора.
5. Вторая ступень отжига слитков при 480 °C приводит к завершению процессов гомогенизации структуры, растворению частиц неравновесной фазы  $CuAl_2$ , а также фрагментации и сфероидизации частиц фаз эвтектического происхождения  $Al_3Ni$ ,  $Al_9FeNi$  и  $Mg_2Si$ . В сплавах с добавками Y, Ce, Er и с 0,5%Ni гомогенизационный отжиг при используемой температуре не обеспечил фрагментацию медь-содержащих фаз идентифицированных как  $Al_8Cu_4Er$ ,  $(Al,Cu)_{11}Y_3$ ,  $Al_8Cu_4Y$ ,  $(Al,Y,Si,Cu)$  и  $Al_3(Cu,Ni)$ . После второй ступени отжига происходило увеличение среднего размера дисперсоидов  $L1_2$  –фазы до  $((10-13)\pm 1$  нм) при сохранении их когерентности алюминиевой матрице. Кроме того, наблюдали незначительное количество веерообразных скоплений, выделяющихся вблизи высокоугловых границ зерен по механизму прерывистого распада. Размер и распределение дисперсоидов в сплавах с разными добавками и разным содержанием кремния близки.

6. Применение термомеханической обработки, включающей горячую и холодную прокатку сплавов, приводит к разрушению эвтектических колоний и формированию структуры с равномерно распределенными частицами фаз эвтектического происхождения в матрице алюминиевого твердого раствора. Суммарная объемная доля частиц в сплаве сравнения Al-Mg-Si-Cu-Sc-Zr составила 1.5 % ( $Mg_2Si$ ), в сплаве с Y – 2.4%, Ce-5.5%, Fe и Ni – 6.2%, Ni от 2.0 до 9.5%, в зависимости от содержания никеля в сплаве. Средний размер частиц варьировался от 0.5 до 2.2 мкм.

## Глава 4. Анализ показателей сверхпластичности, эволюции микроструктуры при сверхпластической деформации и механических свойств при комнатной температуре

### 4.1 Сравнение параметров микроструктуры в сплавах до начала сверхпластической деформации

После применения кратковременного отжига (20 мин) при 440-520 °С, имитирующего нагрев и выдержку перед началом сверхпластической деформации, микроструктура была проанализирована с помощью световой микроскопии, а также для некоторых состояний при помощи СЭМ-EBSD анализа.

Микроструктура листов базового сплава А без добавления дисперсоидо- и дополнительных эвтектообразующих элементов после 20 минут отжига при 440°С показана на рис. 35- а. При нагреве даже до низкой температуры рассматриваемого диапазона сплав А типа 6013 имеет полностью рекристаллизованную микроструктуру состоящую из равноосных зерен размером более 10 мкм (средний размер зерен составил  $40\pm 0.2$  мкм).

Для сплавов S02 и Y1 в исследуемом диапазоне температур 440-520°С наблюдали преимущественно нерекристаллизованную структуру (рис. 35- b, c, d и e). Аналогично S02 с 0.2%Sc, в листах S01 с 0.1%Sc наблюдали практически нерекристаллизованную структуру (рис. 35-f).

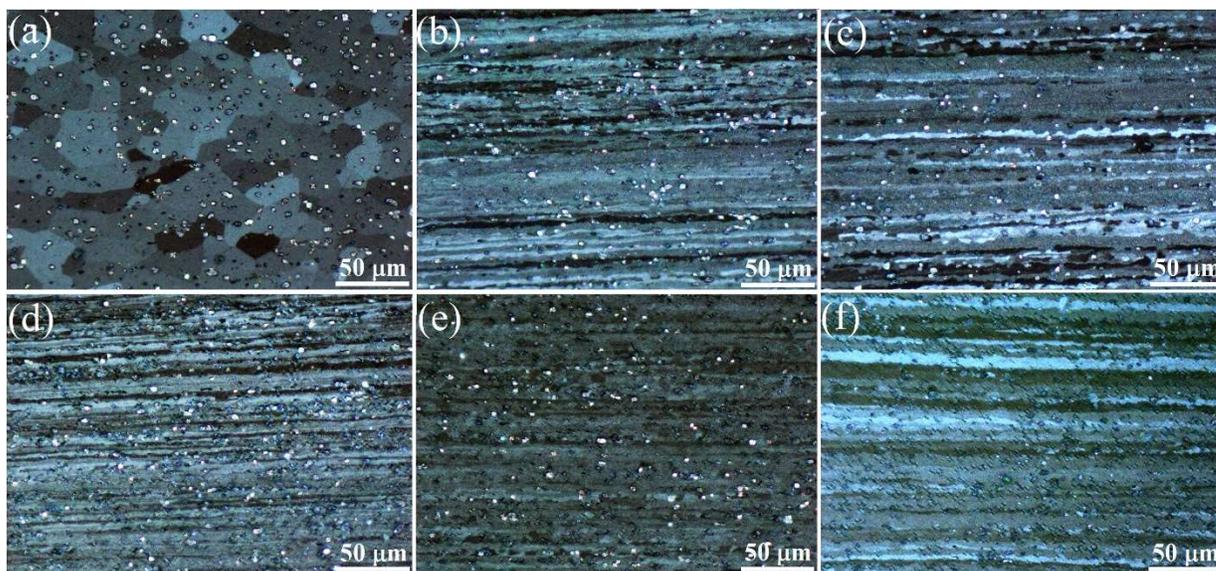


Рис. 35. Микроструктура после 20-минутного отжига холоднокатаных листов; (а) сплав А базового состава типа 6013 после отжига при 440°С; (b и c) сплав S02 после отжига при 480 и 520°С, соответственно; (d и e) сплав Y1 после отжига при 480 и 520°С соответственно. (f) сплав S01 после отжига при 480 °С

Структура сплава F1 с добавлением Fe и Ni, а также сплава Y1 с добавлением Y была изучена с помощью анализа EBSD перед началом сверхпластической деформации при 480-520°C (отжиг в течение 20 мин) (рис. 36). В сплавах наблюдалась частично нерекристаллизованная структура - равноосные зерна присутствовали в теле и по границам вытянутых вдоль направления прокатки зерен, однако доминировали малоугловые границы. При 480 °C средний размер субзерен и средний размер зерен в сплаве F1 составляли  $2.9 \pm 0.6$  мкм и  $4.5 \pm 0.4$  мкм (рис. 35- b), в сплаве Y1 –  $5.5 \pm 0.5$  мкм и  $3.7 \pm 0.4$  мкм. (Рис. 35- a), соответственно. В то же время доля высокоугловых границ в сплаве F1 была больше, чем в сплаве Y1, что можно объяснить большей долей крупных частиц фаз эвтектического происхождения в сплаве F1, что обеспечивает более высокий термодинамический стимул рекристаллизации и выраженный эффект PSN при нагреве термомеханически обработанных листов. Повышение температуры отжига сплава F1 до 520°C обеспечило средний размер субзерен  $4.5 \pm 0.1$  мкм и зерен  $5.6 \pm 0.2$  мкм (рис. 36 c), что закономерно больше по сравнению с температурой 480°C и может быть объяснено повышением подвижности границ зерен при более высокой температуре.

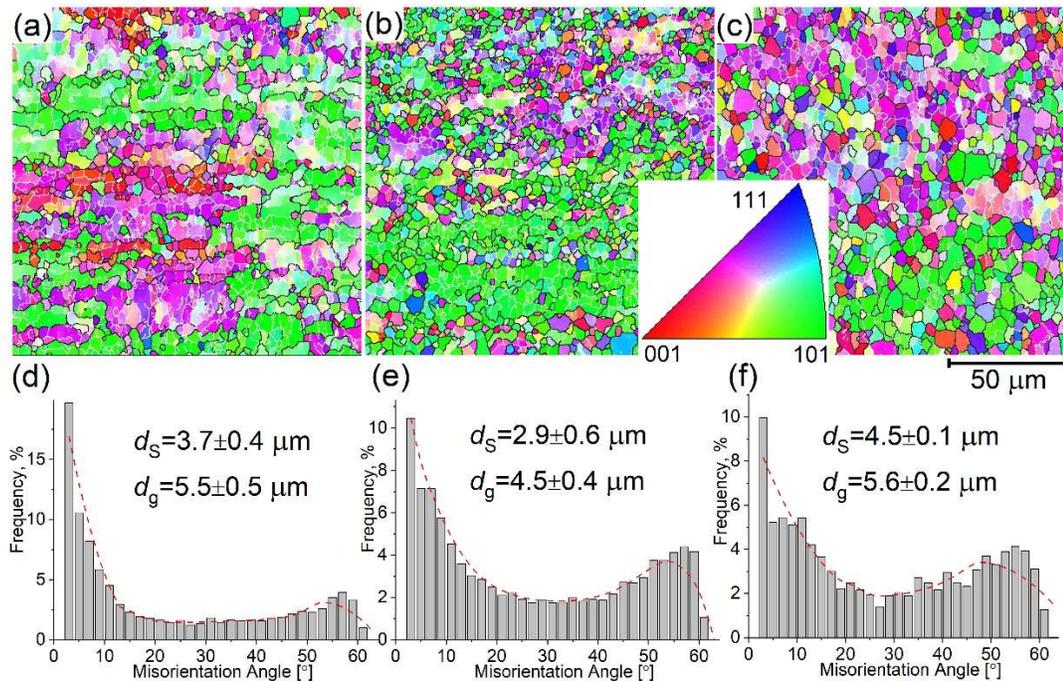


Рис. 36-Карты EBSD образцов сплавов (a) Y1 и (b,c) F1 после 20 минут отжига при (a,b) 480°C и (c) 520°C; (d-f) соответствующие гистограммы распределения разориенировок границ зерен/субзерен; малоугловые границы зерен окрашены в белый цвет, а высокоугловые - в черный;  $d_s$  - средний размер субзерен,  $d_g$  - средний размер зерен

Частично рекристаллизованная зеренная структура наблюдалась также перед началом сверхпластической деформации в сплавах с 0.5-4.0% Ni в диапазоне температур 440-500°C (рис. 36). На качественном уровне можно сказать, что доля рекристаллизованной структуры увеличивалась увеличением объемной доли частиц  $Al_3Ni$ , а средний размер рекристаллизованных зерен уменьшался и составлял  $8.4 \pm 1.3$ ,  $6.8 \pm 0.5$ ,  $5.5 \pm 0.5$  и  $4,0 \pm 0.3$  мкм для не содержащего никеля сплава S02 (рис. 35- b), сплава N1, сплава N2 и сплава N3, соответственно (рис. 37).

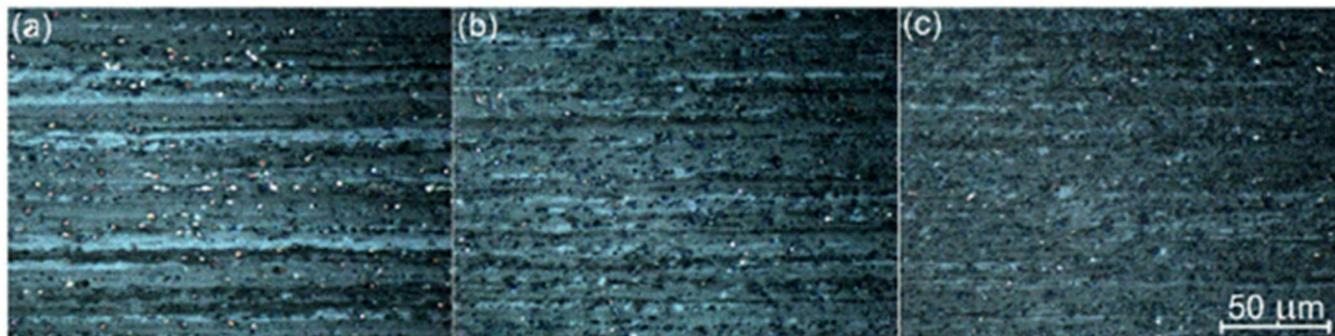


Рис. 37 – Зеренная структура (а) сплава N1 (0.5%Ni), (b) сплава N2 (2% Ni) и (в) сплава N3 (4% Ni) после термомеханической обработки и отжига при 500°C в течение 20 мин.

Аналогичную сплавам с никелем, частично нерекристаллизованную структуру имели сплавы E2 и C1 с Er и Ce.

#### 4.2 Высокотемпературные испытания на растяжение для выбранных сплавов

На рис. 38 показаны результаты испытаний на одноосное растяжение базового сплава А, проведенные при постоянной скорости деформации в диапазоне  $10^{-3}$ - $10^{-2}$  с<sup>-1</sup> в диапазоне температур 440-520°C. Высокотемпературные испытания сплава А базового состава (типа 6013) были проведены для сравнения и сверхпластического состояния не ожидали ввиду крупнозернистой структуры. Как и ожидалось, сплав А показал относительное удлинение до разрушения менее 200-250% и деформировался с образованием шейки (рис. 38).

Для сплавов со Sc и Zr (сплав S02 с 0.2%Sc) и Sc, Zr, Y (сплав Y1 с 0.2%Sc), полученные кривые напряжения-деформации при различных условиях скорости деформации и температуры ( $\dot{\epsilon}$  от  $1 \times 10^{-3}$  до  $1 \times 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> и T=440-520 °C) показаны на рис. 39. Относительное удлинение увеличивается с повышением температуры и уменьшением скорости деформации. Максимальное относительное удлинение до разрушения для сплава S02 составляло от 270% до 420%, а для сплава Y1 - от 370 до 470%, что указывает на значительное улучшение по сравнению со сплавом базового

состава. Относительное удлинение до разрушения для сплава S02 при низкой скорости деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  варьировалось от 340% при  $480^\circ\text{C}$  до 420% при  $520^\circ\text{C}$ , для скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  эти значения составляли 295% и 380%, соответственно. При температуре  $440^\circ\text{C}$  и скоростях деформации выше  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  наблюдалась деформация с образованием шейки. Напряжение закономерно растет с увеличением скорости деформации и снижением температуры.

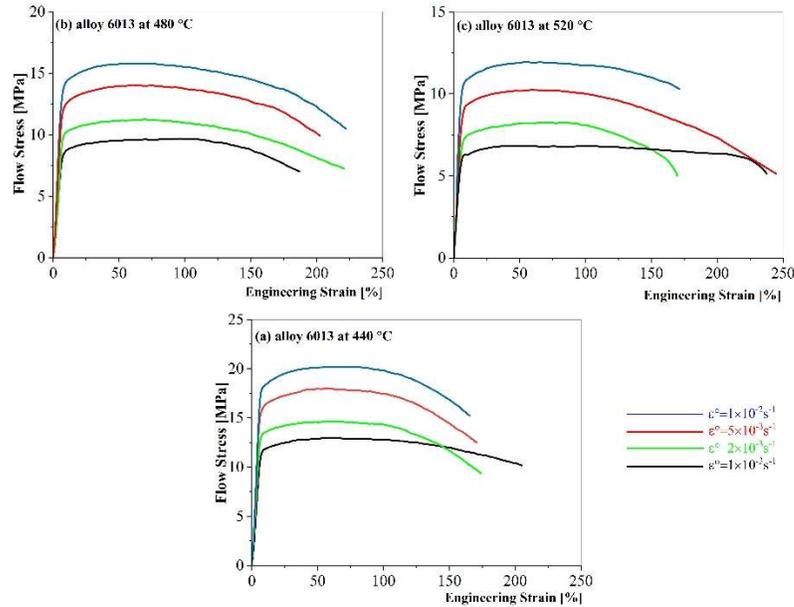


Рис. 38 - Кривые напряжения-деформация и различных температурах для сплава А базового состава при постоянных скоростях деформации

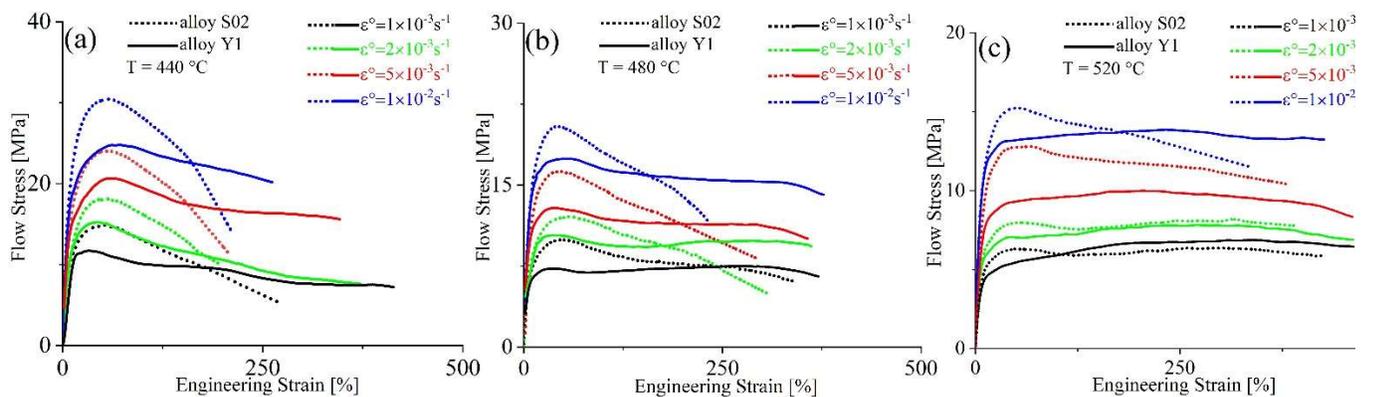


Рис. 39 - Кривые напряжения-деформация (постоянные скорости деформации указаны в легенде) при различных температурах (указана на графике) для сплавов S02 (кривые пунктирной линией) и Y1 (кривые сплошной линией)

В сплаве Y1 при температуре 440°C и скорости деформации от  $1 \times 10^{-3}$  до  $5 \times 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> относительное удлинение варьировалось в диапазоне от 350 до 420 %, и образования шейки не выявили. При увеличении скорости деформации до  $1 \times 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> удлинение составило 260% и образовывалась шейка. При повышении температуры до 480 - 520 °C наблюдали не только рост значений относительного удлинения, но образцы и кривые после 100% деформации демонстрировали стабильное течение в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$  -  $1 \times 10^{-2}$  с<sup>-1</sup>. При высокой скорости деформации  $5 \times 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> наблюдали снижение пластичности для обоих сплавов S02 и Y1 (рис. 40) с относительным удлинением до 270% для сплава Y1, и ниже 200% для сплава S02.

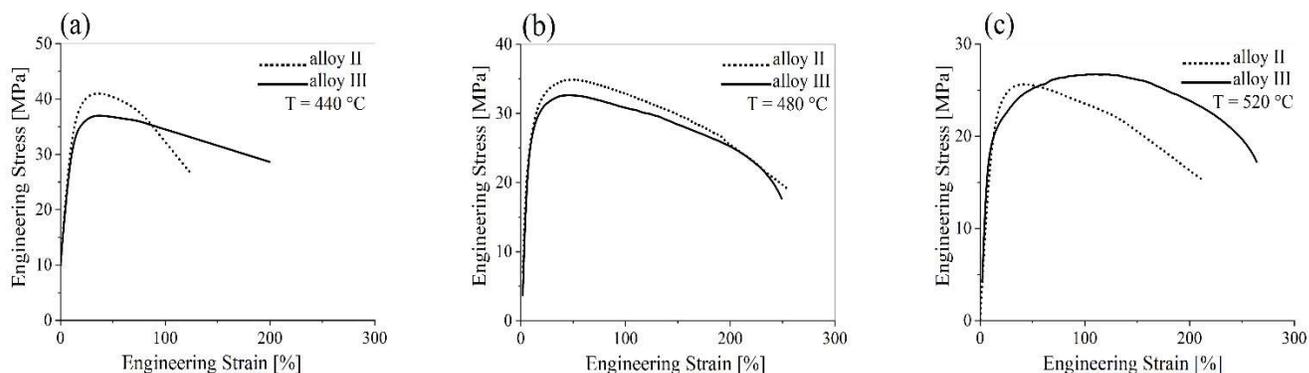


Рис. 40. Кривые напряжения-деформации при высокой скорости деформации  $5 \times 10^{-2}$  С<sup>-1</sup> для обоих сплавов S02 и Y1

Кроме относительного удлинения для сверхпластичного состояния важно достижение высокой скоростной чувствительности напряжения ( $m$ ). Коэффициент  $m$  рассчитывали с использованием уравнения 4. Расчеты  $m$  были проведены для начальных структурных состояний (на ранних стадиях пластической деформации ~10-15%) [187]. Также определяли энергию активации деформации ( $Q$ ). Для вычисления  $Q$  было применено уравнение 3[171].

Рисунок 41 иллюстрирует изменение чувствительности к скорости деформации ( $m$ -коэффициент) в зависимости от температуры для степени деформации 13%. Значения чувствительности к скорости деформации для сплава А базового состава (6013) варьировались в диапазоне 0.19-0.23 для исследуемых температур деформации. Для сплава А крупнозернистая структура привела к низким  $m$ , не сверхпластичному поведению и развитию шейки. Максимальное относительное удлинение до разрушения 250% наблюдали при 520°C и  $5 \times 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. В предыдущих работах в сплаве AA6013 [188,189], было получено около 375% при аналогичных температурах 520-540°C, но очень низких скоростях деформации  $(2-5) \times 10^{-4}$  с<sup>-1</sup>, не смотря на более мелкозернистую

структуру в результате применения ТМО с длительной гетерогенизацией получить сверхпластичное состояние в работах [188,189] даже при  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  не удалось.

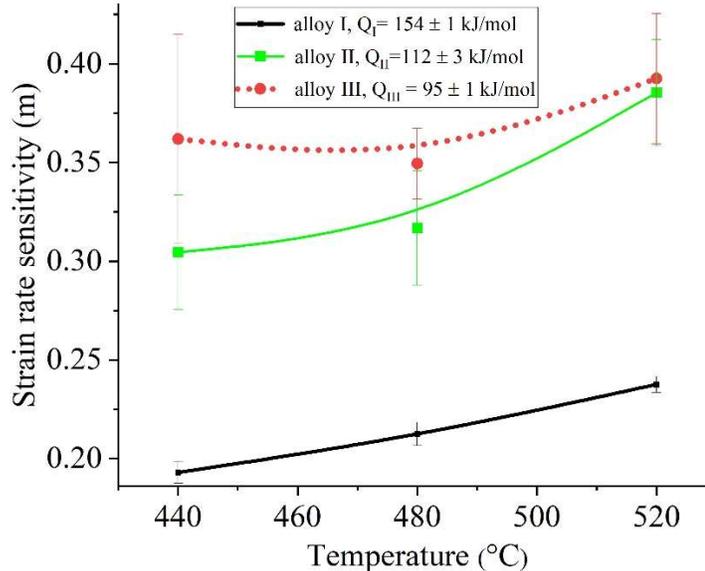


Рис. 41 - Изменения чувствительности к скорости деформации (коэффициент  $m$ ) в зависимости от температуры деформации при деформации 13% для сплава А базового состава, сплавов S02 и Y1.

Значения  $m$  для сплава S02 при температуре деформации  $440^\circ\text{C}$  составляли 0.30, т.е. контролирующими механизмами деформации скорее всего являлись дислокационное скольжение/ползучесть, что привело к снижению удлинений и образованию шейки при больших скоростях деформации. Значение  $m$  увеличивалось при повышении температуры до 0.38 в среднем при  $520^\circ\text{C}$  до, что привело к более равномерной пластической деформации (рис. 39-с). Динамическая рекристаллизация и динамический рост зерен, другие факторы способные влиять на деформационное разупрочнение/упрочнение при деформации. Например, при  $480^\circ\text{C}$  наблюдали деформацию без образования шейки, но с разупрочнением, особенно выраженным при скоростях деформации выше  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , что, вероятно, является результатом динамической рекристаллизации (рис. 39- b). Аналогичное поведение наблюдали при более высоких температурах при повышении скорости деформации.

Динамический рост зерен должен оказывать большее влияние с повышением температуры и деформации. Скорость деформации может влиять неоднозначно по данным литературы. Анализ кривых деформации предполагает, что при деформации с повышенными скоростями деформации процесс динамического роста зерна оказывал слабое влияние форму кривых напряжение-

деформация. Деформационное поведение при стабильном течении или слабом деформационном упрочнении наблюдалось при повышенных температурах (при 480°C с постоянной скоростью деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и при 520°C с постоянной скоростью деформации в диапазоне от  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  до  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ) (рис. 39-b, c). Вероятно, при высоких температурах и низких скоростях деформации эффект деформационного упрочнения, вызванный динамическим ростом зерна, может перекрыть деформационное разупрочнение, вызванное динамической рекристаллизацией. Образцы сплава Y1 демонстрировали более стабильное течение с заметным увеличением относительного удлинения по сравнению со сплавом S02. Значения  $m$  для Y1 были заметно выше, чем для сплава S02; особенно для более низких температур эта разница была более очевидной. Более высокие значения  $m$  приводят к более равномерной пластической деформации и росту удлинений (рис. 39).

Деформационное поведение сплава с меньшим скандием S01 было проанализировано в аналогичных условиях испытаний. Сплав показал относительное удлинение до разрушения 250-360% в диапазоне скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  при 440-500°C (рис. 42), и при постоянной скорости деформации  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  наблюдали не сверхпластичное течение с удлинением 120%. Среднее значение энергии активации деформации ( $Q$ ) составило 121 кДж/моль, а коэффициент чувствительности к скорости деформации ( $m$ ) варьировался от 0.3 до 0.34 в исследуемом диапазоне температур и скоростей деформации (на начальной стадии).

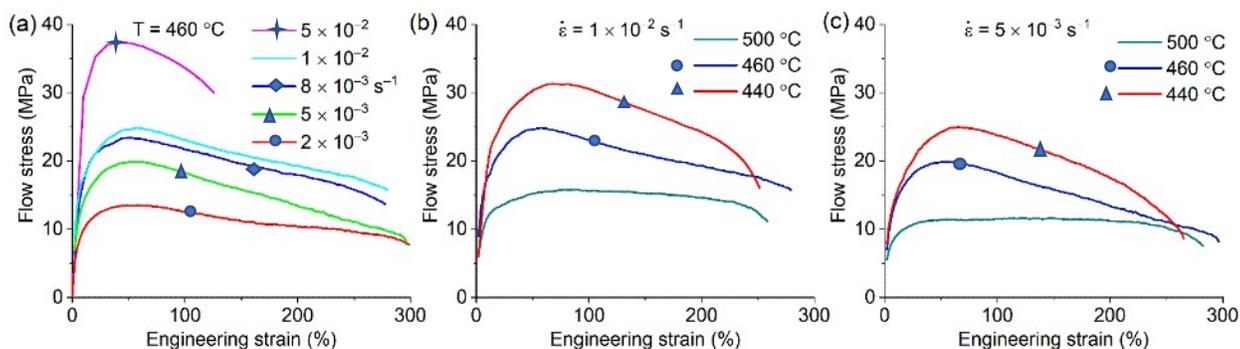


Рис. 42-Зависимости напряжения от степени деформации для сплава S01 при (а) 460°C и скоростях деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и при (б)  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  и (в)  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  для 440, 460 и 500 °C.

Деформационное поведение сплавов N1, N2, N3 (содержащих 0.1%Sc) было изучено в диапазоне температур 440-500 °C и диапазоне постоянной скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (рисунки 43). Максимальное напряжение наблюдали при наибольшей скорости деформации  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . В диапазоне температур 440-500 °C максимальные значения напряжений варьировались в диапазоне 27-48 МПа, 26-45 МПа и 25-40 МПа для сплавов с 0.5, 2 и 4 % Ni, соответственно. В

диапазоне температур 440-500°C минимальные значения напряжений при скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  варьировались в диапазоне 15-18 МПа, 12-16 МПа и 10-15 МПа для 0,5, 2 и 4 % Ni, соответственно. Увеличение содержания Ni приводило к снижению напряжения при прочих равных.

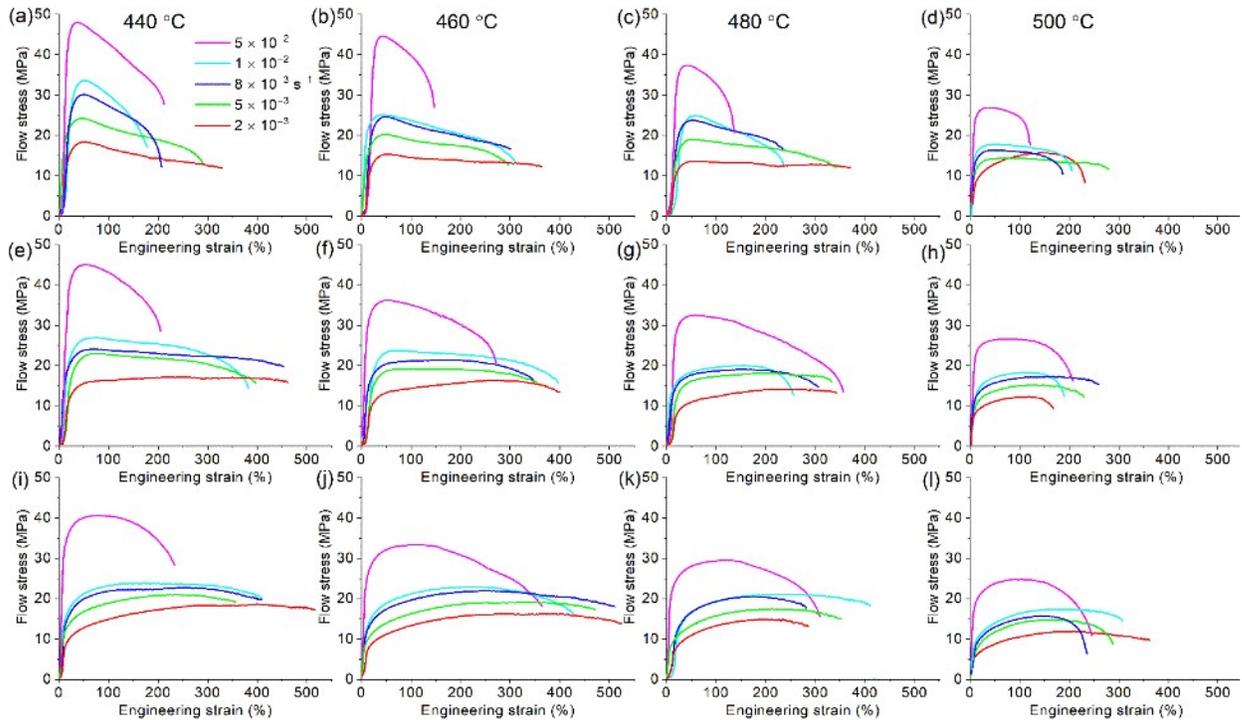


Рис. 43- Зависимости напряжения от напряжения течения (инженерные значения) для (a-d) сплава N1, (e-h) сплава N2 в (i-l) сплав N3 в диапазоне скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  при температурах (a, e, i) 440°C, (b, f, j) 460°C, (c, g, k) 480 °C в (d, h, l) 500 °C

Относительное удлинение перед разрушением варьировалось от 130 до 520 %. Сплав N1 с 0.5% Ni показал сверхпластичность с относительным удлинением до разрушения 300-370% при 440-480°C и диапазоном скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $8 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (рис. 43- a-c). При более высоких скоростях деформации относительное удлинение не превышало 200%. Сплавы N2 и N3 с 2 и 4% Ni, соответственно, показали аналогичное поведение. Сплав N2 достиг максимального удлинения 400-460% при температурах 440-460°C при скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (рис. 43- e-f). Максимальное удлинение в 520% наблюдали при 460°C и  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $8 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  для сплава N3 с 4% Ni (рис. 43-j). При более высоких скоростях деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  -  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  сплав показал относительное удлинение 350-420%. При низкой температуре 440°C при высокой скорости деформации  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  относительное удлинение было ниже 230%, в то время как скорость деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  обеспечивала относительное удлинение 520% (рис. 43-i). Повышение температуры до 480-500 °C привело к уменьшению относительного удлинения как в сплавах N2, так

и в сплавах N3 (рис. 43-d, h, k, l). Максимальное удлинение в 360% при 500°C было достигнуто в сплаве N3 с 4% Ni при низкой скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (рис. 43- l).

Коэффициент ( $m$ ) анализировали при температурах 440, 460, 480 и 500°C и деформациях 30%, 40%, 50% и 60% (рис. 44). В сплаве N1 с 0.5% Ni значения  $m$  составили 0.26 – 0.31 в диапазоне скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Значения  $m$  в диапазоне 0.27-0.33 и диапазоне 0.28-0.37 были рассчитаны соответственно для сплавов с 2% и 4% Ni в диапазоне скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Для сплава без добавок никеля коэффициент  $m$  был выше 0.3 в диапазоне скоростей деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  -  $8 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и ниже 0.3 при более высоких скоростях деформации. Для всех сплавов значение  $m$  увеличивалось с увеличением температуры, достигая максимума при 460°C. Дальнейшее повышение температуры испытания до 500°C приводило к снижению  $m$ . Более того, значение  $m$  увеличивались с увеличением содержания Ni в исследуемых сплавах, как и относительное удлинение (рис.43). Средние значения энергии активации деформации ( $Q$ ) для сплавов N1, N2 и N3 составили 131, 126 и 117 кДж/моль соответственно, т.е.  $Q$  снижается в уровня энергии активации по телу зерен до уровня энергии активации зернограничной самодиффузии, что, вместе с ростом  $m$  говорит в пользу увеличения роли зернограничного скольжения с увеличением содержания никеля и соответствует более мелкозернистой исходной структуре в рекристаллизованном объеме образцов.

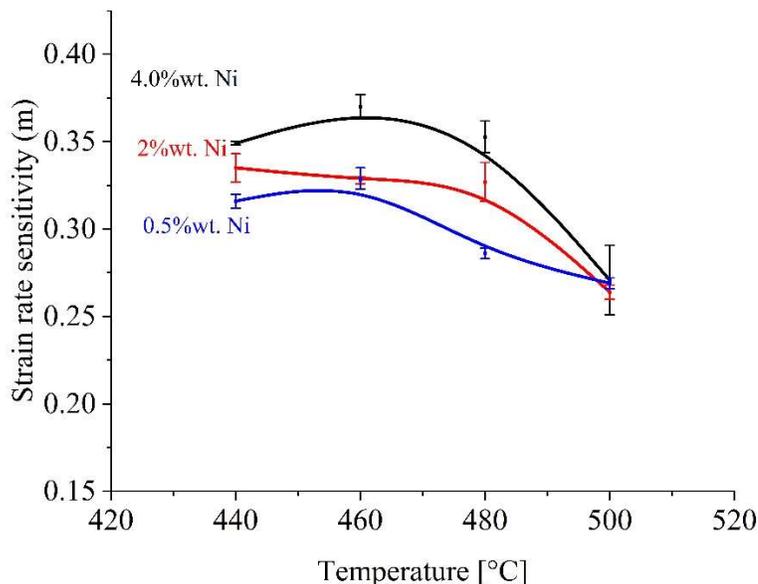


Рис. 44 - Изменение коэффициента чувствительности напряжения к скорости деформации ( $m$ ) в зависимости от температуры сверхпластической деформации для сплавов, содержащих Ni в качестве эвтектикообразующего элемента

В аналогичных условиях были исследовано деформационное поведение сплавов F1, F2, E2 в диапазоне температур 440-520°C и скоростей деформации  $5 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  -  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ . Повышение температуры и снижение скорости деформации привели к снижению напряжения течения во всех сплавах.

Кривые деформации сплава F1 (с Fe, Ni и 0.2 Sc, 0.2 Zr) показаны на рис. 45. Относительное удлинение до разрушения варьировалось в диапазоне 350-480%. Максимальное удлинение в 480 % наблюдали при скорости деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и температуре 520°C (рис. 45-с). При температуре 440°C и повышенных скоростях деформации на кривых наблюдали разупрочнение, связанное с динамической рекристаллизацией (рис. 45-а). При температурах 480-520°C течение сопровождалось незначительным деформационным упрочнением, обычно наблюдаемым в сверхпластичных сплавах из-за динамического роста зерен (рис. 44, b-с). Коэффициент ( $m$ ) для сплава F1, рассчитанный в диапазоне степеней деформации от 5% до 30%, варьировался в среднем от 0.31 до 0.38 в исследуемом диапазоне температур и скоростей деформации, а среднее значение энергии активации деформации ( $Q$ ) составляло 111 кДж/моль, что ниже энергии активации самодиффузии алюминия по телу зерен, но выше энергии активации самодиффузии по границам зерен. Значения характерны для ЗГС как основного механизма деформации в алюминиевых сплавах с наноразмерными частицами. Сниженные значения  $m$  говорят об активном дислокационном скольжении, необходимом для формирования структуры.

Кривые деформации сплава F2 (с Fe, Ni и 0.1 Sc, 0.2 Zr) с меньшим содержанием Sc, чем F1, приведены на рис. 46. Относительное удлинение для сплава F2 в выбранных температурно-скоростных условиях деформации варьировалось в диапазоне 350-680%. Наибольшее удлинение 650-680 % наблюдалось при температуре 440°C и скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (рис. 46-а). В этих условиях сплав показал наиболее равномерное сверхпластичное течение. Повышение температуры привело к незначительному деформационному упрочнению и уменьшению относительного удлинения до 520% (рис. 46- b, c), в то время как увеличение скорости деформации до  $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  приводит к снижению значения относительного удлинения до 350-440%. Деформация сопровождалась разупрочнением, особенно выраженным при 440-480°C (рис. 46- a, b).

При температуре 440°C, сплав F2 имел меньшие значения напряжений, чем сплав F1. Этот эффект можно предположительно объяснить более низкой концентрацией Sc и, соответственно, меньшей долей дисперсоидов фазы  $L1_2$  в сплаве F2. Дисперсоиды закрепляют границы зерен и дислокации, сдерживая ЗГС и способствуя росту напряжений. С повышением температуры разница в значении напряжения уменьшалась, и при 520 °C сплавы показали аналогичные значения, что

можно связать с ростом частиц дисперсоидов и меньшим их влиянием на процесс деформации. Среднее значение энергии активации деформации ( $Q$ ) составило 98 кДж/моль. Коэффициент ( $m$ ) для сплава F2, в интервале степени деформации 5-30%, варьировался от 0.32 до 0.40, что не значительно отличалось от значений для сплава S01.

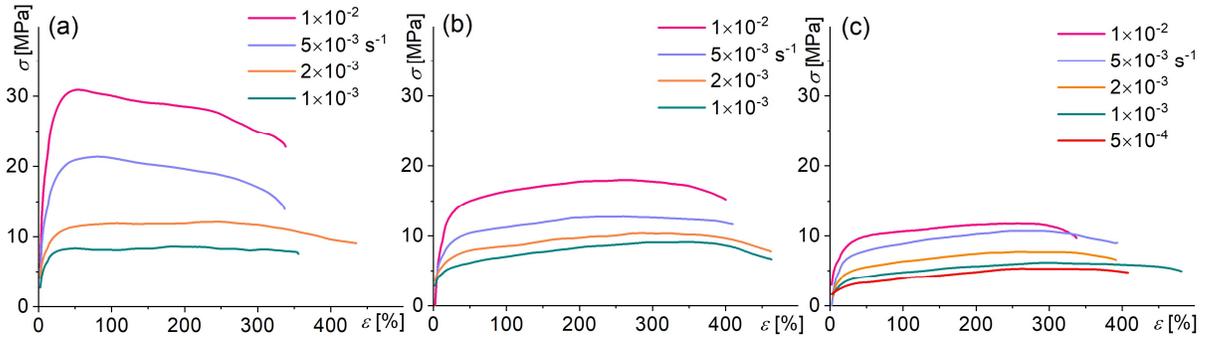


Рис. 45 -Зависимости напряжения от степени деформации в диапазоне скоростей деформации  $5 \times 10^{-4}$ - $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  для сплава F1 при (a) 440°C, (b) 480°C и (c) 520°C.

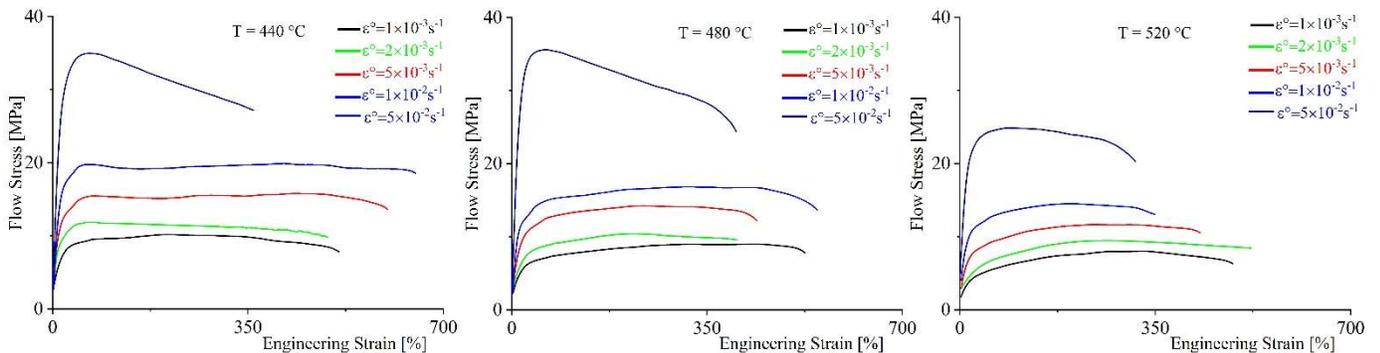


Рисунок 46 - Зависимости напряжения от деформации в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  для сплава F2 при (a) 440°C, (b) 480°C и (c) 520°C

Кривые деформации сплава E2 (с 0.5 Er-0.1 Sc-0.2 Zr) в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  показаны на рис. 47. Относительное удлинение до разрушения варьировалось в диапазоне 220-390%. Сплав показал наиболее стабильное течение и наибольшее относительное удлинение 350-390% при низких значениях постоянных скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и температуре 480°C. Среднее значение энергии активации деформации ( $Q$ ) для сплава E2 составило 105 КДж/моль в исследуемом диапазоне температур и скоростей деформации. Коэффициент  $m$  для сплава E2 (в интервале степени деформации 5% до 30%) варьировался от 0.34 до 0.41. Сплав с эрбием E2 и сплав S01 показывали близкие напряжения при деформации, но максимальное относительное удлинение увеличилось почти на 30% за счет добавления Er. Это можно предположительно объяснить эффектом измельчения зерна благодаря добавке Er.

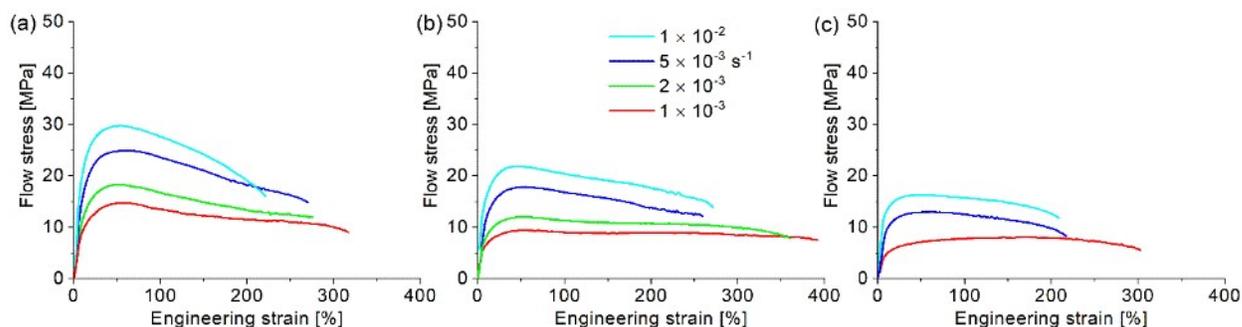


Рис. 47 - Зависимости напряжения от степени деформации в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $1 \times 10^{-2}$   $\text{c}^{-1}$  для сплава E2 при (а) 440°C, (б) 480°C и (в) 520°C

Показатели сверхпластичности сплава C1 (с 1.0 Ce и 0.2 Sc-0.2 Zr) были проанализированы в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $1 \times 10^{-2}$   $\text{c}^{-1}$  (рис. 48).

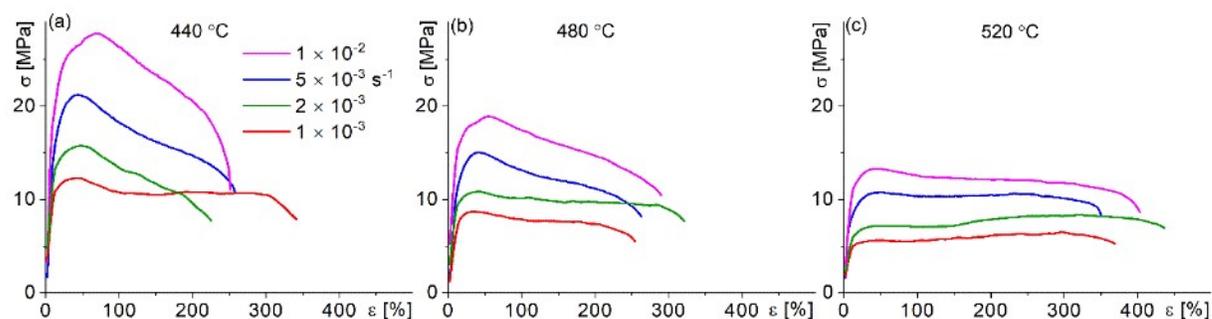


Рис. 48 -Зависимости напряжения от степени деформации в диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3}$ - $1 \times 10^{-2}$   $\text{c}^{-1}$  для сплава C1 при (а) 440°C, (б) 480°C и (в) 520°C.

При температуре 440°C наблюдали наиболее равномерное течение и максимум удлинения в 340% при скорости деформации  $1 \times 10^{-3}$   $\text{c}^{-1}$  (рис. 48-а). При деформации до 50-100% наблюдалось разупрочнение, характерное для динамической рекристаллизации. При увеличении скорости деформации величина относительного удлинения не превышала 250% и деформация сопровождалась образованием шейки. Повышение температуры до 480 °C (рис. 48- б), обеспечило более равномерное течение и деформацию, особенно при низких скоростях. В выбранном диапазоне скоростей деформации относительное удлинение варьировалось незначительно в диапазоне 250-330 %. По сравнению с более низкими температурами, при температуре 520 °C (рис. 48- в) сплав показал наиболее равномерное и устойчивое течение и высокие значения удлинения 350-440%, что близко к значениям для сплава-сравнения S02 при той же температуре деформации (рис. 39- в). Коэффициент

$m$  для сплава С1 (в интервале 5 - 30%) варьировался от 0.28 до 0.35, а среднее значение энергии активации деформации ( $Q$ ) составило 123 кДж/моль.

#### 4.3 Сравнительный анализ микроструктуры после сверхпластической деформации

Зеренная структура сплава S01 после 200 % деформации при температуре 480 °С с постоянной скоростью деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (рис. 49) практически рекристаллизованная со средним размером зерна/субзерна по микроструктуре в световом микроскопе  $3.2 \pm 0.3 \text{ мкм}$ , что свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации при сверхпластической деформации.

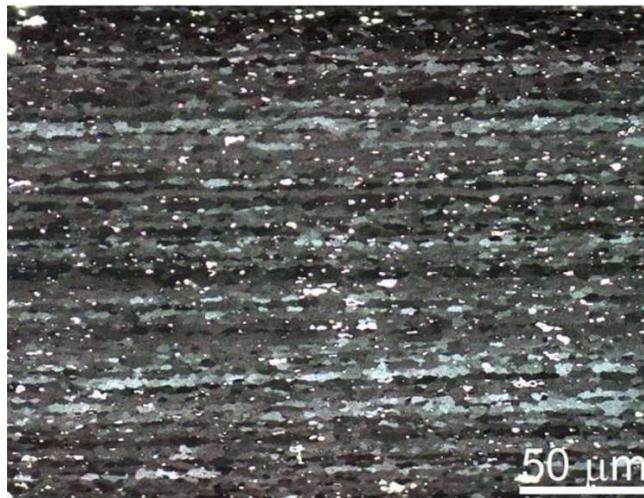


Рис. 49 - Зеренная структура сплава S01 после 200 % деформации при температуре 480 °С с постоянной скоростью деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Зеренная /субзеренная структура сплавов Y1 и F1 (с 0.2Sc), демонстрирующих наилучшие показатели сверхпластичности, была проанализирована методом EBSD после 200% деформации при 480°С с постоянными скоростями деформации  $1 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$  и  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  (рис. 50 и 51). Во время деформации доля малоугловых границ зерен в сплавах уменьшилась, а доля высокоугловых границ зерен увеличилась по сравнению с исходным состоянием (рис. 36-b,c), что говорит о действии динамической рекристаллизации. При деформации 200% со скоростями деформации  $1 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$  и  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  в рабочей части образцов сплава Y1 наблюдали рекристаллизованную структуру с размером зерна  $6.4 \pm 0.6$ ,  $5.0 \pm 0.5$  и  $4.5 \pm 0.6 \text{ мкм}$ , соответственно. С увеличением скорости

деформации размер субзерен также уменьшался и достигал значений  $5.3 \pm 0.4$ ,  $4.1 \pm 0.4$  и  $3.8 \pm 0.4$  мкм при скоростях деформации  $1 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$  и  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  соответственно (рис. 50).

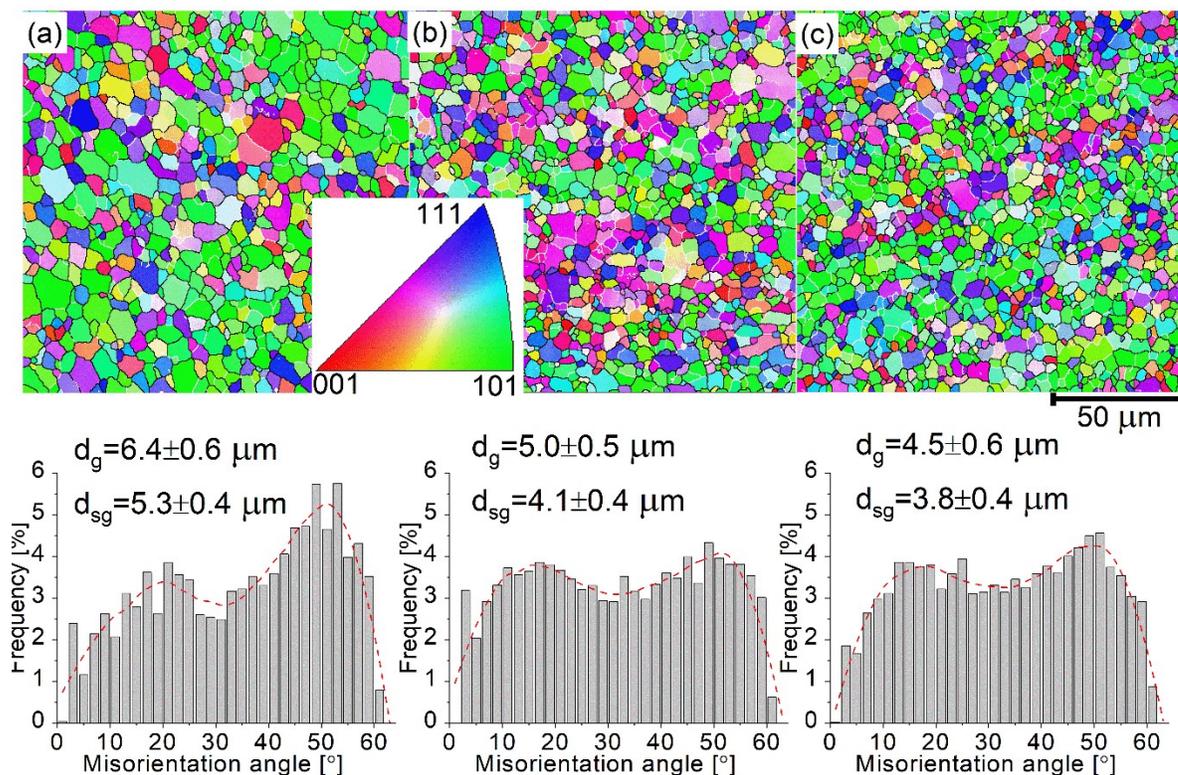


Рис. 50 – Карты EBSD для сплава Y1 после 200% деформации при  $480^\circ\text{C}$  со скоростями деформации: (a)  $1 \times 10^{-3}$  (b)  $5 \times 10^{-3}$  и (c)  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ; (d-f) гистограммы распределения разориентировок границ зерен/субзерен (a-c); малоугловые границы зерен окрашены в белый цвет, высокоугловые окрашены в черный цвет;  $d_{sg}$  - средний размер субзерна,  $d_g$  - средний размер зерна

В сплаве F1 средний размер зерен и субзерен также уменьшался с увеличением скорости деформации и составил  $5.0 \pm 0.2$ ,  $4.3 \pm 0.2$ ,  $4.2 \pm 0.1$  мкм и  $3.7 \pm 0.2$ ,  $3.6 \pm 0.1$ ,  $3.0 \pm 0.1$  мкм при  $1 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  соответственно (рис. 51). Структура сплавов после 200% была в основном представлена высокоугловыми границами.

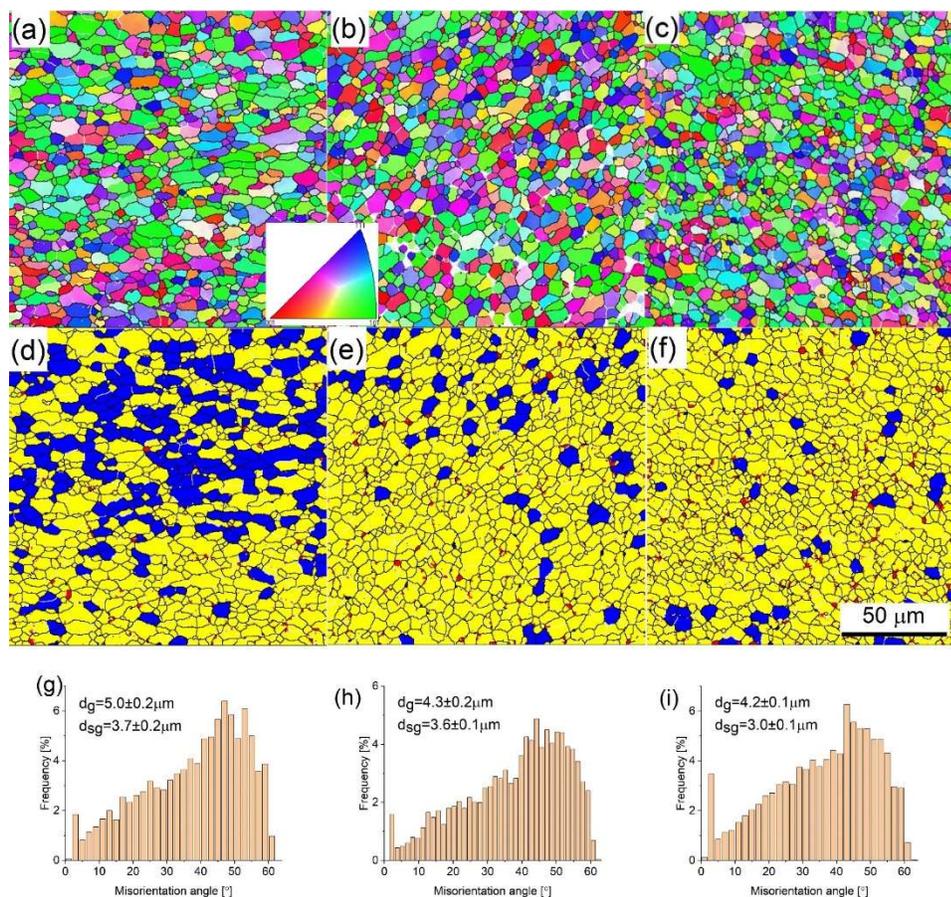


Рис. 51 – Карты EBSD образцов сплава F1 после 200% деформации при 480 °С со скоростями деформации: (а)  $1 \times 10^{-3}$  (б)  $5 \times 10^{-3}$  и (с)  $1 \times 10^{-2} s^{-1}$ ; (d-f) гистограммы распределения разориентировок границ зерен/субзерен (а-с); малоугловые границы зерен окрашены в белый цвет, высокоугловые окрашены в черный цвет;  $d_s$  - средний размер субзерен,  $d$  - средний размер зерен

В сплаве с F2 с меньшим содержанием скандия 0.1 масс.% после 200% деформации при температуре 440 °С и скорости деформации  $1 \times 10^{-2} s^{-1}$ , где сплав имел наибольшие удлинения, средний размер зерна составил  $3.5 \pm 0.1$  мкм, субзерна  $3.0 \pm 0.2$  мкм (рис.52 а,d,g). При  $5 \times 10^{-3} s^{-1}$  и 480 °С формируется структура с незначительно более мелким размером зерна  $4.0 \pm 0.1$  мкм, чем в сплаве F1 с большим содержанием скандия, при этом размер субзерна составлял  $3.6 \pm 0.1$  мкм, что совпадает с размером субзерна в сплаве F1. Карты границ зерен и их разориентировок также свидетельствуют о протекании динамической рекристаллизации при сверхпластической деформации. При этом, доля нерекристаллизованного объема достигала 88% в сплаве с 0.1Sc и только 10% в сплаве с 0.2%Sc. Оставшийся объем в основном занимала субзеренная структура (по анализу “grain orientation spread” рассеяния ориентировки зерна).

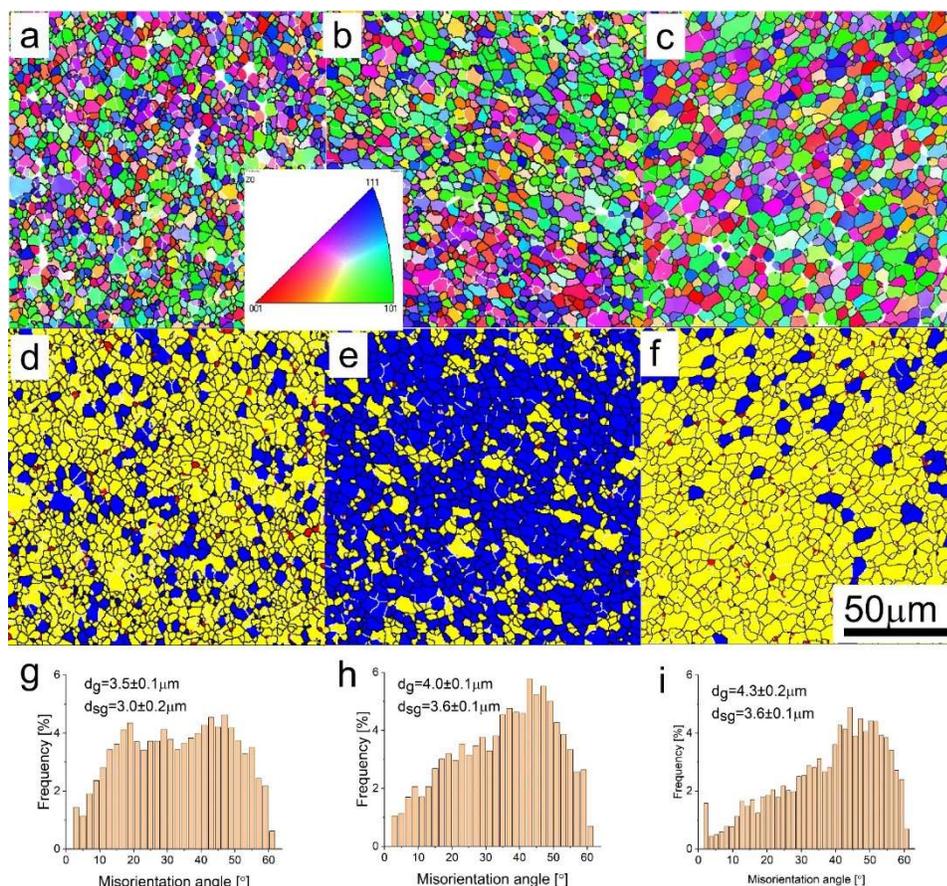


Рис. 52 - (a, d) Карта EBSD образцов сплава F2 после 200% деформации при 440°C и скорости деформации  $10^{-2} \text{ с}^{-1}$  и (b,e,c,f) после 200% деформации при 480°C со скоростью деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ; (b,e) сплава F1; (c,f) сплав F2. (g,h,i) связанные гистограммы распределения разориентировок границ зерен/субзерен; малоугловые границы зерен окрашены в белый цвет, высокоугловые окрашены в черный цвет.

Зеренная структура в сплаве сравнения - S01 и сплавах с добавлением Ni была проанализирована с помощью оптической микроскопии после 300% сверхпластической деформации при 460°C с постоянной скоростью деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (рис. 53). В процессе сверхпластической деформации в рабочей части образцов сплава с добавками Ni происходила динамическая рекристаллизация, что обеспечило формирование микрозеренной структуры. Средний размер зерна составил  $9.9 \pm 0.6$ ,  $7.2 \pm 0.6$  и  $5.9 \pm 0.6$  мкм для сплавов N1, N2 и N3 соответственно (рис. 53 f-h). В сплаве S01 без добавления никеля (рис. 53-е), содержащем только ~1 % крупных частиц фазы  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , наблюдали частично нерекристаллизованную структура даже после разрушения (при 460°C, скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  и степени деформации ~300 %).

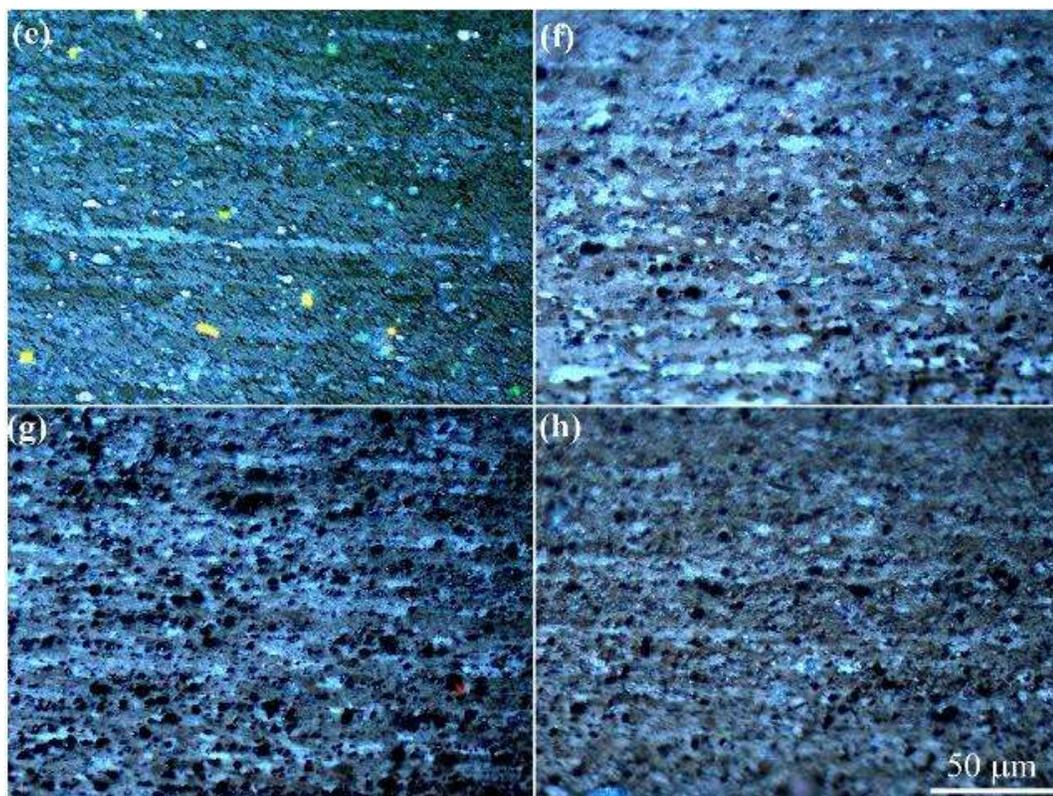


Рис. 53 - Зеренная структура (e) сплава S01 без никеля, (f) сплава N1, (g) сплава N2 и (h) сплава N3 после 300% деформации при 460°C и постоянной скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ .

Таким образом, сверхпластическая деформация приводила к динамической рекристаллизации, формированию мелкозернистой структуры и, вероятно, росту роли ЗГС при деформации, что может приводить к разупрочнению на кривых. Улучшенная сверхпластичность сплавов Y1 и F1, по сравнению со сплавом S02 (с 0.2%Sc) и сплавов с никелем N1, N2, N3 по сравнению со сплавом S01 (с 0.1%Sc), может быть объяснена более мелкозернистой структурой, которая была достигнута добавлением Y или Fe/Ni. Относительно более низкий уровень напряжения сплавов Y1, F1, N1, N2, N3 по сравнению со сплавами сравнения также может быть обусловлен более высокой плотностью высокоугловых границ зерен, что облегчает ЗГС и ее аккомодацию. Фаза L1<sub>2</sub> сдерживает рост зерен при деформации, что обеспечивает стабильное течение в оптимальных температурно-скоростных условиях. Так как температура деформации (для оптимальных значений) не превышала температуру гомогенизации сплавов, можно предположить, что дисперсоиды сохранили размер и когерентность матрице, что согласуется с данными литературы. Отсутствие существенных изменений частиц данной фазы при сверхпластической деформации в близких температурно-скоростных условиях в Al сплавах с Sc и Zr показано в работе [43].

#### 4.4 Влияние содержания кремния на сверхпластичность выбранных сплавов

Так как в сплавах с 0.7Si были обнаружены единичные включения фазы типа  $AlSi_2Sc_2$ , т.е. содержание скандия в растворе, а значит в дисперсоидах, из-за формирования этой фазы может быть меньше, а также кремний растворяется в фазе  $L1_2$  и ввиду большого коэффициента диффузии скорость роста частиц в присутствии кремния может увеличиваться, была поставлена задача исследовать влияние содержания кремния на показатели сверхпластичности сплавов. В сплавах с F3 и F4 не обнаружили частиц кристаллизационного происхождения со скандием, таким образом, предполагалось что все 0.2%Sc вошли в твердый раствор на основе алюминия. Однако, как показано ПЭМ, параметры дисперсоидов при уменьшении кремния до 0,3% не изменились относительно 0.7%Si. Микроструктура сплавов отличалась малой объемной долей частиц фазы  $Mg_2Si$  в сплаве F3 с 0.3 Si, и отсутствием частиц данной фазы в сплаве F4. Параметры частиц фазы  $Al_9FeNi$  также не изменились относительно сплава F1.

Рис. 54 иллюстрирует кривые напряжение-деформации для сплавов F, F1, F3 и F4, отличающихся содержанием кремния, при температуре 480°C и диапазоне скоростей деформации  $1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ . В сплаве F с 1 %Si несмотря на аналогичную частично нерекристаллизованную структуру перед началом деформации, удлинения около 200%, сплав не проявил признаков сверхпластичности. Деформация сплавов F3 и F4 в диапазоне скоростей  $1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$  проходила равномерно, без образования видимых шеек, таким образом, в процессе деформации конкурируют процессы рекристаллизации и роста зерна. В сплавах F3 и F4, при скоростях деформации выше  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  деформационное разупрочнение является доминирующим, поскольку (согласно данным микроструктурных исследований) рекристаллизация не завершается вплоть до разрушения. При уменьшении скорости деформации, рекристаллизация завершается при меньших деформациях, а далее наблюдается динамический рост зерна, и связанный с ним рост напряжений. Учитывая кривые деформации F1 при температуре 480 °C, можно сделать вывод, что деформационное упрочнение, вызванное ростом зерна, является доминирующим. Уменьшение содержания кремния F3 и F4 привело к более высоким значениям относительного удлинения и снижению напряжения течения, благодаря более мелкозернистой структуре, сформированной при сверхпластической деформации (рис. 55).

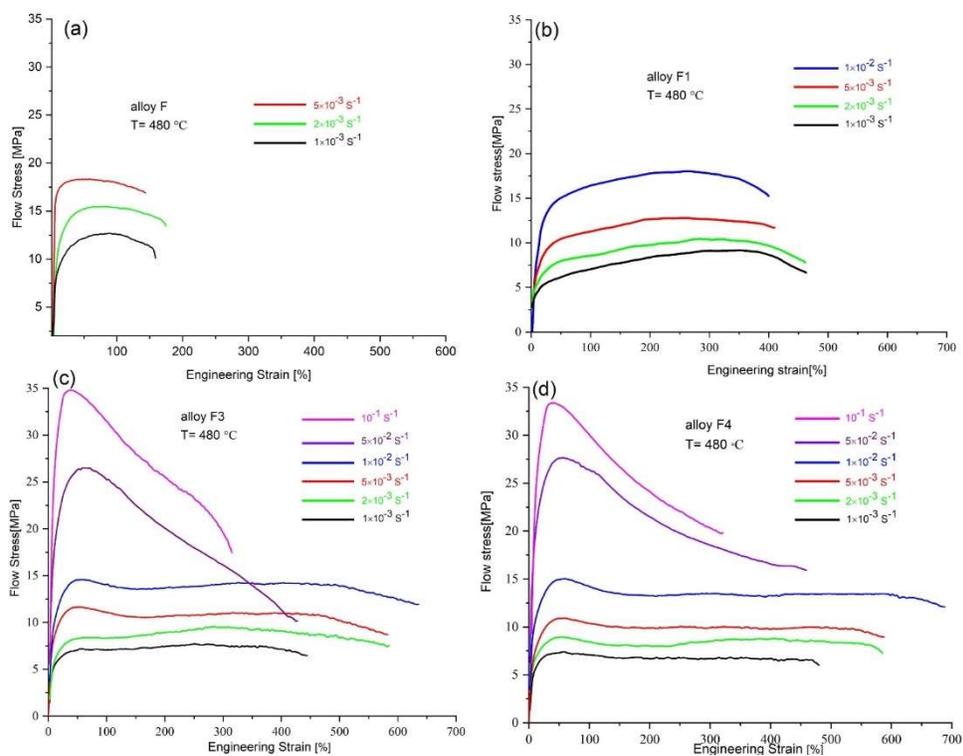


Рис. 54. Зависимости напряжения от степени деформации сплавов F, F1, F3 и F4 с пониженным Si.

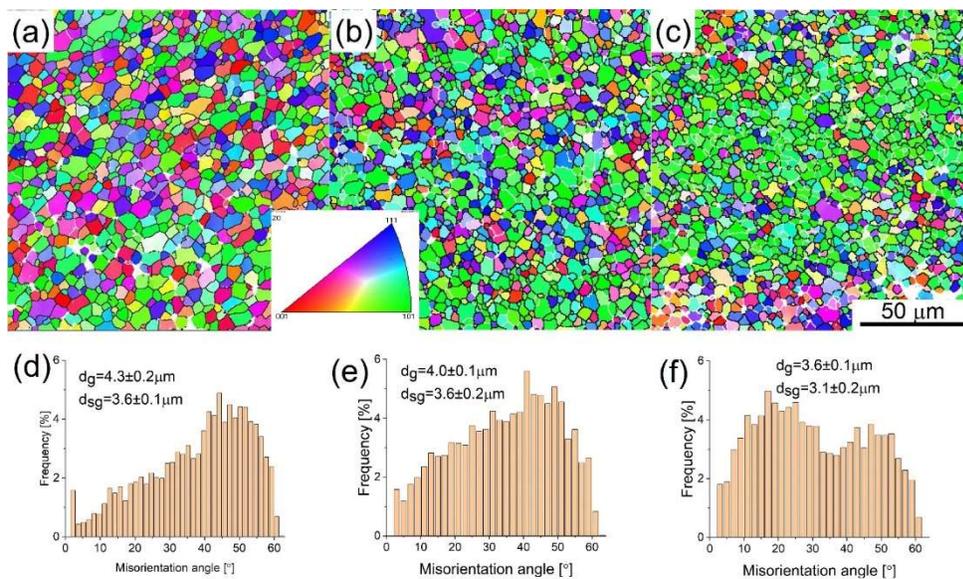


Рис. 55. Анализ EBSD сплавов F1(a), F3(b) и F4(c) после 200% деформации при 480°C и скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ .

Отметим, что размер частиц дисперсоидов после двухступенчатой гомогенизации в сплаве F3 составил  $12 \pm 1$  нм, что не отличается от параметров частиц в сплаве F1. Единственное наблюдаемое

различие в микроструктуре сплавов относилось к более низкой объемной доле эвтектической фазы  $Mg_2Si$  в сплавах F3 и F4 по сравнению с F1. Отметим, что уменьшение кремния приводит к избытку Mg в твердом растворе, который сдерживает рост зерен [190], способствует улучшению показателей сверхпластичности, что может быть реализовано в случае сплавов F3 и F4. Сплавы с более высоким содержанием Mg демонстрируют лучшую стабильность размеров зерен при сверхпластической деформации [191]. Напротив, Si, как элемент с высоким коэффициентом гетеродиффузии в Al при повышенных температурах деформации [72], может ускорить рост зерен и снизить удлинения. Действительно, анализ EBSD сплавов F3 и F4 после сверхпластической деформации при  $480^\circ C$  со скоростью  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  подтверждает, что средний размер рекристаллизованных зерен значительно увеличивается с увеличением содержания Si (рис. 56).

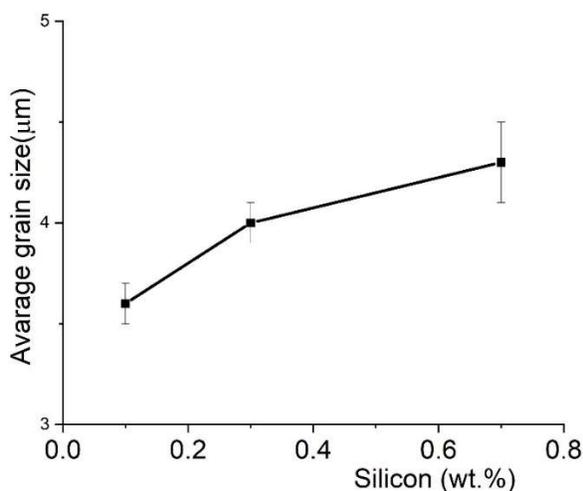


Рисунок 56. Зависимость размера рекристаллизованных зерен от содержания Si в сплавах F1(0.7 мас.% Si), F3(0.3 мас.% Si) и F4(0.1 мас.% Si), после 200% деформации при  $480^\circ C$  и скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Как упоминалось ранее, частицы вторых фаз околомикронных размеров, способствуют стимуляции рекристаллизации (эффект PSN) при последующей сверхпластической деформации, такой эффект способны оказывать частицы  $Mg_2Si$ . В сплавах F3 и F4 практически нет частиц данной фазы, однако, присутствует другая эвтектическая фаза ( $Al_9FeNi$ ), которая играет ту же роль. Малое количество хрупких частиц  $Mg_2Si$  в сплавах F3 и F4 обеспечивает улучшение обрабатываемости давлением при прокатке, кромка листов остается значительно более ровной чем в сплаве F1. Однако, при меньшем количестве кремния в сплаве упрочнение от закалки и старения и прочностные характеристики ожидаемо снизятся.

Таблица 4 – Показатели сверхпластичности исследуемых сплавов

Сплав	Макс. относ. удлинение, %	Температура, °С	Постоянная скорость деформации, с <sup>-1</sup>	Значения $m$ ( $\varepsilon=30\%$ )	Энергия активации $Q$ , КДж/моль	Диапазон скоростей, соответствующий сверхпластичному состоянию (удлинение около 400% и выше), с <sup>-1</sup>
A	250	520	$1 \times 10^{-3}$	0.23	$154 \pm 1$	-
<b>S01 (0.1Sc)</b>	<b>360</b>	<b>460</b>	<b><math>2 \times 10^{-3}</math></b>	<b>0.34</b>	<b><math>121 \pm 3</math></b>	<b><math>(1-2) \times 10^{-3}</math></b>
E2 (0.1Sc)	400	480	$1 \times 10^{-3}$	0.41	$105 \pm 1$	$(1-2) \times 10^{-3}$
N1 (0.1Sc)	370	460	$2 \times 10^{-3}$	0.31	$131 \pm 1$	$(1-2) \times 10^{-3}$
N2 (0.1Sc)	460	460	$2 \times 10^{-3}$	0.33	$112 \pm 1$	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
N3 (0.1Sc)	520	460	$(2-8) \times 10^{-3}$	0.37	$117 \pm 2$	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
<b>S02 (0.2Sc)</b>	<b>420</b>	<b>520</b>	<b><math>1 \times 10^{-3}</math></b>	<b>0.38</b>	<b><math>112 \pm 3</math></b>	<b><math>(1-2) \times 10^{-3}</math></b>
C1 (0.2Sc)	440	520	$2 \times 10^{-3}$	0.35	$123 \pm 3$	$(1-2) \times 10^{-3}$
Y1 (0.2Sc)	470	520	$2 \times 10^{-3}$	0.39	$95 \pm 1$	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
F1 (0.2Sc)	480	520	$1 \times 10^{-3}$	0.38	$111 \pm 1$	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
F2 (0.1Sc)	680	440	$1 \times 10^{-2}$	0.40	$98 \pm 2$	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$
F3 (0.2Sc)	650	480	$1 \times 10^{-2}$	0.39	$97 \pm 3$	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$
F4 (0.2Sc)	700	480	$1 \times 10^{-2}$	0.38	$99 \pm 2$	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$

#### 4.5 Анализ механических свойств сплавов при комнатной температуре

Для сплавов выбранных составов были проведены испытания на растяжение при комнатной температуре образцов, полученных термомеханической обработкой с последующей закалкой и старением. Образцы подвергали закалке и старению по следующим режимам;

- (1) обработка на твердый раствор выдержкой в течение 30 минут при температуре 520°С с последующей закалкой в воде комнатной температуры.
- (2) искусственное старение при температуре 180°С в течение 8 часов.

Применение указанного режима искусственного старения обеспечивает максимальную прочность сплавов на основе Al-Mg-Si-Cu согласно [192]. Полученные средние значения механических характеристик исследуемых сплавов при комнатной температуре представлены в таблице 5.

Таблица 5. Механические свойства выбранных сплавов при комнатной температуре

Сплав	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %
A	308±3	364±6	14±1
<b>S01 (0.1Sc)</b>	<b>350±5</b>	<b>415±5</b>	<b>9±1</b>
F2 (0.1Sc)	340±5	395±5	7±2
E2 (0.1Sc)	336±2	382±9	6±1
N1 (0.1Sc)	345±5	402±5	9±1
N2 (0.1Sc)	308±3	376±4	11±1
N3 (0.1Sc)	294±5	363±4	8±2
<b>S02 (0.2Sc)</b>	<b>370±5</b>	<b>420±2</b>	<b>9±1</b>
Y1 (0.2Sc)	330±3	375±5	10±1
C1 (0.2Sc)	297±2	341±2	9±1
F1 (0.2Sc)	370±4	415±2	6±1
F3 (0.2Sc)	310±3	376±2	9±2
F4 (0.2Sc)	267±2	343±3	12±2

Наиболее высокие характеристики предела текучести при растяжении были обнаружены у сплава F1 с добавками Fe, Ni, 0.2 Sc и 0.2 Zr и сплава сравнения S02, без Fe, Ni. Несколько более низкие значения были получены в сплаве N1 с 0.5% Ni. Следует отметить, что увеличение содержания никеля приводит к снижению характеристик прочности при растяжении. Тот факт, что Cu и Si могут частично растворяться в фазах эвтектического происхождения, а значит доля продуктов старения снижена, может быть причиной снижения прочностных свойств при

растяжении. Например, увеличение объемной доли фазы  $Al_3Ni$  приводит к уменьшению концентрации растворенных атомов  $Cu$  в твердом растворе, что приводит к ослаблению эффекта закалки и старения и твердорастворного упрочнения. Аналогичный эффект, наблюдается в случае добавления  $Y$ ,  $Sc$  и  $Er$ . Медь и кремний образуют сложные фазы с этими элементами, концентрация в твердом растворе после закалки снижается. В результате, эффективность старения снижается. Дополнительное снижение может быть связано с увеличенной долей рекристаллизованных зерен в закаленном состоянии, стимулируемых присутствием твердых частиц  $Al_3Ni$ .

Сплав F2 демонстрирует несколько более низкие значения предела текучести и прочности при растяжении по сравнению со сплавом F1, что наиболее вероятно обусловлено более низкой концентрацией  $Sc$  в сплаве и, соответственно, меньшей долей дисперсоидов  $L1_2$  после термомеханической обработки.

В целом, сплавы с добавками переходных металлов продемонстрировали повышенную прочность по сравнению со сплавом базового состава типа 6013. Эффект добавления дисперсоидообразующих элементов, приводит к увеличению прочности исследуемых сплавов, которое происходит за счет образования наноразмерных дисперсоидов (раздел 3.7). Эти дисперсоиды относятся к типу  $L1_2$  и равномерно распределены в матрице  $\alpha-Al$ . Вклад дисперсоидов фазы  $L1_2$  в предел текучести может быть определен с помощью закона Орована (уравнение 5) [193,194]:

$$\Delta\sigma_{or} = \frac{M \cdot 0.4 \cdot Gb}{\pi\sqrt{(1-\nu)}} \cdot \frac{\ln\left(\frac{2R}{r_0}\right)}{\lambda}, \quad (5)$$

где  $\nu=0.345$  - коэффициент Пуассона для  $Al$ ,  $M \sim 3,0$  - коэффициент Тейлора,  $G = 26$  ГПа - модуль сдвига для алюминия,  $b = 0.286$  нм - вектор Бюргера для алюминия,  $R = \pi \cdot R_s / 16$  - средний радиус дисперсоидов, оцененный по ПЭМ,  $r_0 = 1.5b$ . Расстояние между выделениями, рассчитывается по формуле 6, где  $\varphi$  - объемная доля дисперсоидов.

$$\lambda = R_s \cdot \left( \sqrt{\frac{2\pi}{3\varphi}} - \frac{\pi}{4} \right) \quad (6)$$

Поскольку растворимость  $Zr$  и  $Sc$  в алюминии при исследуемой температуре (350-480°C) незначительна, она не учитывалась при расчете объемной доли, и объемная доля дисперсоидов, содержащих  $Zr$  и  $Sc$ , фазы  $L1_2$  была оценена как 0.0074 для сплавов с 0.2Sc и 0.2 Zr. Принимая во внимание средний размер дисперсоидов фазы  $L1_2$  10 нм и 13 нм, в сплавах F1 и Y1, как было оценено

методом ПЭМ (раздел 3.7), прогнозируемый вклад дисперсоидов в предел текучести составит около 48 МПа и 41 МПа для сплавов F1 и Y1 соответственно. Среднее значение предела текучести для сплава А базового состава (типа 6013) составляло около 308 МПа, в то время как при добавлении дисперсоидообразующих элементов в сплавы F1 и Y1 было достигнуто значение предела текучести около 370 МПа и 330 МПа, что показывает увеличение примерно на 60 и 20 МПа соответственно. При этом, экспериментальный прирост прочности для фазы L1<sub>2</sub> несколько ниже теоретически рассчитанных значений для сплава Y1/F1 в соответствии с уравнением Орована. Во-первых, содержание растворенного Si в сплаве Y1 уменьшилось из-за образования фаз, содержащих Y эвтектического происхождения, поэтому эффект упрочнения выделениями Q и β-фазы был уменьшен. Во-вторых, экспериментальное количество растворенных Sc и Zr и соответствующей фракции фазы L1<sub>2</sub> (φ) может быть ниже теоретического, и, соответственно, рассчитанное  $\Delta\sigma_{ог}$  будет выше реального. Очевидно, что с уменьшением объемной доли дисперсоидов вклад механизма дисперсионного твердения также будет уменьшаться. Например, объемная доля дисперсоидов в сплаве F2 с добавками 0.1 мас.%Sc, объемная доля дисперсоидов уменьшается до 0.0049, и, следовательно, соответствующее увеличение предела текучести составит около 39 МПа, что ниже, чем у сплава F1 с добавками 0.2 мас.% Sc. Между тем, отметим, что комплексное легирование Fe, Ni, Sc и Zr способствует улучшению как сверхпластичности, так и обеспечивает рост прочностных свойств при комнатной температуре.

#### 4.6 Оценка коррозионной стойкости сплавов

Для оценки возможного ухудшения коррозионных свойств новых сплавов из-за добавления дополнительных легирующих элементов, образцы листов после закалки и старения выдерживали в водном растворе хлорида натрия и перекиси водорода в соответствии с ASTM G110.

После завершения испытания поверхность образцов была визуально оценена, и затем образцы были подвергнуты испытанию на растяжение при комнатной температуре (таб. 6). Можно отметить, что в сплавах с добавками Sc и Zr снижение свойств, вызванное агрессивной средой, меньше, чем у сплава А базового состава. В сплавах с добавками Ni, Fe, Sc и Zr потеря прочности составляла около 20-30%, в то время как для сплавов, содержащих Ce и Er, эта величина составляла 5-15%, что свидетельствует об их лучшей коррозионной стойкости. Относительное удлинение снизилось на 20% для сплавов с церием и эрбием и на 50% для остальных сплавов. Поскольку условия обработки были одинаковыми для всех сплавов, можно предположить, что снижение

механических свойств для сплавов F1 – F4 связано с повышенной химической неоднородностью сплавов и ускоренной коррозией из-за присутствия фазы Al<sub>9</sub>FeNi. Более того, поскольку согласно литературе добавки кремния снижают восприимчивость сплавов Al к межкристаллитной коррозии, относительно более высокое снижение свойств сплавов F3 и F4 может быть результатом их низкого содержания кремния. Более рекристаллизованная структура с большей плотностью высокоугловых границ в сплавах с крупными частицами также могла повлиять на ускорение коррозии. Отметим, что потемнение поверхности после вылеживания в агрессивной среде и продукты коррозии выявлены на поверхности всех образцов, кроме сплава с эрбием и церием, поверхность которых практически не потемнела. Таким образом, у наиболее перспективных сплавов F1-F2 коррозионная стойкость близка к сплаву А базового состава.

Таблица 6. Сравнение значений механических свойств выбранных сплавов при комнатной температуре до и после коррозионного испытания.

No	Сплав	Состояние	YS(MPa)	Δ (%)	UTS(MPa)	Δ (%)	El(%)	Δ (%)
1	А	Т6	308±3	-22	364±6	-24	14±1	-50
		Т6+коррозия	239±2		275±6		7±1	
2	S02	Т6	370±5	-19	420±2	-18	9±1	-33
		Т6+коррозия	297±2		343±2		6±2	
3	E2	Т6	336±2	-6	382±9	-5	6±1	-33
		Т6+коррозия	316±2		361±9		4±1	
4	N3	Т6	294±5	-32	363±4	-35	8±2	-
		Т6+коррозия	198±4		234±4		7±2	
5	F1	Т6	370±4	-28	415±2	-31	6±1	-50
		Т6+коррозия	268±3		285±2		3±1	
6	F2	Т6	340±6	-26	395±5	-28	7±2	-43
		Т6+коррозия	252±2		285±2		4±2	
7	F3	Т6	310±3	-28	376±2	-34	9±2	-56
		Т6+коррозия	222±3		248±2		4±1	
8	F4	Т6	279±2	-25	360±3	-30	12±2	-50
		Т6+коррозия	208±2		251±3		6±2	
9	C1	Т6	279±2	-11	341±2	-15	9±1	-22
		Т6+коррозия	250±4		290±5		7±2	

#### Выводы по главе 4

1. Сплав сравнения базового состава (Al-1.2% Mg-0.7% Si – 1.0% Cu) без добавления дисперсоидообразующих элементов имеет крупнозернистую структуру перед началом высокотемпературной деформации при 480-520°C и показывает значения чувствительности напряжения к скорости деформации в диапазоне  $m = 0.19-0.23$  и относительное удлинение до разрушения в исследуемом диапазоне скоростей деформации не выше 250%, что указывает на отсутствие признаков сверхпластичности в сплаве.
2. Малые добавки дисперсоидообразующих элементов Sc и Zr в сплав базового состава сдерживают рекристаллизацию перед началом сверхпластической деформации: отжиг холоднокатанных листов в течении 20-30 минут при 440-520°C приводит к формированию частично рекристаллизованной в сплавах с добавками дисперсоидообразующих элементов (Sc, Zr, Y, Er). Увеличение объемной доли крупных частиц с 1.5 до 10%, формируемых эвтектикообразующими элементами (Fe, Ni, Y), приводит к уменьшению размера зерен в рекристаллизованном объеме.
3. Малые добавки Sc и Zr (сплавы S01 и S02 с 0.1-0.2%Sc и 0.2%Zr), благодаря сдерживающим рост зерен дисперсоидам  $L1_2$  фазы, обеспечивают сверхпластичное состояние с максимальным удлинением до разрушения 360-420%, при значениях  $m$  0.34-0.38 в интервале температур 460-520 °C и скорости деформации  $(1-2) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , что указывает на значительное улучшение показателей по сравнению со сплавом базового состава, при этом, с уменьшением содержания скандия максимум удлинения до разрушения наблюдается при более низких температурах деформации. В сплавах с минимальной объемной долей крупных частиц 1-2% частично нерекристаллизованная структура сохраняется после сверхпластической деформации до разрушения.
4. Дополнительное легирование Y (сплав Y1 с 0.5%Y-0.2%Sc-0.2%Zr), приводит к снижению напряжения течения, увеличению максимальных значений относительного удлинения до 470%, росту средних значений коэффициента скоростной чувствительности  $m$  в исследуемом интервале температур 480-520°C и скоростей деформации  $1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ .
5. Дополнительное легирование Er (сплав E2 с 0.5%Er-0.1%Sc-0.2%Zr) слабо улучшает показатели сверхпластичности сплавов, способствует снижению напряжения течения, обеспечивая максимальное относительное удлинение 400% при значениях постоянной скорости деформации  $(1-2) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  480°C. Введение Ce (сплав C1 с 1.0%Ce-0.2%Sc-0.2%Zr) также слабо улучшает показатели сверхпластичности сплавов, обеспечивая максимальное относительное удлинение 440% при значениях постоянной скорости деформации  $(1-2) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  температуре и 520°C ,

соответственно. Максимальный коэффициент чувствительности напряжения к скорости деформации для сплавов с Er и Ce оставляет 0.41 и 0.35, соответственно, что подтверждает сверхпластичное состояние в исследуемых условиях деформации.

6. Анализ деформационного поведения в диапазоне температур 440-520 °C и скоростей деформации  $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ - $5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  сплавов с никелем в качестве эвтектикообразующего элемента (сплавы N1, N2, N3, с (0.5-4)%Ni-0.1% Sc-0.2% Zr) показывает, что увеличение его содержания с 0.5 до 4% приводит к уменьшению размера зерна формирующегося при сверхпластической деформации, уменьшению напряжения течения при постоянной скорости деформации, росту максимальных значений относительного удлинения с 370% до 520%, значений коэффициента скоростной чувствительности  $m$  с 0.31 до 0.37, и увеличению относительного удлинения с 300 до 500% при повышенной скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ , при этом, увеличение содержания никеля снижает прочностные характеристики сплавов.
7. Наименьший размер зерна и наилучшие показатели сверхпластичности с удлинением 400% и более при скоростях деформации выше  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и  $m \sim 0.4$  выявлены у сплавов легированных Fe и Ni совместно в качестве эвтектикообразующих элементов (сплавы F1 с 1.0% Fe-1.0% Ni-0.2% Sc-0.2% Zr и F2 с 1.0% Fe-1.0% Ni-0.1% Sc-0.2% Zr). В сплаве с 0.2Sc максимальное удлинение до разрушения 450-480% наблюдали при относительно низкой скорости деформации и высокой температуре ( $(1-2) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и 480-520 °C), при уменьшении концентрации Sc до 0.1% максимум удлинения 650-680% наблюдается при относительно низкой температуре 440°C и высокой скорости деформации  $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ , что объяснено повышенной стойкостью к динамической рекристаллизации в сплавах с повышенным содержанием Sc (после 200% деформации при 480 °C в сплаве с 0.1%Sc доля рекристаллизованного объема 88%, а в сплаве с 0.2%Sc только 10%).
8. Показано, что в исследуемых сплавах системы Al-Mg-Si при сверхпластической деформации происходит динамическая рекристаллизация и формируется микрозеренная структура. Увеличение объемной доли частиц  $\text{Al}_3\text{Ni}$  с ~1% до ~9% приводит к уменьшению размера рекристаллизованных зерен с  $9.9 \pm 0.6$  мкм до  $5.9 \pm 0.6$  мкм после 300% сверхпластической деформации при 460°C и постоянной скорости деформации  $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , в то время как в сплаве S01 без никеля частично нерекристаллизованная структура в данных условиях наблюдалась вплоть до разрушения образца.
9. Уменьшение содержания кремния в сплавах системы Al-Mg-Si-Fe-Ni-Sc-Zr с 0.7 до 0.3 масс.% приводит к росту относительного удлинения сплавов при сверхпластической деформации благодаря уменьшению размера зерна формирующегося при динамической рекристаллизации. Данный эффект объяснен совокупным влиянием кремния, как элемента с высоким коэффициентом диффузии на

ускорение роста зерна, а также повышенным содержанием магния в твердом растворе, наоборот, стабилизирующего зеренную структуру.

10. Благодаря формированию наноразмерных дисперсоидов  $L_{12}$  фазы, добавки Sc и Zr повышают предел прочности и предел текучести сплава базового состава типа AA6013 при комнатной температуре. Теоретически рассчитанный согласно уравнению Орована максимальный вклад частиц фазы  $L_{12}$  в предел текучести сплавов с (0.2Sc-0.2Zr) составил ~50 МПа, сплавов с (0.1/0.2 Sc/Zr) ~40 МПа. Присутствие частиц фаз эвтектического происхождения (нерастворимых при обработке на твердый раствор и закалке), содержащих Cu/Si, отрицательно сказывается на прочностных характеристиках при комнатной температуре ввиду снижения концентрации атомов Cu/Si в твердом растворе и уменьшения эффекта старения. Данный эффект наблюдали в сплавах с Ni, Y, Ce и Er, и не наблюдали при легировании Fe и Ni совместно, в результате сплав с Fe и Ni демонстрировал наиболее высокие прочностные свойства.
11. По результатам коррозионных испытаний показано, что снижение прочностных свойств, вызванное агрессивной средой, в сплавах типа 6013 и сплавах сравнения со Sc и Zr составляет (~18-24%). Для сплавов, содержащих Ce и Er, снижение не превысило 5-15% при незначительном потемнении поверхности в результате вылеживания в коррозионно-агрессивной среде, что свидетельствует об их лучшей коррозионной стойкости. Снижение прочностных характеристик в сплавах, содержащих Ni и Fe, составляло ~20-30%, что соизмеримо со сплавом базового состава типа 6013.

## Выводы по работе

В рамках представленного исследования изучено влияние эвтектообразующих и дисперсоидообразующих добавок переходных металлов Ni, Fe, Y, Ce, Er, Sc и Zr на фазовый состав сплавов, параметры частиц вторых фаз, показатели сверхпластичности, зеренную структуру после термомеханической обработки и сверхпластической деформации сплава базового состава Al-1.2%Mg-0.7масс%Si-1.0масс%Cu (типа AA6013/6011) с целью выбора наиболее перспективных композиций сплавов для сверхпластической формовки.

1. Показано, что фазовый состав сплавов после кристаллизации состоит из алюминиевого твердого раствора, вторых фаз  $\text{CuAl}_2$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , (Si), а при содержании 0,7%Si и более при 0,2%Sc кристаллизуется фаза с Sc и Si, предположительно  $\text{AlSi}_2\text{Sc}_2$ . При дополнительном легировании кристаллизуются фазы имеющие эвтектическое происхождение,  $(\text{Al,Cu})_{11}\text{Y}_3$  и  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Y}$ , и, вероятно, четверная фаза (Al,Cu,Y,Si) при 0.5%Y,  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Er}$  при 0.5%Er,  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Ce}$  при 1%Ce,  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , в которой обнаружено растворение меди, при (0.5-4%)Ni и  $\text{Al}_9\text{FeNi}$ , растворение в которой дополнительных элементов не выявлено, при легировании совместно 1%Fe и 1%Ni.
2. Показано, что легирование сплава типа AA6013/6011 совместно Zr и Sc приводит к уменьшению среднего размера зерна в литом состоянии в 6-7 раз, при этом, дополнительное легирование 0,5%Y усиливает модифицирующий эффект, обеспечивая уменьшение размера зерна еще в 4 раза до 25 мкм, что объяснено гетерогенным зарождением на частицах интерметаллидных фаз и способностью малорастворимых в алюминии элементов сегрегировать на фронте кристаллизации, обеспечивая эффект структурного переохлаждения.
3. Для исследуемых сплавов рекомендовано применение двухступенчатого режима отжига слитка 350°C, 8 часов и 480 °C, 3 часа, обеспечивающего распад пересыщенного цирконием и редкоземельными металлами твердого раствора с выделением в теле зерен высокой плотности дисперсоидов  $\text{L}_{12}$  фазы среднего размера 10-13 нм, образованной преимущественно по непрерывному механизму, при этом, анализ кинетики изменения твердости показывает, что распад твердого раствора в исследуемых сплавах не зависит от содержания дополнительных легирующих элементов Fe, Ni, Ce, Er, Y. Высокотемпературная ступень отжига обеспечивает растворение неравновесных фаз  $\text{CuAl}_2$ , (Si), частичное растворение и фрагментацию фазы  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , фрагментацию и сфероидизацию Ni-содержащих фаз и слабо влияет на морфологию частиц Y, Er и Ce содержащих фаз с медью, повышенное содержание меди в фазе  $\text{Al}_3\text{Ni}$  также затрудняет ее фрагментацию и сфероидизацию. После горячей и холодной прокатки частицы фаз кристаллизационного

происхождения равномерно распределены в матрице алюминиевого твердого раствора и имеют средний размер 0.5-2.2 мкм с суммарной объемной долей ~1.5-10% в зависимости от сплава.

4. Показано, что благодаря наличию наноразмерных дисперсидов  $L1_2$  фазы, листы экспериментальных сплавов имели частично нерекристаллизованную структуру перед началом сверхпластической деформации до температуры 520 °С, а во время деформации происходила динамическая рекристаллизация, способствующая формированию микрозеренной структуры с размером зерна 3-10 мкм. С увеличением объёмной доли микронных частиц фаз кристаллизационного происхождения в результате действия механизма стимулирования рекристаллизации крупными частицами происходило уменьшение размера рекристаллизованного зерна, формирующегося перед началом и в процессе сверхпластической деформации и, как следствие, наблюдали уменьшение напряжения, увеличение относительного удлинения и рост скоростей деформации при которых проявляется сверхпластичность до  $(1-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . При этом, уменьшение содержания Sc в исследуемых сплавах с 0.2 до 0.1% увеличивает значения относительного удлинения и смещает максимальные значения удлинения в сторону более низких температур и повышенных скоростей сверхпластической деформации.
5. Установлено, что легирование сплава Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc дополнительно 0.5%Y или (0.5-4)%Ni, обеспечивает состояние сверхпластичности с удлинением более 400% при скорости деформации выше  $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , однако, как и введение 1%Ce или 0.5%Er, приводит к образованию нерастворимых при нагреве под закалку содержащих Cu и/или Si фаз кристаллизационного происхождения и, как следствие, существенному снижению эффекта от старения и уменьшению прочностных характеристик сплавов при комнатной температуре. Наиболее эффективно легирование сплавов системы Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc совместно 1%Fe и 1%Ni в качестве эвектикообразующих элементов, обеспечивающее относительное удлинение более 400% при скоростях деформации  $(1-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$
6. Предложен сплав Al-1.2Mg-0.7Si-1Cu-1Fe-1Ni-(0.1-0.2)Sc-0.2Zr (масс.%), который демонстрирует сверхпластичность при скоростях деформации  $(1-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  с удлинением до 680%, предел текучести 340-370 МПа и предел прочности 395-415 МПа, относительное удлинение 6-7% при комнатной температуре, при этом, снижение прочностных характеристик в результате вылеживания в коррозионно-агрессивной среде составляет ~25-30% и соизмеримо со сплавом базового состава типа AA6013/6011. Совокупность показателей сверхпластичности и механических свойств при комнатной температуре делает данный сплав наиболее перспективным среди исследованных сплавов для сверхпластической формовки при повышенных скоростях деформации.

## Список литературы

- [1] W.. Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A.. Wittebrood, P. De Smet, A. Haszler, A. Vieregge, Recent development in aluminium alloys for the automotive industry, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 37–49. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00653-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00653-X).
- [2] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, W.. Miller, Recent development in aluminium alloys for aerospace applications, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 102–107. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00674-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00674-7).
- [3] D.. Chakrabarti, D.E. Laughlin, Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions, *Prog. Mater. Sci.* 49 (2004) 389–410. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(03\)00031-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(03)00031-8).
- [4] W. Yang, M. Wang, R. Zhang, Q. Zhang, X. Sheng, The diffraction patterns from  $\beta''$  precipitates in 12 orientations in Al–Mg–Si alloy, *Scr. Mater.* 62 (2010) 705–708. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.01.039>.
- [5] X. Dong, S. Ji, Si poisoning and promotion on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg cast alloys, *J. Mater. Sci.* 53 (2018) 7778–7792. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2022-0>.
- [6] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen, The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al–Mg–Si alloys, *Acta Mater.* 55 (2007) 3815–3823. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.032>.
- [7] D.J. Chakrabarti, Y. Peng, D.E. Laughlin, Precipitation in Al-Mg-Si Alloys with Cu Additions and the Role of the Q' and Related Phases, *Mater. Sci. Forum.* 396–402 (2002) 857–862. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.857>.
- [8] W.F. Miao, D.E. Laughlin, Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminum alloy 6022, *Metall. Mater. Trans. A.* 31 (2000) 361–371. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0272-2>.
- [9] T.E.M. Staab, R. Krause-Rehberg, U. Hornauer, E. Zschech, Study of artificial aging in AlMgSi (6061) and AlMgSiCu (6013) alloys by Positron Annihilation, *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 1059–1066. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-3640-x>.
- [10] G.E. Totten, M. Tiryakioğlu, O. Kessler, eds., *Encyclopedia of Aluminum and Its Alloys*, CRC Press, 2018. <https://doi.org/10.1201/9781351045636>.
- [11] D.V. Hosseinifar, M.; Malakhov, The sequence of intermetallics formation during the solidification of an Al-Mg-Si alloy containing La., *Met. Mater. Trans.* 42A (2011) 825–833.
- [12] L. Li, Y.J.; Arnberg, Solidification structures and phase selection of iron-bearing eutectic particles in a DC-cast AA5182 alloy., *Acta Mater.* 52 (2004) 2673–2681.
- [13] G. Mrówka-Nowotnik, Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys., *Arch. Mater. Sci. Eng.* 46 (2010) 98–107.
- [14] M. Cabibbo, Al-Mg-Si: Microstructural Analysis, in: *Encycl. Alum. Its Alloy.*, CRC Press, Boca Raton, 2019. <https://doi.org/10.1201/9781351045636-140000236>.
- [15] *Casting Aluminum Alloys*, Elsevier, 2007. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-045370-5.X5001-9>.
- [16] *Www.totalmateria.com*, AlMgSi Alloys, *Total Mater.* (2014). <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&NM=348>.
- [17] N.A. Belov, D.G. Eskin, N.N. Avxentieva, Constituent phase diagrams of the Al–Cu–Fe–Mg–Ni–Si system and their application to the analysis of aluminium piston alloys, *Acta Mater.* 53 (2005) 4709–4722. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.07.003>.
- [18] D.G. Belov, N.A. Aksenov, A.A.; Eskin, *Iron in Aluminium Alloys Impurity and Alloying Element Advances in Metallic Alloys*, Taylor and Francis, New Yourk, 2002.
- [19] S. Ji, W. Yang, F. Gao, D. Watson, Z. Fan, Effect of iron on the microstructure and mechanical property of Al–Mg–Si–Mn and Al–Mg–Si diecast alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 564 (2013) 130–139. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.095>.
- [20] A.A. Kishchik, A.V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, O.V. Rofman, V.K. Portnoy, Al-Mg-Fe-Ni

- based alloy for high strain rate superplastic forming, *Mater. Sci. Eng. A.* 718 (2018) 190–197. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.099>.
- [21] A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, A.A. Borisov, O.A. Yakovtseva, V.K. Portnoy, High-strain-rate superplasticity of the Al–Zn–Mg–Cu alloys with Fe and Ni additions, *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 913–921. <https://doi.org/10.1134/S0031918X1709006X>.
- [22] P. Mukhopadhyay, Alloy Designation, Processing, and Use of AA6XXX Series Aluminium Alloys, *ISRN Metall.* 2012 (2012) 1–15. <https://doi.org/10.5402/2012/165082>.
- [23] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T. Langdon, Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al–Mg alloys, *Acta Mater.* 50 (2002) 553–564. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00368-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00368-8).
- [24] X. Huang, Q. Pan, B. Li, Z. Liu, Z. Huang, Z. Yin, Effect of minor Sc on microstructure and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Zr alloy metal–inert gas welds, *J. Alloys Compd.* 629 (2015) 197–207. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.11.227>.
- [25] A.K. Mukhopadhyay, A. Kumar, S. Raveendra, I. Samajdar, Development of grain structure during superplastic deformation of an Al–Zn–Mg–Cu–Zr alloy containing Sc, *Scr. Mater.* 64 (2011) 386–389. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.10.038>.
- [26] K.E. Knipling, D.N. Seidman, D.C. Dunand, Ambient- and high-temperature mechanical properties of isochronally aged Al–0.06Sc, Al–0.06Zr and Al–0.06Sc–0.06Zr (at.%) alloys, *Acta Mater.* 59 (2011) 943–954. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.017>.
- [27] Q. XIAO, J. HUANG, Y. JIANG, F. JIANG, Y. WU, G. XU, Effects of minor Sc and Zr additions on mechanical properties and microstructure evolution of Al–Zn–Mg–Cu alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 30 (2020) 1429–1438. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(20\)65308-0](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(20)65308-0).
- [28] R. LUMLEY, A. MORTON, I. POLMEAR, Nanoengineering of metallic materials, in: *Nanostructure Control Mater.*, Elsevier, 2006: pp. 219–250. <https://doi.org/10.1533/9781845691189.219>.
- [29] T.M. Company, 6013 ALUMINUM SHEET, TW Met. Web Page. (2022). <https://www.twmetals.com/products/coil-and-sheet/aluminum-alloys-sheet/6013.html>.
- [30] R.S. Kaneko, L. Bakow, E.W. Lee, Aluminum alloy 6013 sheet for new U.S. Navy aircraft, *JOM.* 42 (1990) 16–18. <https://doi.org/10.1007/BF03220941>.
- [31] S.N. Md Yahaya, I.I. Azmi, N. Chuan Huat, C. Fung Lai, M.Y. Hashim, A. Adam, R. Baehr, K.H. Grote, An Overview on Forming Process and Heat Treatments For Heat Treatable Aluminium Alloy, *J. Adv. Res. Fluid Mech. Therm. Sci.* 70 (2020) 112–124. <https://doi.org/10.37934/arfmts.70.1.112124>.
- [32] D. Özyürek, T. Tunçay, H. Kaya, The Effects of T5 and T6 Heat Treatments on Wear Behaviour of AA6063 Alloy, *High Temp. Mater. Process.* 33 (2014) 231–237. <https://doi.org/10.1515/htmp-2013-0060>.
- [33] H. ZHONG, P. ROMETSCH, Y. ESTRIN, Effect of alloy composition and heat treatment on mechanical performance of 6xxx aluminum alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 24 (2014) 2174–2178. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63329-X](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63329-X).
- [34] A. Ludwig, T. Holzmann, Automatic optimization of localized heat treatment for Al–Si–Mg alloys, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 119 (2016) 012026. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/119/1/012026>.
- [35] M. Zamin, The Role of Mn in the Corrosion Behavior of Al–Mn Alloys, *CORROSION.* 37 (1981) 627–632. <https://doi.org/10.5006/1.3577549>.
- [36] Y. Oya, Y. Kojima, N. Hara, Influence of Silicon on Intergranular Corrosion for Aluminum Alloys, *Mater. Trans.* 54 (2013) 1200–1208. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2013048>.
- [37] M. KAIFU, H. FUJIMOTO, M. TAKEMOTO, Influence of Mn contents and heat treatments on intergranular corrosion of Al–Mn alloys, *J. Japan Inst. Light Met.* 32 (1982) 135–142.

- <https://doi.org/10.2464/jilm.32.135>.
- [38] K. TOHMA, Y. SUGAI, Y. TAKEUCHI, Electrochemical estimation of intergranular corrosion susceptibility on aluminum alloys, *J. Japan Inst. Light Met.* 31 (1981) 157–163. <https://doi.org/10.2464/jilm.31.157>.
- [39] K. TOHMA, Estimation of intergranular corrosion susceptibility of aluminum alloys by anodic dissolution in chloride solutions, *J. Japan Inst. Light Met.* 34 (1984) 351–360. <https://doi.org/10.2464/jilm.34.351>.
- [40] M.H. Larsen, J.C. Walmsley, O. Lunder, K. Nisancioglu, Effect of Excess Silicon and Small Copper Content on Intergranular Corrosion of 6000-Series Aluminum Alloys, *J. Electrochem. Soc.* 157 (2010) C61. <https://doi.org/10.1149/1.3261804>.
- [41] K. YAMAGUCHI, K. TOHMA, The effect of Cu content on susceptibility to intergranular corrosion of Al-Mg-Si alloy., *J. Japan Inst. Light Met.* 47 (1997) 285–291. <https://doi.org/10.2464/jilm.47.285>.
- [42] S. Iwao, M. Asano, Effect of additional Cu and Mg in Al-Mn-Si alloy on intergranular corrosion susceptibility after heating at 200°C, *J. Japan Inst. Light Met.* 59 (2009) 108–113. <https://doi.org/10.2464/jilm.59.108>.
- [43] A.G. Mochugovskiy, A.V. Mikhaylovskaya, Comparison of precipitation kinetics and mechanical properties in Zr and Sc-bearing aluminum-based alloys, *Mater. Lett.* 275 (2020) 128096. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128096>.
- [44] Y.-C. Tzeng, C.-Y. Chung, H.-C. Chien, Effects of trace amounts of Zr and Sc on the recrystallization behavior and mechanical properties of Al-4.5Zn-1.6Mg alloys, *Mater. Lett.* 228 (2018) 270–272. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.06.026>.
- [45] D.N. Seidman, E.A. Marquis, D.C. Dunand, Precipitation strengthening at ambient and elevated temperatures of heat-treatable Al(Sc) alloys, *Acta Mater.* 50 (2002) 4021–4035. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00201-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00201-X).
- [46] K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Precipitation evolution in Al-Zr and Al-Zr-Ti alloys during isothermal aging at 375–425°C, *Acta Mater.* 56 (2008) 114–127. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.09.004>.
- [47] Y.. Filatov, V.. Yelagin, V.. Zakharov, New Al-Mg-Sc alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 97–101. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00673-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00673-5).
- [48] S.H. Mousavi Anijdan, D. Kang, N. Singh, M. Gallerneault, Precipitation behavior of strip cast Al-Mg-0.4Sc-0.15Zr alloy under single and multiple-stage aging processes, *Mater. Sci. Eng. A.* 640 (2015) 275–279. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.006>.
- [49] C.B. Fuller, D.N. Seidman, D.C. Dunand, Mechanical properties of Al(Sc,Zr) alloys at ambient and elevated temperatures, *Acta Mater.* 51 (2003) 4803–4814. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00320-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00320-3).
- [50] C. FULLER, J. MURRAY, D. SEIDMAN, Temporal evolution of the nanostructure of Al(Sc,Zr) alloys: Part I – Chemical compositions of Al(ScZr) precipitates, *Acta Mater.* 53 (2005) 5401–5413. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.08.016>.
- [51] N.A. Belov, A.N. Alabin, D.G. Eskin, V. V. Istomin-Kastrovskii, Optimization of hardening of Al-Zr-Sc cast alloys, *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 5890–5899. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0265-7>.
- [52] A. Tolley, V. Radmilovic, U. Dahmen, Segregation in Al<sub>3</sub>(Sc,Zr) precipitates in Al-Sc-Zr alloys, *Scr. Mater.* 52 (2005) 621–625. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.11.021>.
- [53] G. Du, J. Deng, Y. Wang, D. Yan, L. Rong, Precipitation of (Al,Si)<sub>3</sub>Sc in an Al-Sc-Si alloy, *Scr. Mater.* 61 (2009) 532–535. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.05.014>.
- [54] A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, V.S. Levchenko, N.Y. Tabachkova, W. Mufalo, V.K. Portnoy, Precipitation behavior of L12 Al<sub>3</sub>Zr phase in Al-Mg-Zr alloy, *Mater. Charact.* 139 (2018) 30–37. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.02.030>.

- [55] Z. Guo, G. Zhao, X.-G. Chen, Effects of two-step homogenization on precipitation behavior of Al<sub>3</sub>Zr dispersoids and recrystallization resistance in 7150 aluminum alloy, *Mater. Charact.* 102 (2015) 122–130. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.02.016>.
- [56] A.V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, A.V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity, *J. Alloys Compd.* 599 (2014) 139–144. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.061>.
- [57] N.A. Belov, A.N. Alabin, D.G. Eskin, Improving the properties of cold-rolled Al–6%Ni sheets by alloying and heat treatment, *Scr. Mater.* 50 (2004) 89–94. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.09.033>.
- [58] J.E. E. Hatch, *Aluminium. Properties and Physical Metallurgy*, ASM International:Materials Park, OH, 1984.
- [59] J.R. Davis, *Aluminium and Aluminium Alloys*, ASM Specialty Handbook;, ASM International:Materials Park, OH, 1998.
- [60] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys, *Acta Mater.* 46 (1998) 3893–3904. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00059-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00059-7).
- [61] Y. Wang, R. Guan, D. Hou, Y. Zhang, W. Jiang, H. Liu, The effects of eutectic silicon on grain refinement in an Al–Si alloy processed by accumulative continuous extrusion forming, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 1137–1148. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0409-3>.
- [62] X. Dong, Y. Zhang, S. Ji, Enhancement of mechanical properties in high silicon gravity cast AlSi9Mg alloy refined by Al<sub>3</sub>Ti<sub>3</sub>B master alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 700 (2017) 291–300. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.005>.
- [63] E. Samuel, B. Golbahar, A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, Effect of grain refiner on the tensile and impact properties of Al–Si–Mg cast alloys, *Mater. Des.* 56 (2014) 468–479. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.058>.
- [64] P. Li, S. Liu, L. Zhang, X. Liu, Grain refinement of A356 alloy by Al–Ti–B–C master alloy and its effect on mechanical properties, *Mater. Des.* 47 (2013) 522–528. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.12.033>.
- [65] M.T.P.-P. Michael E Kassner, *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, Third Edit, Elsevier, 2015. <https://doi.org/10.1016/C2012-0-06071-1>.
- [66] A.K.G. C.H. Hamilton, *ASM Handbook. Vol.14, in: Form. Forg.*, 1998: p. Superplastic Sheet Forming.
- [67] S.G.C. K. A Padmanabhan, S Balasivanandha Prabu, R. R Mulyukov, Ayrat Nazarov, R. M Imayev, *Superplasticity Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon*, 1st ed., SpringerLink (Online service), 2018. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0>.
- [68] R.C. F. A BU -F ARHA, *Superplastic forming of advanced metallic materials*, 1st editio, Woodhead Publishing Limited, 2011.
- [69] A. CHOKSHI, A. MUKHERJEE, T. LANGDON, Superplasticity in advanced materials, *Mater. Sci. Eng. R Reports.* 10 (1993) 237–274. [https://doi.org/10.1016/0927-796X\(93\)90009-R](https://doi.org/10.1016/0927-796X(93)90009-R).
- [70] F. U. Enikeev, Strain-Rate Sensitivity Index m: Definition, Determination, Narrowness, *Mater. Sci. Forum.* 243–245 (1997) 77–82. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.243-245.77>.
- [71] F.U.E.& M.I.M. R. A. Vasin, Method to determine the strain-rate sensitivity of a superplastic material from the initial slopes of its stress–strain curves, *J. Mater. Sci.* Vol. 33 (1998) 1099–1103. <https://doi.org/https://doi.org/10.1023/A:1004348919985>.
- [72] E.A.B. and G.B. Brook, ed., *Smithells Metals Reference Book*, Butterworth-Heinemann, Copyright © 1992 Elsevier Ltd. All rights reserved., 1992. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/C2009-0-25363-3>.
- [73] in N.E.P. and C.H.H. T.G. Langdon, *Superplastic Forming of StructuralAlloys*, Metall. Soc. AIME. (1982) 27.

- [74] X. Wang, Q. Li, R. Wu, X. Zhang, L. Ma, A Review on Superplastic Formation Behavior of Al Alloys, *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2018 (2018) 1–17. <https://doi.org/10.1155/2018/7606140>.
- [75] A.H. Chokshi, T.G. Langdon, Cavitation and fracture in the superplastic Al-33% Cu eutectic alloy, *J. Mater. Sci.* 24 (1989) 143–153. <https://doi.org/10.1007/BF00660946>.
- [76] F.A. Mohamed, T.G. Langdon, Flow localization and neck formation in a superplastic metal, *Acta Metall.* 29 (1981) 911–920. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90133-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90133-4).
- [77] G. Giuliano, *Superplastic Forming of Advanced Metallic Materials*, Woodhead Publishing: Cambridge, UK, 2011.
- [78] A.H. and P. R, Post-forming cavity closure in Supral 150 by hot isostatic pressing, in: *Proc. Int. Conf. Superplast. Aerospace-Aluminium*, 1985: pp. 146 – 159.
- [79] B.J. and S.M. Varloteaux A, Control of cavitation during superplastic forming of high strength aluminium alloys, *Mater. Sci. Technol.* 5 (1989) 1109 – 1117.
- [80] L.X. Conrad H , Cao W, Effect of electric field on cavitation in superplastic aluminium alloy, *Mater. Sci. Eng. A138* (n.d.) 247 – 258.
- [81] G.A. and R.R. Bampton C , Mahoney M , Hamilton C, Control of superplastic cavitation by hydrostatic pressure, *Metall. Trans.* 14A (n.d.) 1583 – 1591.
- [82] A.V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, M.N. Sitkina, A.D. Kotov, A.V. Irzhak, S.V. Krymskiy, V.K. Portnoy, Comparison between superplastic deformation mechanisms at primary and steady stages of the fine grain AA7475 aluminium alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 718 (2018) 277–286. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.102>.
- [83] T.G. Langdon, Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades, *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 597–609. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-6476-0>.
- [84] O.A. Ruano, O.D. Sherby, On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms, *Rev. Phys. Appliquée.* 23 (1988) 625–637. <https://doi.org/10.1051/rphysap:01988002304062500>.
- [85] M.E. Kassner, M.-T. Pérez-Prado, Five-Power-Law Creep, in: *Fundam. Creep Met. Alloy.*, Elsevier, 2004: pp. 13–88. <https://doi.org/10.1016/B978-008043637-1/50003-X>.
- [86] B. Baudelet, J. Lian, A composite model for superplasticity, *J. Mater. Sci.* 30 (1995) 1977–1981. <https://doi.org/10.1007/BF00353021>.
- [87] H. Tan, P. Gao, J. Lian, MICROSTRUCTURAL MODELING AND NUMERICAL ANALYSIS FOR THE SUPERPLASTIC FORMING PROCESS, *Mater. Manuf. Process.* 16 (2001) 331–340. <https://doi.org/10.1081/AMP-100107378>.
- [88] L. Bhatta, A. Pesin, A.P. Zhilyaev, P. Tandon, C. Kong, H. Yu, Recent Development of Superplasticity in Aluminum Alloys: A Review, *Metals (Basel)*. 10 (2020) 77. <https://doi.org/10.3390/met10010077>.
- [89] M.. Ashby, R.. Verrall, Diffusion-accommodated flow and superplasticity, *Acta Metall.* 21 (1973) 149–163. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(73\)90057-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90057-6).
- [90] A. Ball, Superplasticity in the aluminium-zinc eutectoid—an early model revisited, *Mater. Sci. Eng. A.* 234–236 (1997) 365–369. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00157-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00157-3).
- [91] A.K. Mukherjee, The rate controlling mechanism in superplasticity, *Mater. Sci. Eng.* 8 (1971) 83–89. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(71\)90085-1](https://doi.org/10.1016/0025-5416(71)90085-1).
- [92] R.C. Gifkins, Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity, *Metall. Trans. A.* 7 (1976) 1225–1232. <https://doi.org/10.1007/BF02656607>.
- [93] M.G. Zelin, Processes of microstructural evolution during superplastic deformation, *Mater. Charact.* 37 (1996) 311–329. [https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(96\)00127-1](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(96)00127-1).
- [94] Z.Q. Zhang, N.; Wang, Y.Q.; Hou, H.L.; Zhang, Y.L.; Dong, X.M.; Li, Superplastic Deformation Behavior of 7B04 Al Alloy, *J. Mater. Eng.* 45 (2017) 27–33.
- [95] A. Alhamidi, Z. Horita, Grain refinement and high strain rate superplasticity in aluminium 2024

- alloy processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A.* 622 (2015) 139–145.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.009>.
- [96] L. Ye, X. Zhang, D. Zheng, S. Liu, J. Tang, Superplastic behavior of an Al–Mg–Li alloy, *J. Alloys Compd.* 487 (2009) 109–115. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.07.148>.
- [97] M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami, Low Temperature Superplasticity and Its Deformation Mechanism in Grain Refinement of Al-Mg Alloy by Multi-Axial Alternative Forging, *Mater. Trans.* 44 (2003) 2288–2297. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.2288>.
- [98] S. Ota, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T. Langdon, Low-Temperature Superplasticity in Aluminum Alloys Processed by Equal-Channel Angular Pressing, *Mater. Trans.* 43 (2002) 2364–2369. <https://doi.org/10.2320/matertrans.43.2364>.
- [99] G. Xu, X. Cao, T. Zhang, Y. Duan, X. Peng, Y. Deng, Z. Yin, Achieving high strain rate superplasticity of an Al-Mg-Sc-Zr alloy by a new asymmetrical rolling technology, *Mater. Sci. Eng. A.* 672 (2016) 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.06.070>.
- [100] I. Charit, R.S. Mishra, Evaluation of microstructure and superplasticity in friction stir processed 5083 Al alloy, *J. Mater. Res.* 19 (2004) 3329–3342. <https://doi.org/10.1557/JMR.2004.0429>.
- [101] A. Orozco-Caballero, M. Álvarez-Leal, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, Grain size versus microstructural stability in the high strain rate superplastic response of a severely friction stir processed Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 680 (2017) 329–337. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.113>.
- [102] J.A. del Valle, O.A. Ruano, Influence of grain size fluctuations on ductility of superplastic magnesium alloys processed by severe plastic deformation, *Mater. Sci. Technol.* 24 (2008) 1238–1244. <https://doi.org/10.1179/174328407X213215>.
- [103] H. Asgharzadeh, H.J. McQueen, Grain growth and stabilisation of nanostructured aluminium at high temperatures: review, *Mater. Sci. Technol.* 31 (2015) 1016–1034. <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000706>.
- [104] R.S.M. Indrajit Charit, *Materials Processing Handbook*, CRC Press, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420004823>.
- [105] H. Tan, M.J.; Liew, K.M.; Tan, Cavitation and grain growth during superplastic forming., *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 24 (2007) 307–314.
- [106] O.D. Sherby, R.D. Caligiuri, E.S. Kayali, R.A. White, *Fundamentals of Superplasticity and Its Application*, in: *Adv. Met. Process.*, Springer US, Boston, MA, 1981: pp. 133–171. [https://doi.org/10.1007/978-1-4615-8300-4\\_7](https://doi.org/10.1007/978-1-4615-8300-4_7).
- [107] T.R. McNelley, K. Oh-Ishi, A.P. Zhilyaev, S. Swaminathan, P.E. Krajewski, E.M. Taleff, Characteristics of the Transition from Grain-Boundary Sliding to Solute Drag Creep in Superplastic AA5083, *Metall. Mater. Trans. A.* 39 (2008) 50–64. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9401-5>.
- [108] H. Masuda, T. Kanazawa, H. Tobe, E. Sato, Dynamic anisotropic grain growth during superplasticity in Al–Mg–Mn alloy, *Scr. Mater.* 149 (2018) 84–87. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.02.021>.
- [109] K.M. Liew, M.J. Tan, H. Tan, Analysis of Grain Growth during Superplastic Deformation, *Mech. Adv. Mater. Struct.* 14 (2007) 541–547. <https://doi.org/10.1080/15376490701586023>.
- [110] R.J.H.W.A.G.F.J.A. VAN GESTEL, *THERMOMECHANICAL TREATMENT OF ALUMINIUM ALLOYS*, 1978. [https://www.researchgate.net/publication/279564073\\_THERMOMECHANICAL\\_TREATMENT\\_OF\\_ALUMINIUM\\_ALLOYS?enrichId=rgreq-b7d4db50facd41018683dbd1c59844fe-XXX&enrichSource=Y292ZXJQYWdlOzI3OTU2NDA3MztBUzozNjI2ODE5MzM1NDk1NjhAMTQ2MzQ4MTUxOTMyOA%3D%3D&el=1\\_x\\_2&\\_esc=p](https://www.researchgate.net/publication/279564073_THERMOMECHANICAL_TREATMENT_OF_ALUMINIUM_ALLOYS?enrichId=rgreq-b7d4db50facd41018683dbd1c59844fe-XXX&enrichSource=Y292ZXJQYWdlOzI3OTU2NDA3MztBUzozNjI2ODE5MzM1NDk1NjhAMTQ2MzQ4MTUxOTMyOA%3D%3D&el=1_x_2&_esc=p).
- [111] M. Li, Q. Pan, Y. Shi, X. Sun, H. Xiang, High strain rate superplasticity in an Al–Mg–Sc–Zr alloy processed via simple rolling, *Mater. Sci. Eng. A.* 687 (2017) 298–305.

- <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.091>.
- [112] A. Loucif, Y. Huang, A.L. Helbert, T. Baudin, S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon, Microtextural Changes and Superplasticity in an Al-7075 Alloy Processed by High-Pressure Torsion, *Mater. Sci. Forum.* 838–839 (2016) 445–450. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.838-839.445>.
- [113] E. V. Bobruk, Z.A. Safargalina, O. V. Golubev, D. Baykov, V.U. Kazykhanov, The effect of ultrafine-grained states on superplastic behavior of Al-Mg-Si alloy, *Mater. Lett.* 255 (2019) 126503. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126503>.
- [114] H.R. Jafarian, S.H. Mousavi Anijdan, H. Miyamoto, Observation of low temperature superplasticity in an ultrafine grained AA6063 alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 795 (2020) 140015. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140015>.
- [115] Y.M. and R.H. M. Otsuka, Superplasticity in AL-Mg-Si Monovariant eutectic alloys, *Scr. Metall.* 8 (1974) 1405–1048.
- [116] J. Y.H. Chung, L.P. Troeger, E.A. Starke, Grain refining and superplastic forming of aluminum alloy 6013, in: *Proc. Fourth Int. Conf. Alum. Alloy. I*, 1994: pp. 434–442.
- [117] L.P. Troeger, E.A. Starke, Microstructural and mechanical characterization of a superplastic 6xxx aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 277 (2000) 102–113. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00543-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00543-2).
- [118] L.P. Troeger, E.A. Starke, Particle-stimulated nucleation of recrystallization for grain-size control and superplasticity in an Al–Mg–Si–Cu alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 293 (2000) 19–29. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01235-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01235-1).
- [119] E. Kovacs-Csetenyi, T. Torma, T. Turmezey, N.Q. Chinh, A. Juhasz, I. Kovacs, Superplasticity of AlMgSi alloys, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 6141–6145. <https://doi.org/10.1007/BF01133763>.
- [120] J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, Grain refinement in 7075 aluminum by thermomechanical processing, *Metall. Trans. A.* 12 (1981) 1267–1276. <https://doi.org/10.1007/BF02642340>.
- [121] F.J. Humphreys, The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium, *Acta Metall.* 25 (1977) 1323–1344. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(77\)90109-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90109-2).
- [122] I. Gutierrez-Urrutia, M.A. Muñoz-Morris, D.G. Morris, Contribution of microstructural parameters to strengthening in an ultrafine-grained Al–7% Si alloy processed by severe deformation, *Acta Mater.* 55 (2007) 1319–1330. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.037>.
- [123] K.L. Kendig, D.B. Miracle, Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy, *Acta Mater.* 50 (2002) 4165–4175. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00258-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00258-6).
- [124] X. Sauvage, G. Wilde, S.V. Divinski, Z. Horita, R.Z. Valiev, Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena, *Mater. Sci. Eng. A.* 540 (2012) 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.080>.
- [125] S. Pan, X. Chen, X. Zhou, Z. Wang, K. Chen, Y. Cao, F. Lu, S. Li, Micro-alloying effect of Er and Zr on microstructural evolution and yield strength of Al-3Cu (wt.%) binary alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 790 (2020) 139391. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139391>.
- [126] D.N.S. K.E. Knipling, D.C. Dunand, Criteria for developing castable, creep-resistant aluminum-based alloys - a review, *Int. J. Mater. Res.* 97 (2006) 246–265., *Int. J. Mater. Res.* 3 (2006) 246–265.
- [127] R.A. Karnesky, M.E. van Dalen, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Effects of substituting rare-earth elements for scandium in a precipitation-strengthened Al–0.08at. %Sc alloy, *Scr. Mater.* 55 (2006) 437–440. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.021>.
- [128] T. Dorin, M. Ramajayam, J. Lamb, T. Langan, Effect of Sc and Zr additions on the microstructure/strength of Al-Cu binary alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 707 (2017) 58–64. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.09.032>.
- [129] M. Eddahbi, O.A. Ruano, Deformation behaviour of an Al-6%Cu-0.4%Zr superplastic alloy

- containing a gradient of texture, *J. Alloys Compd.* 403 (2005) 176–185.  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.05.015>.
- [130] E. Clouet, Excess solvent in precipitates, *Nat. Mater.* 17 (2018) 1060–1061.  
<https://doi.org/10.1038/s41563-018-0224-0>.
- [131] H. Li, J. Bin, J. Liu, Z. Gao, X. Lu, Precipitation evolution and coarsening resistance at 400°C of Al microalloyed with Zr and Er, *Scr. Mater.* 67 (2012) 73–76.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.03.026>.
- [132] A.V. Pozdniakov, R.Y. Barkov, A.S. Prosviryakov, A.Y. Churyumov, I.S. Golovin, V.S. Zolotarevskiy, Effect of Zr on the microstructure, recrystallization behavior, mechanical properties and electrical conductivity of the novel Al-Er-Y alloy, *J. Alloys Compd.* 765 (2018) 1–6.  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.163>.
- [133] S.P. Wen, K.Y. Gao, Y. Li, H. Huang, Z.R. Nie, Synergetic effect of Er and Zr on the precipitation hardening of Al–Er–Zr alloy, *Scr. Mater.* 65 (2011) 592–595.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.06.033>.
- [134] H. Wu, S.P. Wen, H. Huang, B.L. Li, X.L. Wu, K.Y. Gao, W. Wang, Z.R. Nie, Effects of homogenization on precipitation of Al<sub>3</sub>(Er,Zr) particles and recrystallization behavior in a new type Al-Zn-Mg-Er-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 689 (2017) 313–322.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.071>.
- [135] Y. Zhang, K. Gao, S. Wen, H. Huang, Z. Nie, D. Zhou, The study on the coarsening process and precipitation strengthening of Al<sub>3</sub>Er precipitate in Al–Er binary alloy, *J. Alloys Compd.* 610 (2014) 27–34. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.04.093>.
- [136] R.Y. Barkov, O.A. Yakovtseva, O.I. Mamzurina, I.S. Loginova, S. V. Medvedeva, A.S. Prosviryakov, A. V. Mikhaylovskaya, A. V. Pozdniakov, Effect of Yb on the Structure and Properties of an Electroconductive Al–Y–Sc Alloy, *Phys. Met. Metallogr.* 121 (2020) 604–609.  
<https://doi.org/10.1134/S0031918X20060022>.
- [137] R.Y. Barkov, A.V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, I.S. Loginova, A.S. Prosviryakov, A.V. Pozdniakov, Effects of thermomechanical treatment on the microstructure, precipitation strengthening, internal friction, and thermal stability of Al–Er-Yb-Sc alloys with good electrical conductivity, *J. Alloys Compd.* 855 (2021) 157367. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157367>.
- [138] R.A. Karnesky, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Evolution of nanoscale precipitates in Al microalloyed with Sc and Er, *Acta Mater.* 57 (2009) 4022–4031.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.034>.
- [139] P.A. Manohar, M. Ferry, T. Chandra, Five Decades of the Zener Equation., *ISIJ Int.* 38 (1998) 913–924. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.38.913>.
- [140] G.S. Rohrer, “Introduction to Grains, Phases, and Interfaces—an Interpretation of Microstructure,” *Trans. AIME*, 1948, vol. 175, pp. 15–51, by C.S. Smith, *Metall. Mater. Trans. A.* 41 (2010) 1063–1100. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0215-5>.
- [141] A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, A.D. Kotov, O.A. Yakovtseva, M.V. Gorshenkov, V.K. Portnoy, Superplasticity of clad aluminium alloy, *J. Mater. Process. Technol.* 243 (2017) 355–364. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.12.025>.
- [142] A.G. Mochugovskiy, A. V. Mikhaylovskaya, N.Y. Tabachkova, V.K. Portnoy, The mechanism of L12 phase precipitation, microstructure and tensile properties of Al-Mg-Er-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 744 (2019) 195–205. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.135>.
- [143] A.D. Kotov, A.V. Mikhaylovskaya, M.S. Kishchik, A.A. Tsarkov, S.A. Aksenov, V.K. Portnoy, Superplasticity of high-strength Al-based alloys produced by thermomechanical treatment, *J. Alloys Compd.* 688 (2016) 336–344. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.045>.
- [144] O. Yakovtseva, M. Sitkina, A.O. Mosleh, A. Mikhaylovskaya, High Strain Rate Superplasticity in Al-Zn-Mg-Based Alloy: Microstructural Design, Deformation Behavior, and Modeling, *Materials*

- (Basel). 13 (2020) 2098. <https://doi.org/10.3390/ma13092098>.
- [145] A.V. Mikhaylovskaya, M.A. Ryazantseva, V.K. Portnoy, Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 7306–7309. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.042>.
- [146] A.V. Pozdniakov, R.Y. Barkov, S.M. Amer, V.S. Levchenko, A.D. Kotov, A.V. Mikhaylovskaya, Microstructure, mechanical properties and superplasticity of the Al–Cu–Y–Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 758 (2019) 28–35. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.118>.
- [147] W. Jingtao, W. Qingling, C. Jianzhong, Z. Haitao, The Effect of Cerium on Superplasticity of AL-6CU-0.35 MG-0.2ZR Alloy, *MRS Proc.* 196 (1990) 283. <https://doi.org/10.1557/PROC-196-283>.
- [148] A.V. Mikhaylovskaya, A.A. Kishchik, A.D. Kotov, O.V. Rofman, N.Y. Tabachkova, Precipitation behavior and high strain rate superplasticity in a novel fine-grained aluminum based alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 760 (2019) 37–46. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.099>.
- [149] T.K. Akopyan, N.A. Belov, E.A. Naumova, N.V. Letyagin, New in-situ Al matrix composites based on Al-Ni-La eutectic, *Mater. Lett.* 245 (2019) 110–113. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.02.112>.
- [150] J. Liu, Q. Wu, H. Yan, S. Zhong, Z. Huang, Effect of Trace Yttrium Addition and Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of As-Cast ADC12 Aluminum Alloy, *Appl. Sci.* 9 (2018) 53. <https://doi.org/10.3390/app9010053>.
- [151] S.A.B. Tijjani Abdullahi, Zawati Harun, Mohd Hafiz Dzarfan Othman, Alsaddeeq Basheer Yousuf Blaou, Awwal Hussain Nuhu, Effect of Yttrium on the Microstructure and Mechanical Properties of A5083 Secondary Aluminum Alloy, *J. Adv. Res. Fluid Mech. Therm. Sci.* 62 (2019) 168–178.
- [152] B. Wan, W. Chen, L. Liu, X. Cao, L. Zhou, Z. Fu, Effect of trace yttrium addition on the microstructure and tensile properties of recycled Al–7Si–0.3Mg–1.0Fe casting alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 666 (2016) 165–175. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.036>.
- [153] H. LI, X. LIANG, F. LI, F. GUO, Z. LI, X. ZHANG, Effect of Y content on microstructure and mechanical properties of 2519 aluminum alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 17 (2007) 1194–1198. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(07\)60248-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(07)60248-9).
- [154] Q. Li, B. Li, J. Li, Y. Zhu, T. Xia, Effect of yttrium addition on the microstructures and mechanical properties of hypereutectic Al-20Si alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 722 (2018) 47–57. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.03.015>.
- [155] L.L. Rokhlin, T. V. Dobatkina, N.R. Bochvar, E. V. Lysova, I.E. Tarytina, Effect of yttrium and chromium on the recrystallization of Al-Sc alloys, *Russ. Metall.* 2007 (2007) 335–339. <https://doi.org/10.1134/S0036029507040131>.
- [156] C.S. VIDYASAGAR, D.B. KARUNAKAR, Effects of yttrium addition and aging on mechanical properties of AA2024 fabricated through multi-step stir casting, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 30 (2020) 288–302. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(20\)65213-X](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(20)65213-X).
- [157] S.-R. Wang, P.-Q. Guo, L.-Y. Yang, Y. Wang, Microstructure and Mechanical Properties of AZ91 Alloys by Addition of Yttrium, *J. Mater. Eng. Perform.* 18 (2009) 137–144. <https://doi.org/10.1007/s11665-008-9255-z>.
- [158] Z.T. Fu Jingbo, Nie Zuoren, Yang Junjun, Jin Tounan, Zou Jingxia, Advanced Aluminum Alloys Containing Erbium, in: A.J.M. and B.C.M. J.F. Nie (Ed.), *Mater. FORUM Vol. 28*, Institute of Materials Engineering Australasia Ltd, 2004: pp. 197–201.
- [159] M. Colombo, E. Gariboldi, A. Morri, Er addition to Al-Si-Mg-based casting alloy: Effects on microstructure, room and high temperature mechanical properties, *J. Alloys Compd.* 708 (2017) 1234–1244. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.076>.
- [160] H. Wu, S.P. Wen, K.Y. Gao, H. Huang, W. Wang, Z.R. Nie, Effect of Er additions on the precipitation strengthening of Al–Hf alloys, *Scr. Mater.* 87 (2014) 5–8. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.06.005>.

- [161] Z.M. Shi, Q. Wang, G. Zhao, R.Y. Zhang, Effects of erbium modification on the microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 626 (2015) 102–107. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.062>.
- [162] X. Hu, F. Jiang, F. Ai, H. Yan, Effects of rare earth Er additions on microstructure development and mechanical properties of die-cast ADC12 aluminum alloy, *J. Alloys Compd.* 538 (2012) 21–27. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.05.089>.
- [163] Y. Birol, Effect of silicon content in grain refining hypoeutectic Al–Si foundry alloys with boron and titanium additions, *Mater. Sci. Technol.* 28 (2012) 385–389. <https://doi.org/10.1179/1743284711Y.0000000049>.
- [164] D. Qiu, J.A. Taylor, M.-X. Zhang, P.M. Kelly, A mechanism for the poisoning effect of silicon on the grain refinement of Al–Si alloys, *Acta Mater.* 55 (2007) 1447–1456. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.046>.
- [165] J. Li, F. Hage, Q. Ramasse, P. Schumacher, Probing the heterogeneous nucleation interface of TiB<sub>2</sub> in Al alloys, in: *Eur. Microsc. Congr. 2016 Proc.*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2016: pp. 219–220. <https://doi.org/10.1002/9783527808465.EMC2016.6363>.
- [166] Z. Fan, Y. Wang, Y. Zhang, T. Qin, X.R. Zhou, G.E. Thompson, T. Pennycook, T. Hashimoto, Grain refining mechanism in the Al/Al–Ti–B system, *Acta Mater.* 84 (2015) 292–304. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.10.055>.
- [167] V.N. Chuvil'deev, I.S. Shadrina, A.V. Nokhrin, V.I. Kopylov, A.A. Bobrov, M.Y. Gryaznov, S.V. Shotin, N.Y. Tabachkova, M.K. Chegurov, N.V. Melekhin, An investigation of thermal stability of structure and mechanical properties of Al-0.5Mg–Sc ultrafine-grained aluminum alloys, *J. Alloys Compd.* 831 (2020) 154805. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154805>.
- [168] R. Kaibyshev, E. Avtokratova, A. Apollonov, R. Davies, High strain rate superplasticity in an Al–Mg–Sc–Zr alloy subjected to simple thermomechanical processing, *Scr. Mater.* 54 (2006) 2119–2124. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.03.020>.
- [169] А.Н.Е. В.К. Портной, Методическая рекомендация. Определение показателей сверхпластичности, ВИЛС, Москва, (1986).
- [170] L. Ding, Z. Jia, Z. Zhang, R.E. Sanders, Q. Liu, G. Yang, The natural aging and precipitation hardening behaviour of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions, *Mater. Sci. Eng. A.* 627 (2015) 119–126. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.086>.
- [171] J. Dumbre, S.K. Kairy, E. Anber, T. Langan, M.L. Taheri, T. Dorin, N. Birbilis, Understanding the formation of (Al,Si)<sub>3</sub>Sc and V-phase (AlSc<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>) in Al-Si-Sc alloys via ex situ heat treatments and in situ transmission electron microscopy studies, *J. Alloys Compd.* 861 (2021) 158511. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158511>.
- [172] L. Lityńska-Dobrzyńska, Precipitation of Phases in Al-Mg-Si-Cu Alloy with Sc and Zr Additions during Heat Treatment, *Solid State Phenom.* 130 (2007) 163–166. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.130.163>.
- [173] M. Opprecht, J.-P. Garandet, G. Roux, C. Flament, M. Soulier, A solution to the hot cracking problem for aluminium alloys manufactured by laser beam melting, *Acta Mater.* 197 (2020) 40–53. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.015>.
- [174] S. Žist, V. Kevorkijan, M. Steinacher, F. Zupanič, Effects of Sc and Y on the As-Cast Microstructure of AA6086, in: 2020: pp. 222–226. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-36408-3\\_31](https://doi.org/10.1007/978-3-030-36408-3_31).
- [175] M. Li, L.R. Cai, P.X. Liu, The Effect of Y on Microstructure and Properties of Al-5wt.%Cu Based Alloy, *Key Eng. Mater.* 522 (2012) 227–230. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.522.227>.
- [176] X. Huang, H. Yan, Effect of trace La addition on the microstructure and mechanical property of as-cast ADC12 Al-Alloy, *J. Wuhan Univ. Technol. Sci. Ed.* 28 (2013) 202–205. <https://doi.org/10.1007/s11595-013-0665-x>.

- [177] Y. Chen, Y. Pan, T. Lu, S. Tao, J. Wu, Effects of combinative addition of lanthanum and boron on grain refinement of Al–Si casting alloys, *Mater. Des.* 64 (2014) 423–426. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.068>.
- [178] S. Costa, H. Puga, J. Barbosa, A.M.P. Pinto, The effect of Sc additions on the microstructure and age hardening behaviour of as cast Al–Sc alloys, *Mater. Des.* 42 (2012) 347–352. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.019>.
- [179] D. Yao, F. Qiu, Q. Jiang, Y. Li, L. Arnberg, Effect of Lanthanum on Grain Refinement of Casting Aluminum-Copper Alloy, *Int. J. Met.* 7 (2013) 49–54. <https://doi.org/10.1007/BF03355544>.
- [180] A.V. Pozdnyakov, R.Y. Barkov, Microstructure and materials characterisation of the novel Al–Cu–Y alloy, *Mater. Sci. Technol.* 34 (2018) 1489–1496. <https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1460536>.
- [181] A. V. Pozdnyakov, R.Y. Barkov, Z. Sarsenbaev, S.M. Amer, A.S. Prosviryakov, Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of a New Al–Cu–Er Wrought Alloy, *Phys. Met. Metallogr.* 120 (2019) 614–619. <https://doi.org/10.1134/S0031918X19060097>.
- [182] S.M. Amer, R.Y. Barkov, A. V. Pozdnyakov, Effect of Impurities on the Phase Composition and Properties of a Wrought Al–6% Cu–4.05% Er Alloy, *Phys. Met. Metallogr.* 121 (2020) 495–499. <https://doi.org/10.1134/S0031918X20050038>.
- [183] S.M. Amer, R.Y. Barkov, O.A. Yakovtseva, A. V. Pozdnyakov, Comparative Analysis of Structure and Properties of Quasibinary Al–6.5Cu–2.3Y and Al–6Cu–4.05Er Alloys, *Phys. Met. Metallogr.* 121 (2020) 476–482. <https://doi.org/10.1134/S0031918X20030023>.
- [184] P.S. J. H. Li, effect of Y addition and cooling rate on refinement of eutectic Si in Al–5 wt-%Si alloyse, *Int. J. Cast Met. Res.* 25 (2012) 347–357. <https://doi.org/10.1179/1743133612Y.0000000039>.
- [185] L. Zhang, P.J. Masset, X. Tao, G. Huang, H. Luo, L. Liu, Z. Jin, Thermodynamic description of the Al–Cu–Y ternary system, *Calphad.* 35 (2011) 574–579. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2011.09.008>.
- [186] A.V. Mikhaylovskaya, M. Esmaeili Ghayoumabadi, A.G. Mochugovskiy, Superplasticity and mechanical properties of Al–Mg–Si alloy doped with eutectic-forming Ni and Fe, and dispersoid-forming Sc and Zr elements, *Mater. Sci. Eng. A.* 817 (2021) 141319. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141319>.
- [187] M.I. Vasin, R.A., Enikeev, F.U. & Mazurski, Method to determine the strain-rate sensitivity of a superplastic material from the initial slopes of its stress–strain curves, *J. Mater. Sci.* 33 (1998) 1099–1103. <https://doi.org/https://doi.org/10.1023/A:1004348919985>.
- [188] S.E.A. Troeger J. L.P., superplastic forming of a 6xxx aluminum alloy, in: *Proc. ZCAA-6. 2, 1998: pp. 923–929.* <http://www.icaa-conference.net/ICAA6/Aluminium Alloys Volume 2/923-929.pdf>.
- [189] S.E.A. Chung J. Y.H. ,Troeger L.P., Grain Refining and Superplastic Forming of Aluminum Alloy 6013, in: *Proc. Fourth Int. Conf. Alum. Alloy. I, 1994: pp. 434–442.* <http://www.icaa-conference.net/ICAA4/Volume 1/434.pdf>.
- [190] Y. Zhang, S. Jin, P.W. Trimby, X. Liao, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, J. Liu, J.M. Cairney, S.P. Ringer, G. Sha, Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al–Zn–Mg–Cu alloy (AA7075) processed by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 162 (2019) 19–32. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.060>.
- [191] A.V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, A.V. Irzhak, The role of grain boundary sliding and intragranular deformation mechanisms for a steady stage of superplastic flow for Al–Mg-based alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 833 (2022) 142524. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142524>.
- [192] S. Esmaeili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, On the precipitation-hardening behavior of the Al–Mg–Si–Cu alloy AA6111, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 751–763. <https://doi.org/10.1007/s11661-003-0110-4>.

- [193] A.G. Mochugovskiy, N.Y. Tabachkova, M.E. Ghayoumabadi, V.V. Cheverikin, A.V. Mikhaylovskaya, Joint effect of quasicrystalline icosahedral and L12-structured phases precipitation on the grain structure and mechanical properties of aluminum-based alloys, *J. Mater. Sci. Technol.* 87 (2021) 196–206. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.01.055>.
- [194] K. KNIPLING, Precipitation evolution in Al–Zr and Al–Zr–Ti alloys during aging at 450–600°C, *Acta Mater.* 56 (2008) 1182–1195. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.011>.