

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

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

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук,
доцент Михайловская Анастасия Владимировна

Москва, 2022

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Аннотация

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} 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 (АА7000, АА5000, и АА2000

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 L_{12} -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 $Al_3(Sc,Zr)$. Однако, ввиду низкого коэффициента диффузии, Zr требует длительной термообработки для достижения высокой плотности распределения L_{12} 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 L_{12} 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 микрозернистой 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 микрозернистую 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 L_{12} , 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 $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ 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 Al_9FeNi 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 $\text{L1}_2 (\text{Al,Si})_3(\text{Sc,Zr})$ 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 $\text{L1}_2 (\text{Al,Si})_3(\text{Sc,Zr})$ 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 L_{12} фазы размером ~ 10 нм и эвтектикообразующими элементами 1%Fe и 1%Ni, для выделения крупных частиц размером ~ 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 микрозернистую структуру, 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. Использованы 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. Esmaeili 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. 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>.

3. Mochugovskiy, A.; Kotov, A.; Esmaeili 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, списка литературы из 194 названий, представлена на 108 страницах, содержит 56 рисунка и 6 таблицы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

В главе 1 «Обзор литературы» проанализированы данные о сплавах на основе Al-Mg-Si (AA6000 серия сплавов). Рассмотрены параметры микроструктуры, основные компоненты и фазы

(стабильные и метастабильные) и их вклад в свойства сплавов. Кратко представлены роль основных легирующих элементов (Cu, Mg и Si), а также дисперсоидообразующих элементов (Sc и Zr) и их влияние на свойства сплавов. На основании обзора литературы отмечено, что сплавы на основе Al-Mg-Si (серия 6xxx) 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} 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 6xxx) мало исследована. 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} с^{-1} , чего не достаточно для промышленного применения. При этом, эффективный путь формирования крупных частиц в сплавах на основе алюминия, обеспечивающих стимулирование зарождения новых зерен и микрозеренную сврхпластичность при скоростях порядка 10^{-2} 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 AA7000, AA5000 и AA2000. Данный подход формирования структурной бимодальности, не был

применен к сплавам системы Al-Mg-Si, ввиду чего, влияние указанных элементов на микроструктуру и свойства сплавов Al-Mg-Si требует детальных исследований. Таким образом, формирование микрозеренной структуры 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 в сплавах на основе системы Al-Mg-Si при повышенных скоростях деформации, что является целью данного исследования. Таким образом поставлена задача изучить влияние выбранных переходных металлов на фазовый состав, зеренную структуру, показатели сверхпластичности, механические свойства при комнатной температуре и коррозионную стойкость сплавов.

В главе 2 “Материалы и методы исследования” представлено описание сплавов, методов их получения и исследования. Объектами исследования были сплавы на основе системы Al-1.2 Mg-0.7Si-1Cu-(0.1-0.2)Sc-0.2Zr (масс.%) дополнительно легированные Y,Ce,Er,Ni,Fe (таблица 1).

Таблица 1- Составы основных исследуемых сплавов (мас.%) и температура солидус (T_m), Al остальное, Fe <0.005% если не указано. Средний размер (мкм) и объемная доля (f , %) частиц вторых фаз после прокатки

Сплав	Mg	Si	Cu	Sc	Zr	Доп. легир. элементы	T_m °C	f Mg ₂ Si	Размер частиц	f фазы с ПМ	Размер частиц
A	1.2	0.7	1.0	-	-	-	569	1.2±0.2	0.5±0.1	-	-
S01	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	-	570	1.5±0.2	0.6±0.2	-	-
E2	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	0.5Er	570	1.2±0.1	1.1±0.2	1.3±0.1	0.7±0.2
N1	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	0.5Ni	573	1.0±0.1	1.4±0.1	1.1±0.3	1.7±0.1
N2	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	2Ni	571	0.9±0.2	1.4±0.1	4.0±0.3	1.6±0.1
N3	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	4Ni	573	0.7±0.1	1.6±0.1	9.1±0.2	1.4±0.1
F2	1.2	0.7	1.0	0.1	0.2	1Fe1Ni	563	1.8±0.1	1.6±0.2	4.3±0.2	1.8±0.2
S02	1.2	0.7	1.0	0.2	0.2	-	568	1.6±0.2	0.7±0.1	-	-
F1	1.2	0.7	1.0	0.2	0.2	1Fe1Ni	566	1.8±0.2	1.5±0.1	4.3±0.3	2.2±0.2
C1	1.2	0.7	1.0	0.2	0.2	1.0 Ce	584	1.2±0.2	1.1±0.2	4.2±0.2	1.6±0.1
Y1	1.2	0.7	1.0	0.2	0.2	0.5Y	579	1.2±0.1	1.1±0.1	1.2±0.2	0.5±0.1
F3	1.2	0.3	1.0	0.2	0.2	1Fe1Ni	564	0.7±0.1	1.3±0.2	4.3±0.2	1.8±0.1
F4	1.2	0.1	1.0	0.2	0.2	1Fe1Ni	566	0.5±0.2	1.1±0.1	4.5±0.2	1.5±0.2

Сплав сравнения А (базовый состав) по составу близок к промышленным AA6013 и AA6011). Для получения сплавов использовали 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. Слитки отливали с температуры 780±20°C в медную водоохлаждаемую

изложницу размерами (20×40×100 мм³) со скоростью охлаждения при литье ~15 К/с. Слитки отжигали по режиму 350°C, 8 часов и 480°C, 3 часа. Для получения листа применяли прокатку на двухвалковом прокатном стане марки ДУО-250 при температуре $440 \pm 20^\circ\text{C}$ с обжатием 75% и при комнатной температуре с обжатием 80%. Температуры плавления сплавов определяли методом дифференциального термического анализа с использованием калориметра Setaram Labsys DSC 1600. В исследуемом диапазоне температур скорость нагрева и охлаждения составляла 10 К/мин в диапазоне температур 400-700 °C. Температуры плавления исследуемых сплавов приведены в таблице 1.

Для анализа фазового состава использовали рентгеновский дифрактометр Bruker D8 ADVANCE и излучение Cu-K α . Образцы для анализа микроструктуры были получены путем механической шлифовки и полировки с использованием Struers Laborol-5 на SiC-бумаге разной дисперсности на сукне с суспензией OP-S. При необходимости, применяли электрополировку в хлорно-спиртовом электролите при напряжении 20 В, 5-10 с и оксидирование в реактиве Бэккера при напряжении 20В, 30-50 с. Микроструктуру сплавов анализировали с помощью светового микроскопа Zeiss Axiovert 200 M, сканирующего электронного микроскопа Tescan-VEGA3 LMH, оснащенного энергодисперсионным рентгеновским спектрометром/анализатором (ЭДС/ЭДА) (X - MAX80, Oxford Instruments) и детектором обратно-рассеянных электронов EBSD-HKL (NordlysMax EBSD, Oxford Instruments). Сканирование проводили во вторичных и отраженных электронах при рабочем напряжении 20 кВ. Размер полученных с помощью EBSD-анализа изображений составлял 400×400 мкм² при шаге 0.3–0.4 мкм. Образцы для EBSD-анализа вырезали из листа или деформированного образца в плоскости прокатки/растяжения.

Дислокационная структура образцов и дисперсоиды 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. Объекты ПЭМ механической шлифовкой утоняли до толщины 0.25 ± 0.02 мм и подвергали электрополировке в электролите (30%) азотной кислоты и (70%) метанола, используя Struers TenuPol-5 при напряжении 20 ± 1 В и температуре $(0 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Средний размер частиц/зерен измеряли на изображениях микроструктуры с использованием метода случайных секущих, анализируя по меньшей мере 250 измерений для каждого состояния или анализируя диаметр зерен/субзерен при помощи стандартного программного обеспечения EBSD анализа. Для определения доверительного интервала использовали стандартное отклонение и доверительную вероятность 0.95.

Показатели сверхпластичности (напряжение течения σ , показатель скоростной чувствительности m , относительное удлинение) определяли на образцах с размером рабочей части $14 \times 6 \times 1$ мм при постоянной скорости деформации ($\dot{\epsilon}$) в интервале $(0.1-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре в интервале $440-520^\circ\text{C}$ на испытательной машины Walter Bai LFM-100 согласно ASTM E2448-11. Для каждого состояния испытывали три образца. С учетом поддержания постоянной скорости деформации при испытании и равномерности сверхпластической деформации сплавов без образования шейки были рассчитаны значения истинного напряжения (σ) - истинной деформации (ϵ).

Твердость по Виккерсу измеряли с помощью лабораторного твердомера Wilson Wolpert UN930 при нагрузке 50 Н. Число твердости HV определяли, как среднее арифметическое из 5-10 измерений для каждого образца в каждом состоянии. Для определения предела текучести (YS), предела прочности (UTS) и относительного удлинения (El) при комнатной температуре использовали испытания на одноосное растяжение с постоянной скоростью траверсы 4 мм/мин на машине Zwick Roell Z250 с экстензометром TC-EXMACRO в соответствии со стандартом ASTM E8/E8M и использованием трех-пяти образцов (длина рабочей части 25 мм и ширина 6 мм, толщина 1 мм) на состояние. Образцы подвергали выдержке в течение 20 мин при температуре 520°C , затем закалке в воде с 520°C и старению при 180°C 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.

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 $30 \pm 3^\circ\text{C}$. Перед испытанием поверхность образцов травили, в растворе 945 мл дистиллированной воды + 50 мл азотной кислоты (70 %) + 5 мл плавиковой кислоты (48 %). Образцы погружали в раствор на период не менее 24 часов (при соотношении исследуемого раствора к площади поверхности образца не менее 5 мл/см^2), а затем промывали водой и сушили. По окончании испытаний оценивали состояние поверхности визуально и проводили сравнение механических свойств при комнатной температуре до и после испытаний на коррозионную стойкость.

В главе 3 «Анализ фазового состава и микроструктуры сплавов в литом и гомогенизированном состоянии» приведены данные анализа фазового состава с помощью рентгеновской дифрактометрии, микроструктурного и энергодисперсионного анализа, данных литературы и ThermoCalc. В сплаве А (типа 6013) после кристаллизации кроме алюминиевого твердого раствора (Al), обнаружены фазы Mg_2Si , (Si), Al_2Cu . Дополнительное легирование 0.5-4% Ni приводит к образованию кроме вышеуказанных фаз равновесной фазы Al_3Ni , введение Fe и Ni – фазы Al_9FeNi , Ce – фазы Al_8CeCu_4 , Er -фазы $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Er}$, в сплаве с добавкой Y кристаллизуются фазы $(\text{Al,Cu})_{11}\text{Y}_3$ и

$\text{Al}_3\text{Cu}_4\text{Y}$, а также вероятно четверная фаза (Al,Cu,Y,Si). Фазы с Ce и Er имели неблагоприятную вытянутую пластинчатую/игольчатую морфологию, фазы с Y характеризовались более компактной формой. Введение Sc (0.2%) и Zr (0.2%) приводило к образованию пересыщенного данными элементами твердого раствора на основе алюминия и образованию единичных включений обогащенной Sc и Si фазы (при 0.2Sc), предположительно, AlSc_2Si_2 . Области, обогащенные никелем, одновременно содержат повышенную концентрацию меди, т.е. в фазе Al_3Ni можно предположить растворение меди. В сплаве с 0.9% Cu и 0.5% Ni по периферии дендритных ячеек образовались частицы Al_3Ni фазы вытянутой околочастичной формы, в то время как при увеличении содержания Ni до 2-4%, т.е. увеличения соотношения Ni/Cu, формируются эвтектические колонии с более равноосными включениями типичной для фазы Al_3Ni морфологией. Отметим, что совместно Zr и Sc обеспечивают уменьшение размера зерна с 680 ± 100 мкм до 108 ± 16 мкм. Легирование совместно Zr, Sc и Y уменьшает средний размер зерна до 25 ± 2 мкм, что в 27 раз меньше, чем у сплава А, типа промышленного 6013. Дополнительное легирование Er вместо Y не обеспечивало столь существенного модифицирующего эффекта, размер зерна не менялся в пределах доверительного интервала по сравнению со сплавом без Er. Предположено, что данные элементы, кроме эффекта гетерогенного зарождения, могут сегрегировать на фронте кристаллизации и ввиду их низкой растворимости приводить к эффекту структурного переохлаждения, что и обеспечивает значительное уменьшение размера зерна слитка.

Оптимизация времени и температуры отжига сплава А базового состава и сплавов, содержащих эвтектико/дисперсоидообразующие элементы, была проведена путем анализа изменений твердости (рис.1). Для обеспечения высокой плотности наноразмерных дисперсоидов с Sc и Zr для низкотемпературной стадии отжига была выбрана температура 350 °С. В сплавах А и F0 (без Sc и Zr) наблюдалось снижение твердости при отжиге до 8 часов выдержки, вероятно связано с растворением неравновесных фаз кристаллизационного происхождения предположительно, Mg_2Si и Al_2Cu . При отжиге сплавов со Sc и Zr твердость увеличивается, достигая максимума через 8 ч, что связано с формированием дисперсоидов фазы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. Эвтектообразующие элементы (Y, Er, Ce, Ni) не оказывают существенного влияния на кинетику распада твердого раствора, максимальная твердость, и наибольший прирост твердости, достигнуты через 8 ч отжига при 350 °С. Таким образом, для низкотемпературного отжига слитков была выбрана температура 350°С и время выдержки 8 часов.

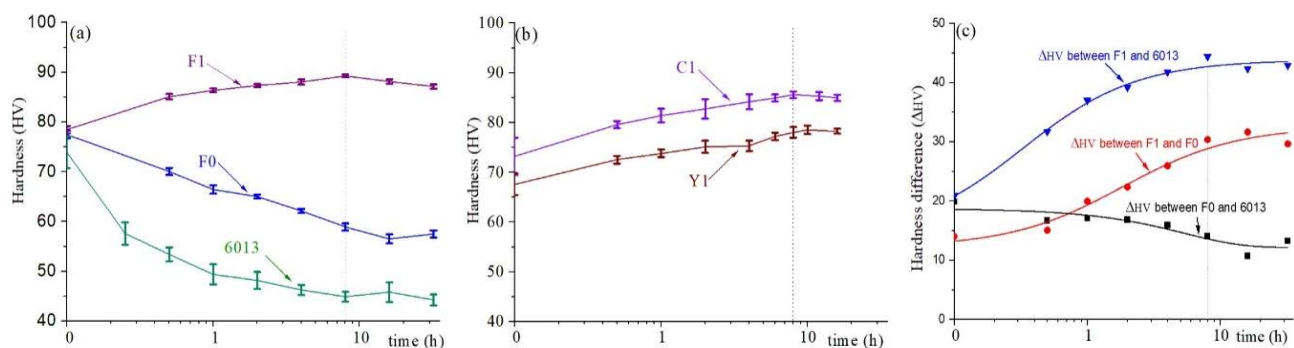


Рис.1. Зависимость твердости от времени отжига при 350°C для сплавов (а) F0, F1, А и (б) C1 и Y1, (в) различия в значениях твердости между сплавами при отжиге при 350°C

Поскольку фрагментация и сфероидизация фаз эвтектического происхождения (необходимые для стимулирования зарождения рекристаллизованных зерен) не были достигнуты при низкотемпературном отжиге, использовали кратковременный (3 часа) отжиг при 480°C. После первой стадии отжига (8 часов при температуре 350°C) в исследуемых сплавах со Sc и Zr наблюдали дисперсоиды со средним размером 6 ± 1 нм фазы $L1_2$ с контрастом Эшби-Брауна (рис.2-с, ф). Ось зоны [011] и [1-12] фазы $L1_2$ были параллельны соответствующим осям матрицы (Al) (рис.2-с, ф). После второй ступени отжига средний размер дисперсоидов составил $(10-13) \pm 1$ нм (в зависимости от сплава), при этом, изображения в высоком разрешении подтвердили когерентность дисперсоидов и Al-матрицы после двухступенчатого отжига (рис.2-е). Дисперсоиды выделялись в основном по непрерывному механизму распада, при этом, небольшое количество прерывисто сформированных веерообразных выделений было обнаружено вблизи границ зерен (рис. 2-б). В сплаве F3 с меньшим кремнием 0,3%, плотность распределения и размер частиц 12 ± 1 нм совпадали со сплавом F1 в пределах доверительного интервала.

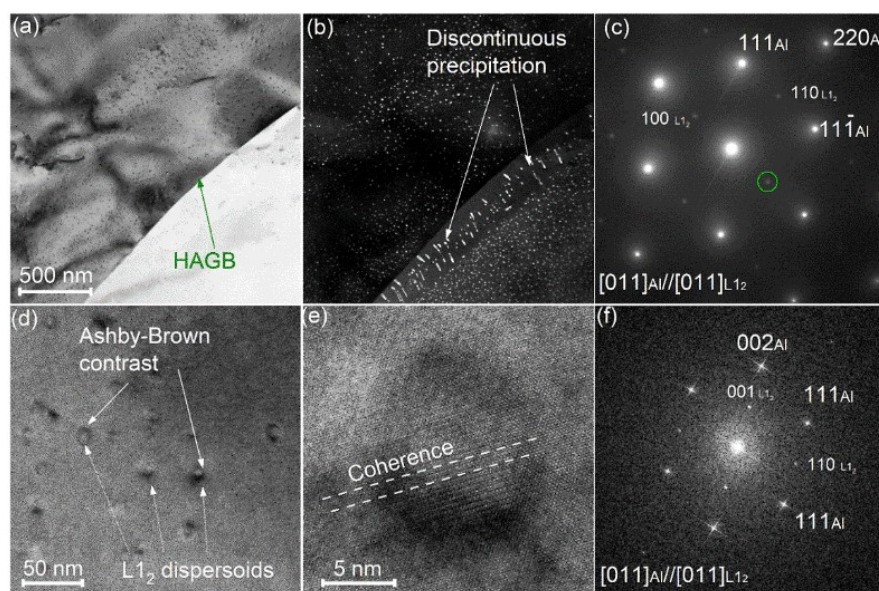


Рис.2. ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Y1 после двухступенчатого отжига (8 часов при 350 °C + 3 часа при 480 °C; (a, d) изображения в ярком поле; (b) изображение в темном поле, соответствующее области (a); (c) рисунок SAED области (b); (e) изображение с высоким разрешением; (f) Фурье преобразование области (e).

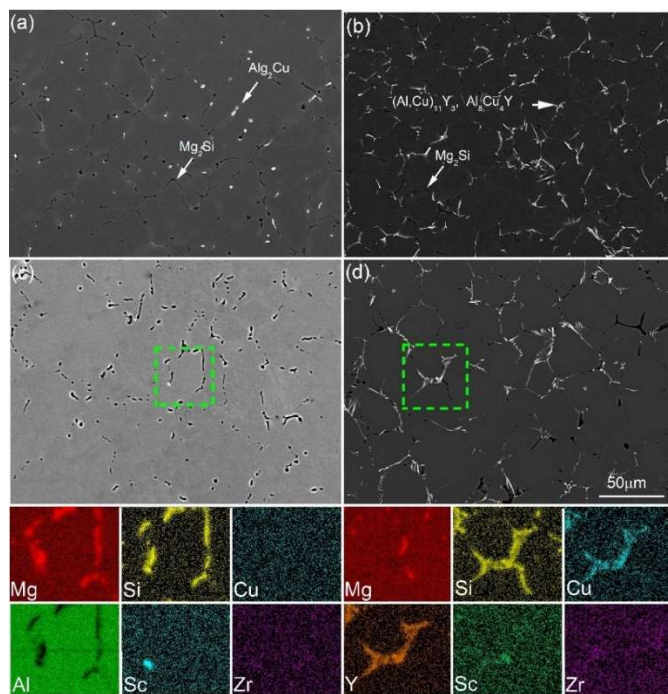


Рис.3. Изображения SEM, показывающие сравнение сплавов S02 и Y1 в литом и отожженном состояниях. Литое состояние S02(a), Y1(b) и отожженное состояние S02(c), Y1(d)

Данные рентгенофазового анализа после второй ступени отжига подтверждают наличие в сплавах твердого раствора алюминия (Al) и фазы Mg_2Si , фазы Al_3Ni в сплавах с никелем, фазы Al_9FeNi в сплавах с Fe и Ni, Al_8CeCu_4 в сплаве с Ce. В сплаве с добавлением Y, помимо дифракционных пиков, соответствующих фазам твердого раствора алюминия (Al) и Mg_2Si , выявлены фазы $(Al,Cu)_{11}Y_3$, Al_8Cu_4Y .

Во всех сплавах при гомогенизационном отжиге растворялась $CuAl_2$, (Si) и частично Mg_2Si , при этом, происходила фрагментация и сфероидизация данной фазы (рис.3). В сплаве N1, с 0,5 мас.% Ni, с

низким соотношением Ni/Cu, частицы Al_3Ni не фрагментировались во время отжига, что, вероятно, обусловлено высоким содержанием растворенной в фазе меди.

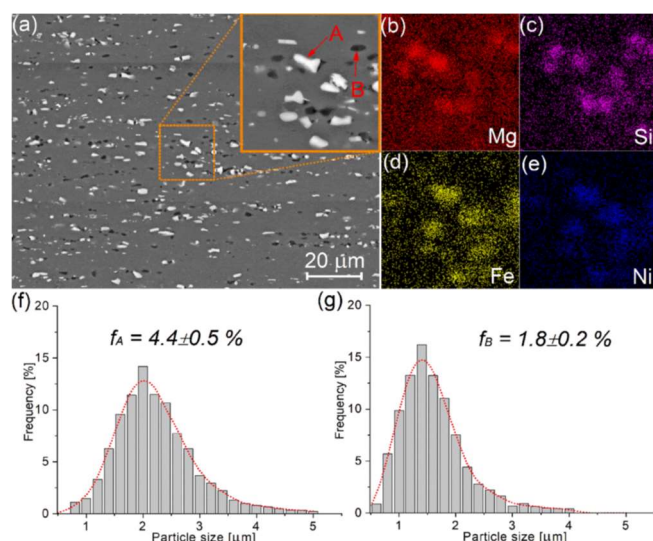


Рис.4-SEM-изображения (а) холоднокатаного сплава F1 и соответствующая элементная карта распределения, полученные из выделенной области; (f) и (g) гистограммы распределения частиц по размерам Mg_2Si и Al_9FeNi фаз, соответственно

происхождения была исследована микроструктура листовых полуфабрикатов. Средний размер и объемная доля частиц, в исследованных сплавах, представлены в таблице 1. Для примера на рис.4 показана микроструктура листов сплава F1 в холоднокатаном состоянии.

Во всех сплавах частицы относительно однородно распределены в матрице алюминиевого твердого раствора с коэффициентом формы частиц после прокатки 0.7-0.9. Размеры частиц варьировались в диапазоне 0.5-5.0 мкм. Распределение частиц по размерам для близко к нормальному. Для сплавов N1, N2 и N3 с разным содержанием Ni (0,5-4%) отмечено, что с уменьшением Ni, средний размер частиц Al_3Ni увеличивается (рис.5). Это, вероятно, является следствием затрудненной фрагментации частиц из-за повышения содержания в них растворенной Cu.

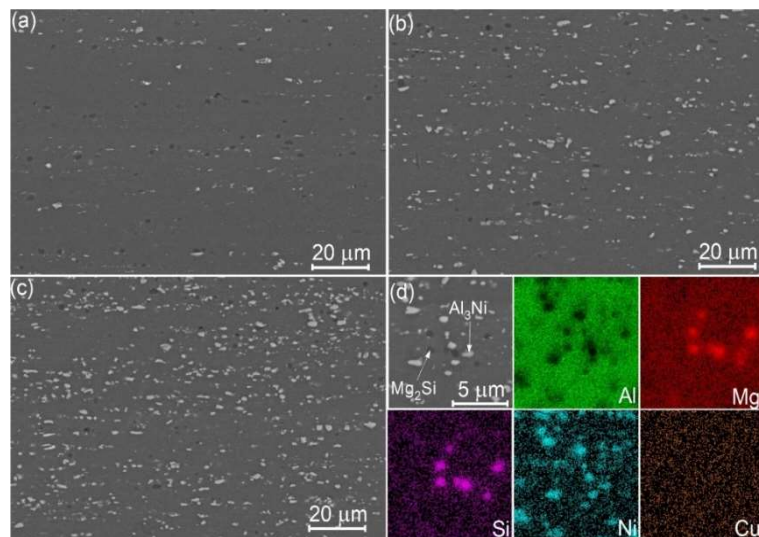


Рис.5-

Микроструктуры холоднокатаных листов (а) сплавов N1, (б) N2 и (в, г) N3 с соответствующими ЭДА картами

Увеличение содержания Ni, т.е. соотношения Ni/Cu, приводит к увеличению доли эвтектической фазы Al_3Ni и, следовательно, влияние Cu становится менее выраженным. Кроме того, в сплаве с низким соотношением Ni/Cu при кристаллизации может образовываться обогащенная Cu фаза Al_7Cu_4Ni , фракция которой не достаточно для идентификации рентгенографически. Аналогичным образом, морфология частиц, содержащих Cu фаз с Ce, Er, Y практически не изменялась, при этом, частицы фаз с Ce и Er сохраняли пластинчатую форму.

Для оценки размера частиц эвтектического

В главе 4 приведен анализ показателей сверхпластичности, эволюции микроструктуры при сверхпластической деформации и механических свойств при комнатной температуре.

Сравнением показателей сверхпластичности в диапазоне температур 440°C - 520°C и скоростей деформации 1×10^{-3} - $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и механических свойств при комнатной температуры всех сплавов были выбраны наиболее перспективные композиции. Для анализа микроструктуры исследуемых сплавов перед началом сверхпластической деформации образцы отжигали в течение 20 минут при

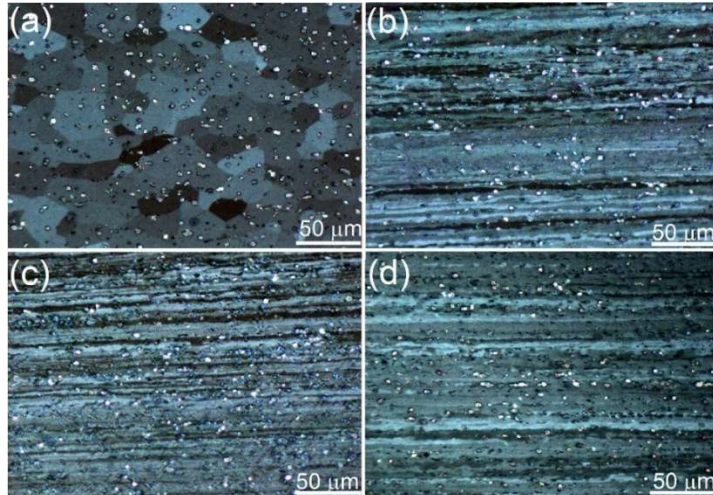


Рис.6. Микроструктуры сплавов после 20-минутного отжига холоднокатаных листов (а) А при 440°C, (б) S02 при 480°C, (с) Y1 при 480°C, (г) N1 при 500°C

температурах 440°C, 480°C и 520°C и закачивали в воду. Микроструктура сплава А базового состава после отжига при самой низкой температуре 440°C была представлена рекристаллизованным зерном среднего размера 40 мкм (рис.6-а). Микроструктура экспериментальных сплавов благодаря легированию Zr и Sc оставалась практически некристаллизованной даже при более высоких температурах отжига (рис.6). Доля

рекристаллизованной структуры увеличивалась увеличением объемной доли крупных частиц, а размер рекристаллизованных зерен уменьшался. В сплаве с малой долей крупных частиц 1.5% средний размер рекристаллизованных зерен составил 8.4 мкм, а, например, с увеличением доли фазы Al_3Ni с 1 до 10%, средний размер рекристаллизованных зерен уменьшался с 6.8 ± 0.5 до 4.0 ± 0.3 мкм. Микроструктура сплавов с Fe и Ni (F1) и сплав с Y (Y1) была изучена с использованием метода EBSD после отжига 20 мин при 480 и 520°C (рис.7).

В сплавах наблюдали частично рекристаллизованную структуру с высокой долей малоугловых границ. При 480°C средний размер субзерен и средний размер рекристаллизованных зерен в сплаве F1 составляли $2,9 \pm 0,6$ мкм и $4,5 \pm 0,4$ мкм (рис. 7- б), в то время как для сплава Y1 составляли $5,5 \pm 0,5$ мкм и $3,7 \pm 0,4$ мкм (рис. 7- а), соответственно. При этом, доля высокоугловых границ в сплаве F1 была больше, чем в сплаве Y1, что можно объяснить большей долей крупных частиц в сплаве F1 (6% против 2.5%), которые стимулируют рекристаллизацию. Нагрев сплава F1 до температуры 520°C привел к образованию субзерен со средним размером $4,5 \pm 0,1$ мкм и рекристаллизованных зерен со средним размером $5,6 \pm 0,2$ мкм (рис. 7-в), что незначительно больше, по сравнению с соответствующими значениями после отжига при 480 °C. Таким образом, наноразмерные дисперсоиды эффективно сдерживают рост зерен в сплаве.

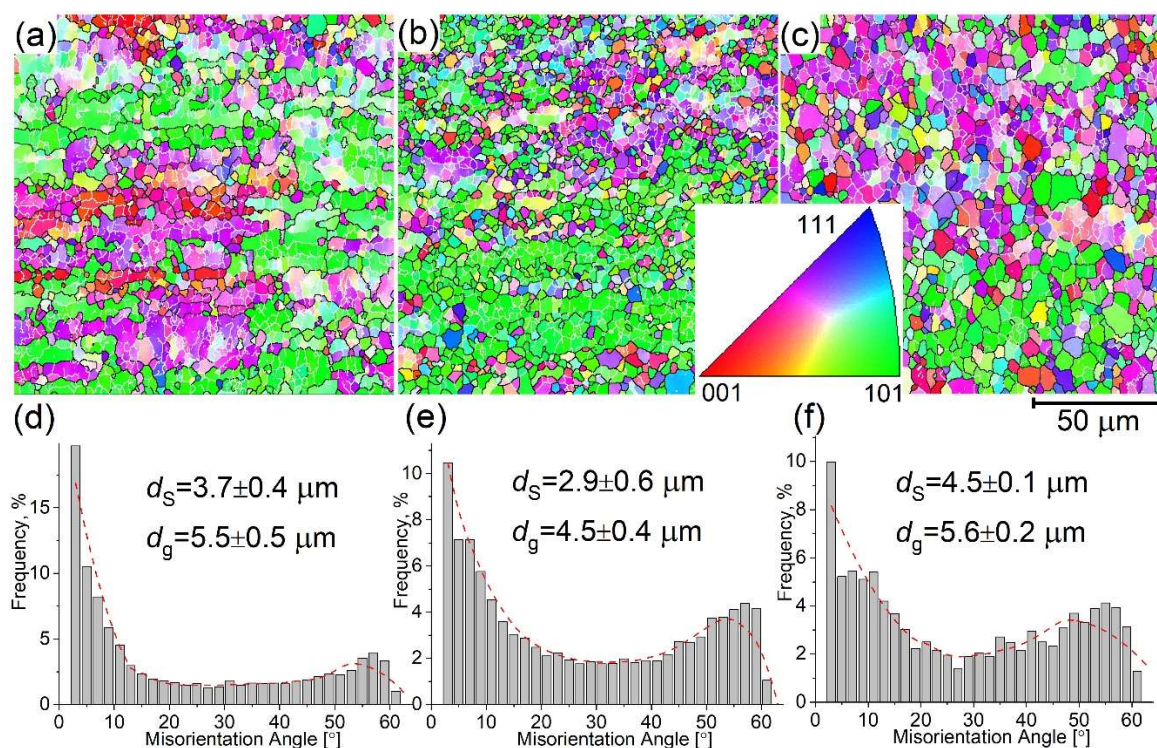


Рис.7. EBSD карты границ зерен образцов сплавов (a) Y1 и (b,c) F1 после отжига при (a,b) 480°C и (c) 520°C; (d-f) распределение углов разориентировки границ зерен/субзерен по углам.

Крупнозернистый сплав А (типа AA6013/6011) (рис.6-а) ожидаемо не проявил признаков сверхпластичности при максимальном относительном удлинении менее 250% и значении коэффициента скоростной чувствительности 0,2. В сплаве S02 легированном дисперсоидообразующими элементами Sc и Zr удлинение увеличилось до 420%, m до 0,38 при 520°C. При более низкой температуре 440 °C происходило раннее образование шейки при скоростях деформации превышающих $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Добавление дополнительно Y, который является одновременно дисперсоидообразующим и эвтектикообразующим элементом, привело улучшению свойств. В сплаве Y1 с добавками Zr, Sc и Y удлинение увеличилось до 470%, и стабильное течение наблюдали при всех испытанных температурах, при этом в диапазоне скоростей деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1} - 1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ относительное удлинение составило ~400% и более (рис.8).

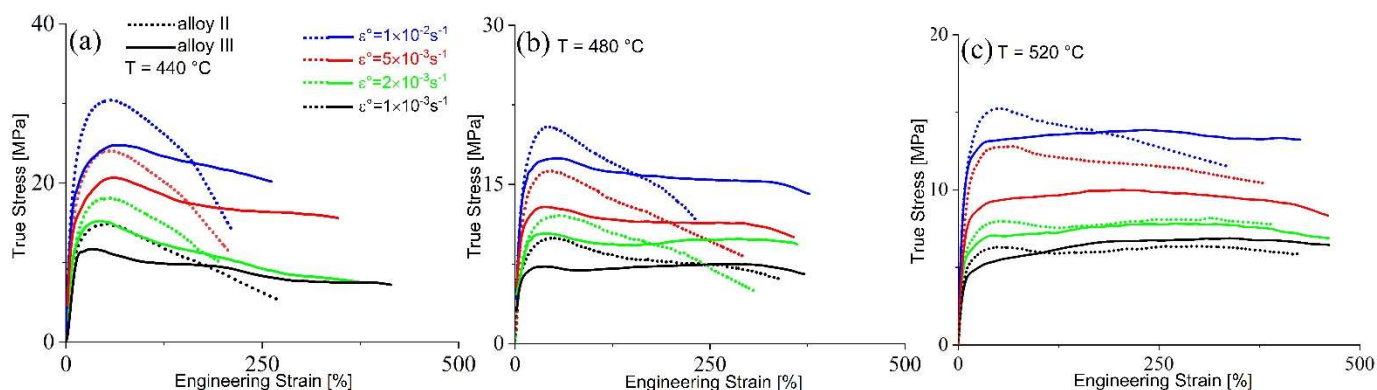


Рис.8. Кривые напряжения-деформация (постоянные скорости деформации указаны в легенде) при различных температурах (указаны в легенде) для сплава S02 (кривые пунктирной линией) и сплава Y1 (кривые сплошной линией)

Сплавы N1, N2 и N3 также демонстрировали сверхпластичное поведение. Отметим, что увеличение содержания Ni приводило к увеличению удлинения и снижению напряжения течения. Сплав N1 с 0,5% Ni показал относительное удлинение 370% при 440-480°C и скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Сплав N2 с 2% Ni показал максимальное удлинение 400-460% при температурах 440-460°C и скорости деформации в интервале $2 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. В сплаве N3 с 4% Ni, максимальное удлинение 500-520% наблюдали при температуре 460°C и диапазоне скоростей деформации $(2-8) \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. При более высоких скоростях деформации и температурах относительное удлинение значительно уменьшалось. Значения коэффициента скоростной чувствительности сплавов N1, N2 и N3 более 0.3, при этом, максимум m увеличивался с повышением содержания никеля с ~ 0.3 до ~ 0.4 , при 440-460°C. Дальнейшее повышение температуры испытания приводит к снижению значений чувствительности напряжения к скорости деформации. Таким образом, увеличение содержания никеля за счет уменьшения среднего размера рекристаллизованного зерна приводит к улучшению показателей сверхпластичности сплавов данной системы.

Дополнительное легирование Er (сплав E2 с 0.5%Er-0.2%Sc-0.2%Zr) или Ce (сплав C1 с 1.0%Ce-0.2%Sc-0.2%Zr) слабо сказывается на показателях сверхпластичности сплавов, обеспечивая максимальное относительное удлинение 400-440% при низких значениях постоянной скорости деформации $(1-2) \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. 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. Указанные значения мало отличаются от сплава без Ce и Er, что можно объяснить не достаточной сфероидизацией крупных частиц вторых фаз.

Наилучшие показатели сверхпластичности с удлинением 400% и более при скоростях деформации выше $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и $m \sim 0.4$ выявлены у сплавов, легированных Fe и Ni совместно в качестве эвтектикообразующих элементов образующих ~6% частиц фазы Al_9FeNi (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 скорости деформации и высокой температуре ($(1-2) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и 480-520 °C), при уменьшении концентрации Sc до 0.1% максимум удлинения 650-680% наблюдали при относительно низкой температуре 440°C и высокой скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис.9). В сплаве F2 с 0,1Sc, и при высокой скорости деформации $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ относительное удлинение не менее 350% при всех исследуемых температурах при равномерной деформации образца, что, наряду с уменьшенным скандием, делает его наиболее привлекательным для промышленного применения.

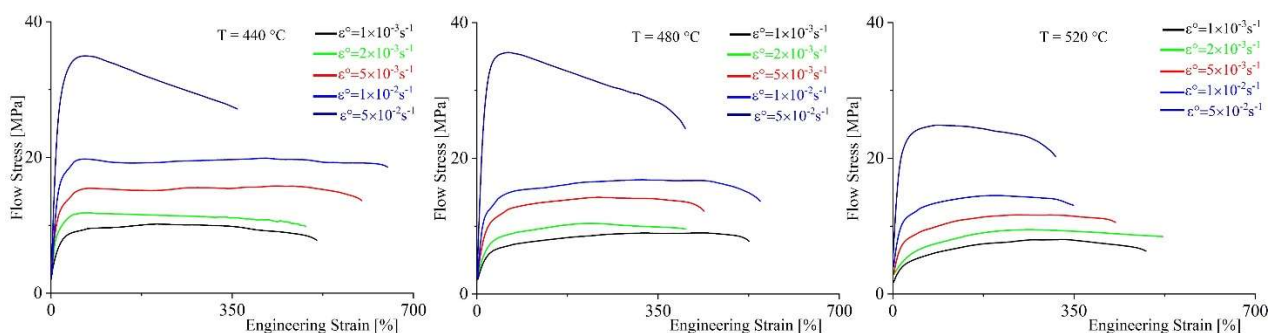


Рис. 9. Зависимости напряжения от степени деформации для сплава F2 при (a) 440°C, (b) 480°C и (c) 520°C.

Микроструктуры исследуемых сплавов были изучены после 200-300% сверхпластической деформации при выбранных скоростях деформации и температурах (рис.11). Анализ показал, что при сверхпластической деформации происходила динамическая рекристаллизация, которая обеспечивала формирование микрозернистой структуры. Расчет среднего размера зерен рекристаллизованных зерен показал, что чем выше объемная доля крупных околomикронных частиц эвтектического происхождения, тем меньше размер рекристаллизованных зерен. Это подтверждает стимулирование зарождения новых зерен крупными частицами при динамической рекристаллизации во время сверхпластической деформации. При этом, размер рекристаллизованных зерен уменьшается с увеличением скорости деформации и увеличивается с увеличением температуры деформации. В сплаве с F2 с меньшим содержанием скандия 0.1 масс.% после 200% деформации при температуре 440 °C и скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, где сплав имел наибольшие удлинения, средний размер зерна составил $3.5 \pm 0.1 \text{ мкм}$, субзерна $3.0 \pm 0.2 \text{ мкм}$ (рис.52 a,d,g). При $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и 480 °C формируется структура с незначительно более мелким размером зерна

4.0 ± 0.1 мкм, чем в сплаве F1 с большим содержанием скандия, при этом размер субзерна составлял 3.6 ± 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.

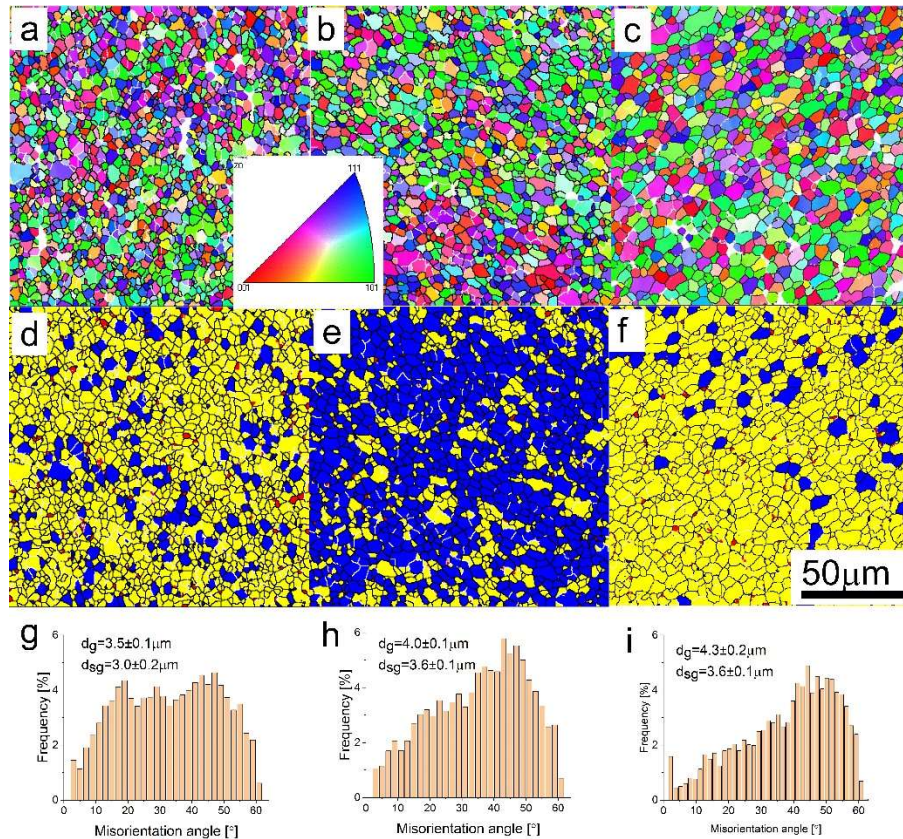


Рис. 11 - (a, d) Карта EBSD образцов сплава F2 после 200% сверхпластической деформации при 440°C с постоянной скоростью деформации 10^{-2} c^{-1} и (b,e,c,f) после 200% сверхпластической деформации при 480°C с постоянной скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$; (b,e) сплава F1; (c,f) сплав F2 (g,h,i) связанные гистограммы распределения разориентировок границ зерен/субзерен; малоугловые границы зерен окрашены в белый цвет, высокоугловые окрашены в черный цвет.

Показано, что содержание кремния может существенно влиять на показатели сверхпластичности в исследуемых сплавах. Снижение содержания кремния с 0,7% в сплаве F1 до 0,1-0,3% в сплавах F3, F4 (при 0,2Sc) приводит к повышению максимального относительного удлинения с 480% до 600-700% при 480 °C (рис.12). Результаты EBSD-анализа сплавов F1, F3 и F4 после 200%-ной деформации также показывают, что средний размер рекристаллизованных зерен уменьшается с уменьшением содержания Si (рис.13). Можно предположить, что более низкое содержание Si приводит к избытку Mg в твердом растворе, который способен сегрегировать по границам и

сдерживать рост зерен. Кроме того, Si, как элемент с высоким коэффициентом гетеродиффузии в Al, может также ускорить рост зерен при повышенных температурах.

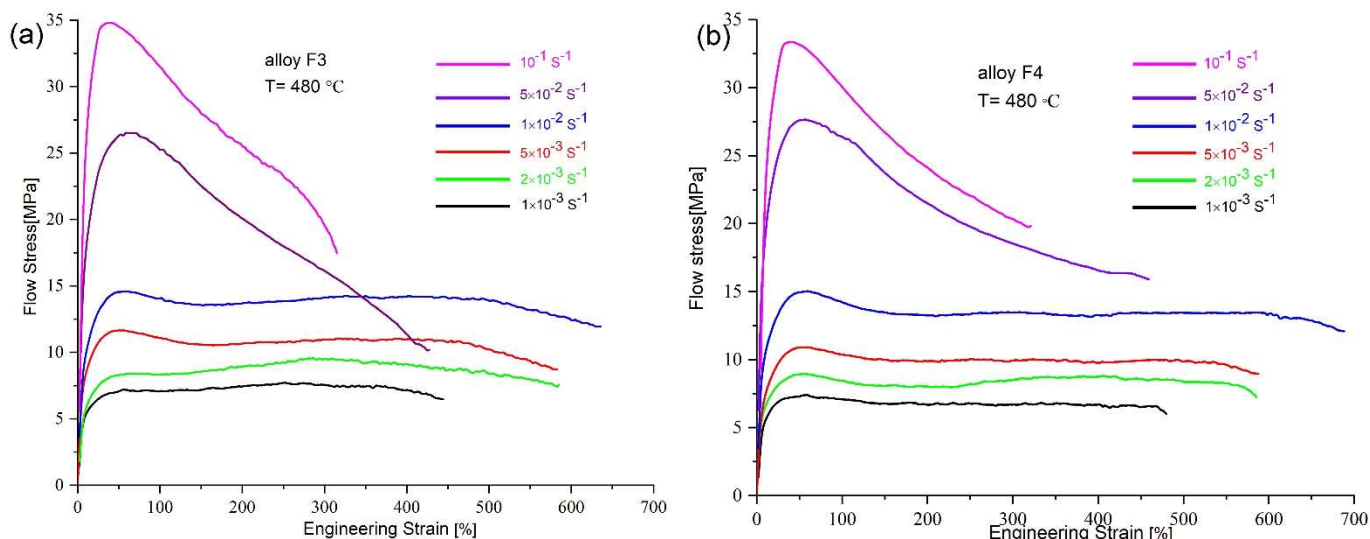


Рис.12. Зависимости напряжения от степени деформации сплавов F3 и F4 с пониженным Si.

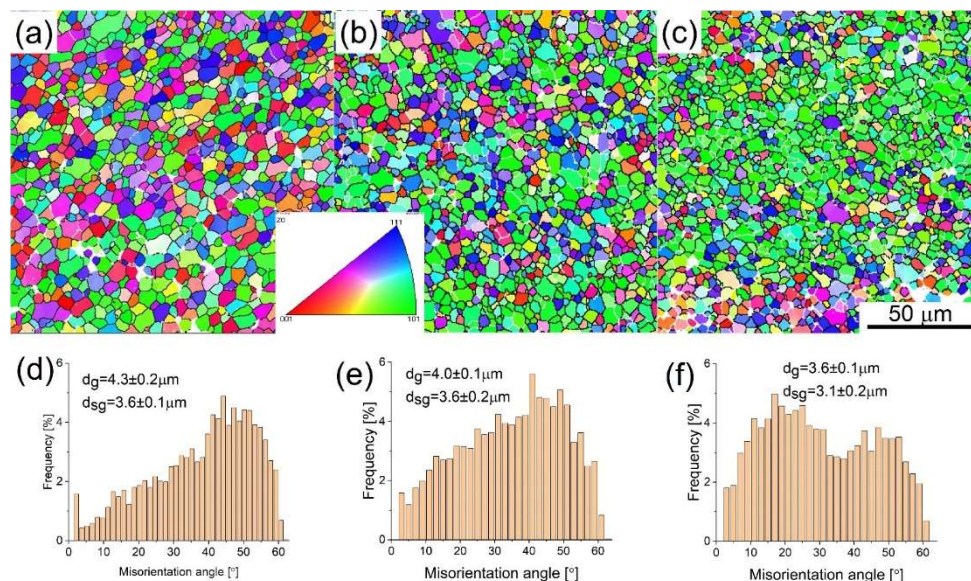


Рис. 13. Анализ EBSD сплавов F1(a), F3(b) и F4(c) после 200% деформации при 480°C и скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

Сравнение показателей сверхпластичности сплавов приведено в таблице 2. Данные подтверждают, что добавки эвтектикообразующих элементов, образующих крупные частицы размерами 0,5-2,2 мкм, обеспечивают стимулирование зарождения новых рекристаллизованных зерен, что приводит к уменьшению размера зерен и обеспечивают сплавам системы Al-Mg-Si-Cu сверхпластичное состояние при повышенных скоростях деформации.

Таблица 2 – Показатели сверхпластичности исследуемых сплавов

Сплав	Макс. относ. удлинение, %	Температура, °C	Постоянная скорость деформации, с ⁻¹	Значения m (ε= 30%)	Диапазон скоростей, соответствующий сверхпластичному состоянию (удлинение около 400% и выше), с ⁻¹
A	250	520	1×10^{-3}	0.23	-
S01(0.1Sc)	360	460	2×10^{-3}	0.34	$(1-2) \times 10^{-3}$
E2(0.1Sc)	400	480	1×10^{-3}	0.41	$(1-2) \times 10^{-3}$
N1(0.1Sc)	370	460	2×10^{-3}	0.31	$(1-2) \times 10^{-3}$
N2(0.1Sc)	460	460	2×10^{-3}	0.33	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
N3(0.1Sc)	520	460	$(2-8) \times 10^{-3}$	0.37	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
F2(0.1Sc)	680	440	1×10^{-2}	0.40	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$
S02 (0.2Sc)	420	520	1×10^{-3}	0.38	$(1-2) \times 10^{-3}$
C1(0.2Sc)	440	520	2×10^{-3}	0.35	$(1-2) \times 10^{-3}$
Y1(0.2Sc)	470	520	2×10^{-3}	0.39	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
F1(0.2Sc)	480	520	1×10^{-3}	0.38	$1 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2}$
F3(0.2Sc)	650	480	1×10^{-2}	0.39	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$
F4(0.2Sc)	700	480	1×10^{-2}	0.38	$1 \times 10^{-3} - 5 \times 10^{-2}$

Таблица 3. Механические свойства сплавов при комнатной температуре

Сплав	YS, МПа	UTS, МПа	δ, %
A	308±3	364±6	14±1
S01 (0.1Sc)	350±5	415±5	9±1
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
S02 (0.2Sc)	370±5	420±2	9±1
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

Испытания на растяжение при комнатной температуре были проведены на листовых образцах исследуемых сплавов после обработки Т6 (закалка с 520°C, 30 мин и искусственное старение 8 ч при 180°C) (таблица 3).

Сплавы с добавками Sc и Zr (S01, S02) имеют повышенную прочность по сравнению с базовым сплавом А за счет дисперсоидов имеющих наноразмеры и реализующих механизм Орована. Наиболее высокое значение предела прочности при растяжении относится к сплаву F1 с добавками 1Fe, 1Ni, 0.2Sc и 0.2Zr. Прочностные характеристики ниже в сплавах с Ni, Ce, Y и Er, что связано с

частичным растворением Cu в фазе Al₃Ni и образованием других фаз кристаллизационного происхождения с Cu. Образование крупных частиц вторых фаз с кремнием и /или медью приводит к снижению ее концентрации в твердом растворе и ослабляет эффект старения. Аналогичный эффект наблюдаем при уменьшении содержания кремния в сплаве, прочностные характеристики сплавов снижаются из-за уменьшения плотности продуктов старения.

Для оценки коррозионной стойкости экспериментальных сплавов, образцы выдерживали в коррозионно-агрессивной среде после чего визуально оценивали состояние поверхности и проводили испытания на растяжение при комнатной температуре. Отметим, что потемнение поверхности после вылеживания в агрессивной среде выявлено на поверхности всех образцов включая сплав А типа 6013/6011, наименьшее потемнение поверхности наблюдали в сплаве с эрбием и церием. В сплавах с добавками Ni, Fe, Sc и Zr потеря прочности составляла 25-30%, что соизмеримо со сплавом А, состава близкого к промышленным сплавам. Для сплавов с Ce и Er, или содержащих дополнительно только Sc, Zr прочностные характеристики снизились на 5-15%, что свидетельствует об их лучшей коррозионной стойкости. Относительное удлинение снизилось на 20-30% для сплавов с церием и эрбием и на 40-50% для сплавов железом и никелем.

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 CuAl_2 , Mg_2Si , (Si), а при содержании 0,7%Si и более при 0.2%Sc кристаллизуется фаза с Sc и Si, предположительно AlSi_2Sc_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, Al_3Ni , в которой обнаружено растворение меди, при (0.5-4%)Ni и Al_9FeNi , 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 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 CuAl_2 , (Si), частичное растворение и фрагментацию фазы Mg_2Si , 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 Al_3Ni 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 $\sim 1.5-10\%$ в зависимости от сплава.
4. Показано, что благодаря наличию наноразмерных дисперсоидов L_{12} фазы, листы экспериментальных сплавов имели частично нерекристаллизованную структуру перед началом сверхпластической деформации до температуры 520 °C, 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 $(1-5) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$

Предложен сплав Al-1.2Mg-0.7Si-1Cu-1Fe-1Ni-(0.1-0.2)Sc-0.2Zr (масс.%), который демонстрирует сверхпластичность при скоростях деформации $(1-5) \times 10^{-2} \text{ с}$ 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.