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

На правах рукописи

Михайловская Анастасия Владимировна

ОСОБЕННОСТИ МЕХАНИЗМОВ ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ И СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ГЕТЕРОФАЗНЫХ СПЛАВОВ

Специальность – 2.6.1.
Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация
на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант
проф., д.ф.-м.н. Головин И.С.

Москва 2026

СОДЕРЖАНИЕ

Список используемых сокращений и терминов 6
ВВЕДЕНИЕ 7
ЧАСТЬ I. ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ В ПРИСУТСТВИИ ЧАСТИЦ ВТОРЫХ ФАЗ РАЗЛИЧНОЙ ДИСПЕРСНОСТИ 20
ГЛАВА 1 ЭВОЛЮЦИЯ ЧАСТИЦ ФАЗ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ ПРИ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ 23
1.1 Зеренная структура сплавов в литом состоянии 24
1.2 Сплавы с матричным типом структуры 25
1.2.1 Параметры частиц после кристаллизации и гомогенизационного отжига 25
1.2.2 Параметры частиц после термомеханической обработки 31
1.3 Сплавы с псевдоматричным типом структуры 34
1.3.1 Параметры частиц после кристаллизации и гомогенизационного отжига 34
1.3.2 Параметры частиц после термомеханической обработки 45
1.4 Сплавы, полученные всесторонней изотермической ковкой 48
Выводы по Главе 1 51
ГЛАВА 2 ВЛИЯНИЕ СОСТАВА СПЛАВОВ И РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ПАРАМЕТРЫ ДИСПЕРСОИДОВ 54
2.1 Дислокационная структура сплавов в литом состоянии 57
2.2 Распад пересыщенного Mn и/или Cr алюминиевого твердого раствора 57
2.2.1 Анализ зависимости твердости от времени отжига слитка 57
2.2.2 Анализ параметров дисперсоидов в сплавах с марганцем и/или хромом 59
2.2.3 Условия выделения дисперсоидов I-фазы 71
2.3 Распад пересыщенного цирконием и редкоземельными металлами алюминиевого твердого раствора 73
2.3.1 Анализ зависимости твердости от времени отжига слитка 73
2.3.2 Анализ параметров дисперсоидов $L1_2$-фазы 75
2.3.3 Особенности формирования $L1_2$-фазы в исследуемых сплавах 85
Выводы по Главе 2 87
ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСТРУКТУРЫ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ НА ОСОБЕННОСТИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ЗЕРЕННУЮ СТРУКТУРУ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ 89
3.1 Релаксационные эффекты при нагреве холоднодеформированных сплавов, инициированные структурными превращениями 91
3.1.1 Влияние состава твердого раствора на процессы рекристаллизации 91
3.1.2 Анализ кинетики рекристаллизации в сплавах с частицами вторых фаз субмикронных и микронных размеров 95
3.1.3 Влияние Mn- и Cr-содержащих дисперсоидов на процессы рекристаллизации 100

3.1.4 Влияние дисперсоидов $L1_2$-фазы на процессы рекристаллизации.....105
3.1.5 Сплавы с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам.....108
3.2 Релаксационные эффекты в отожженном состоянии 112
3.2.1 Влияние содержания магния на зернограничную релаксацию.....112
3.2.2 Влияние частиц дисперсоидов на зернограничную релаксацию.....116
3.2.3 Влияние частиц эвтектического происхождения на зернограничную релаксацию ..121
3.2.4 Анализ амплитудных зависимостей внутреннего трения 124
3.2.4.1 Влияние растворимых элементов Mg и Zn на подвижность дислокаций.....125
3.2.4.2 Влияние дисперсных частиц на стабильность структуры при отжиге 127
Выводы по Главе 3 129
ЧАСТЬ II ОСОБЕННОСТИ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СПЛАВОВ С РАЗНЫМ ТИПОМ СТРУКТУРЫ.....132
ГЛАВА 4 ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ГЕТЕРОГЕННОСТИ И РЕЖИМОВ ОБРАБОТКИ НА РАЗМЕР ЗЕРНА И ПОКАЗАТЕЛИ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ СПЛАВОВ РАЗНОГО СТРУКТУРНОГО ТИПА 133
4.1 Сплавы на основе алюминия с матричным типом структуры, полученные прокаткой 134
4.1.1 Промышленные сплавы 135
4.1.2 Экспериментальные сплавы с исходной рекристаллизованной структурой.....138
4.1.3 Экспериментальные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой.....146
4.2 Сплавы на основе алюминия с псевдоматричным типом структуры и эвтектической составляющей, полученные прокаткой 152
4.2.1 Псевдоматричные сплавы с исходной рекристаллизованной структурой 152
4.2.2 Псевдоматричные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой 162
4.3 Сплавы, обработанные всесторонней изотермической ковкой или трением с перемешиванием.....171
4.3.1 Матричные сплавы 171
4.3.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры.....175
4.4 Закономерности формирования зеренной структуры и сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах.....181
4.5 Двухфазные сплавы с микродуплексной структурой 185
4.5.1 Зеренная структура и показатели сверхпластичности латуней 185
4.5.2 Зеренная структура и показатели сверхпластичности сплавов на основе титана.....187
Выводы по Главе 4 195
ГЛАВА 5 ОСОБЕННОСТИ ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ И ДЕЙСТВУЮЩИХ МЕХАНИЗМОВ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В СПЛАВАХ РАЗНОГО СТРУКТУРНОГО ТИПА.....198
5.1 Анализ эволюции микроструктуры в объеме образцов при сверхпластической деформации в сплавах на основе алюминия с матричным и псевдоматричным типом структуры 200

5.1.1 Эволюция зеренной структуры в сплавах с исходным рекристаллизованным зерном 200
5.1.2 Эволюция зеренной структуры в сплавах с исходной нерекристаллизованной структурой....204
5.1.3 Изменения дислокационной структуры и формирование зон свободных от выделений 210
5.1.3.1 Сплавы с исходной рекристаллизованной структурой....210
5.1.3.2 Сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой....213
5.1.4 Анализ остаточной пористости....217
5.2 Анализ эволюции структуры поверхности при сверхпластической деформации образцов сплавов на основе алюминия 220
5.2.1 Сплавы со структурой матричного типа....220
5.2.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры....227
5.2.3 Анализ структуры приповерхностных слоев в области полосчатых зон 233
5.2.4 Анализ влияния структурных факторов и температурно-скоростных условий деформации на соотношение вкладов действующих механизмов 236
5.3 Анализ изменений структуры при сверхпластической деформации микродуплексных сплавов....240
5.3.1 Эволюция зеренной и дислокационной структуры латуней....240
5.3.2 Эволюция структуры поверхности латуней 242
5.3.3 Эволюция зеренной и дислокационной структуры титановых сплавов....247
5.3.4 Эволюция структуры поверхности титановых сплавов 253
Выводы по главе 5....259
ГЛАВА 6 ПЕРСПЕКТИВНЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ФОРМОВКИ 262
6.1 Сплавы с матричным типом структуры....263
6.1.1 Формирование структуры и сверхпластичность сплава 1565ч....263
6.1.1.1 Анализ микроструктуры сплава....264
6.1.1.2 Анализ показателей сверхпластичности 267
6.1.1.3 Анализ механических свойств до и после сверхпластической деформации....270
6.1.1.4 Сверхпластическая формовка модельных деталей 272
6.1.2 Влияние технологических параметров получения листа на показатели сверхпластичности сплава 1545К 275
6.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры....276
6.2.1 Сплавы Al-Mg-Fe-Ni/Ce-(Mn, Zr, Sc)....277
6.2.1.1 Механические свойства при комнатной температуре 277
6.2.1.2 Анализ формуемости и сверхпластическая формовка модельных деталей 279
6.2.2 Высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr....282
6.2.2.1 Влияние режимов обработки на показатели сверхпластичности 282

6.2.2.2 Анализ механических свойств при комнатной температуре 284
6.2.2.3 Разработка технологии получения сверхпластичных листов с твердой плакировкой 285
6.2.2.4 Сверхпластическая формовка модельных деталей 289
6.2.3 Сплавы на основе системы Al-Mg-Si-Fe-Ni-Zr-Sc 290
6.2.3.1 Влияние режима обработки на показатели сверхпластичности сплава 291
6.2.3.2 Механические свойства при комнатной температуре 293
6.2.3.3 Сверхпластическая формовка модельных деталей 295
6.2.4 Рекомендации по получению и использованию сверхпластичных листов разработанных алюминиевых сплавов 297
6.3 Сверхпластическая формовка модельных деталей и анализ механических свойств сплавов с дуплексным типом структуры 300
6.3.1 Латуни 300
6.3.2 Титановые сплавы 301
Выводы по главе 6 303
ЗАКЛЮЧЕНИЕ 306
Список используемых источников 310
Приложение А. Химический состав и параметры структуры исследуемых сплавов на основе алюминия 338
Приложение В. Информация об использовании результатов диссертационной работы 344

Список используемых сокращений и терминов

АА – Aluminum Association (Алюминиевая ассоциация, для марок сплавов)

АЗВТ – амплитудная зависимость внутреннего трения

ВДС – внутризеренное дислокационное скольжение (дислокационная ползучесть)

ВЗВТ – временная зависимость внутреннего трения

ВИК – всесторонняя изотермическая ковка

ВТ – внутреннее трение

ВУГ – высокоугловая граница (зерна) (обозначена черными линиями на картах ДОЭ)

ГЗ – граница зерна

ГП – гексагональная плотноупакованная (решетка)

ГЦК – гранецентрированная кубическая (решетка)

ДОЭ (EBSD) – дифракция обратно рассеянных электронов

ДП – диффузионная ползучесть (диффузионный массоперенос)

ЗГ – зернограничный

ЗГС – зернограничное скольжение (зернограничное проскальзывание)

ЗСВ – зона, свободная от выделений

ИПД – интенсивная пластическая деформация

КФ – коэффициент формы (зерен и частиц вторых (гетерогенизирующих) фаз)

МЗ – микрозеренная (относится к структуре с размером зерен от 1 до 10 мкм)

МС – механическая спектроскопия

МУГ – малоугловая граница (зерна) (обозначена белыми/зелеными линиями на картах ДОЭ)

ОЦК – объемноцентрированная кубическая (решетка)

ОТП / СТП – обработка/сварка трением с перемешиванием

ПЗ – полосчатая зона

ПМ – переходный металл

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

РЗМ – редкоземельный металл

РФА – рентгенофазовый анализ

СМ – световая микроскопия

СП – сверхпластичность

СПД – сверхпластическая деформация (равномерная деформация в условиях высокой скоростной чувствительности напряжения обусловленная малым размером зерна, сверхпластичность превращения не затрагивается)

СПФ – сверхпластическая формовка (пневмоформовка) изделий из листовых материалов, не касается объемной штамповки).

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

ТЗВТ – температурная зависимость внутреннего трения

ТМО – термомеханическая обработка

УМЗ – ультрамелкозернистая (относится к структуре с размером зерен менее 1 мкм)

ФИП – фокусированный ионный пучок

ЭДА – энергодисперсионный анализ

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Интерес исследователей к состоянию сверхпластичности сохраняется много десятилетий подряд. Сверхпластичное состояние обеспечивает микрозеренная структура в определенных температурно-скоростных условиях деформации вследствие высокой скоростной чувствительности напряжения течения. Основное практическое использование феномена - технология сверхпластической формовки, позволяющая изготавливать цельные детали сложной геометрии, которые трудно или невозможно получить другими способами. СПФ обеспечивает высокую точность воспроизведения гравюры матрицы и способствует минимизации числа соединений в конструкциях, снижая их вес. Технология эффективна в условиях мелко- и среднесерийного производства ввиду низкой стоимости оснастки по сравнению с традиционной штамповкой и использования малого давления газа вместо пуансона. В мировой практике СПФ применяют преимущественно для титановых и алюминиевых сплавов, но явление сверхпластичности имеет место в сплавах на разных основах и даже в керамиках.

Размер зерна является критическим параметром, определяющим сверхпластичное состояние и уровень показателей сверхпластичности. Существующие промышленные технологии и составы обеспечивают зерно ~10 мкм в алюминиевых сплавах с матричной структурой, 1-5 мкм в сплавах с микродуплексной структурой, что ограничивает скорости деформации диапазоном 10^{-4}-10^{-3} $с^{-1}$. Верхний предел скоростного диапазона реализуется для группы магналиев, двухфазных титановых и медных сплавов, нижний - для высокопрочных сплавов на основе алюминия и дуралюминов. Для роста производительности и расширения областей применения СПФ алюминиевых сплавов требуются скорости на один-два порядка выше. Среди практически значимых разработок последних лет можно отметить японский сплав Alnovi-U системы Al-Mg-Mn, разработанный исходя из принципа бимодальности по размерам частиц Al6Mn фазы и позиционируемый, как сплав для высокоскоростной формовки. Однако скоростной диапазон проявления сверхпластичности Alnovi-U незначительно шире традиционно используемого AA5083 (типа АМг4).

Вторым ограничением СПФ является необходимость повышенных температур деформации. Для листов алюминиевых сплавов требуются температуры ~500 °С, а титановых ~850-900 °С. Температурный фактор наиболее критичен для сплавов на основе титана, как с позиции энергозатрат, так и увеличения толщины альфированного слоя и износа матриц. Третья проблема СПФ – остаточная пористость, которая может приводить

к существенному снижению прочностных свойств. Снижение пористости требует применения противодавления при СПФ, что также усложняет технологический процесс. Этот фактор наиболее актуален для латуней и высокопрочных сплавов на основе алюминия.

Улучшение показателей сверхпластичности и снятие существующих ограничений возможно, в первую очередь, через создание принципов легирования, нацеленных на формирование термически стабильной микроструктуры, что позволит увеличить число сплавов на разных основах, пригодных для СПФ и расширить температурно-скоростной диапазон СПФ. Требования к размеру зерна диктуются сочетанием механизмов сверхпластической деформации: зернограничного скольжения, аккомодируемого посредством дислокационной и диффузионной ползучести. Сомнений в действующих механизмах деформации и их зависимости в первую очередь от размера зерна не возникает, однако анализ состояния вопроса на момент начала исследований показал, что сплавы с одинаковым размером зерен, но разного состава демонстрируют разный вклад ЗГС в общую деформацию и способы его аккомодации. Имеющиеся данные не позволяют однозначно трактовать роли аккомодационных механизмов и установить взаимосвязи между составом, структурными параметрами сплавов, температурно-скоростными условиями проявления сверхпластичности и количественными соотношениями вкладов действующих механизмов деформации. Путь к решению технологических проблем СПФ лежит через понимание механизмов структурообразования в разных сплавах и определения влияния совокупности структурных и технологических факторов на вклады действующих при сверхпластической деформации механизмов.

Степень разработанности темы

Аномально-большие удлинения (~1950 %) в двухфазных легкоплавких эвтектиках Pb-Sn и Bi-Sn были впервые обнаружены в 1934 г. британским исследователем С.Э. Пирсоном [1], однако научное сообщество не увидело в находке ничего необычного. А.А. Бочвар и З.А. Свидерская обнаружили аномально высокие удлинения в другом двухфазном сплаве Zn-Al и впервые идентифицировали это как новое особое состояние материала, введя в 1945 году ставший международным термин «сверхпластичность» и инициировав активное изучение данного явления в мировой науке [2]. Именно советские ученые обратили внимание, что материал в состоянии сверхпластичности не только значительно удлиняется, но и проявляет аномально низкое сопротивление деформации - меньшее, чем каждая из фаз в отдельности, что указывало на зернограничный механизм деформации. Важно отметить, что в последующей публикации 1946 г Бочвар подчеркнул, что продолжительная межзеренная деформация в структуре с неидеальной формой зерен невозможна без аккомодационного механизма, он также указал на важную роль

неравновесного строения границ зерен в сверхпластичном состоянии [3]. В качестве аккомодационного механизма для двухфазных материалов Бочвар предложил диффузионные растворно-осадительные процессы (РОП), возникающие на границах раздела фаз, инициируемые локально неравновесными состояниями и создающие основу для направленного массопереноса.

Ученики А.А. Бочвара, И.И. Новиков, В.К. Портной и В.С. Левченко [4], подтвердили его аккомодационную теорию на двухфазных микродуплексных сплавах Zn–Al анализом реплик в ПЭМ. Сегодня эта теория получила прямое подтверждение в *in situ* исследованиях в колонне микроскопа благодаря трудам группы Р.З. Валиева, в том числе совместно с Е.В. Бобрук (Уфимский университет науки и технологий) и разработке сплавов с низкотемпературной сверхпластичностью. В наноструктурированных сплавах Al-Zn на современном уровне микроскопии зафиксированы проявления аккомодационного механизма РОП в виде выделений второй фазы, твердого раствора на основе цинка на границах зерен и в тройных стыках [5].

В физико-математических моделях англо-американских и австралийских ученых (например, Болла и Хатчинсона [6]) как и во всех последующих работах при анализе деформационного поведения выбор сделан в пользу механизмов дислокационной аккомодации, которые позволяют математически описать связь скорости деформации и напряжения [7]. При этом большинство существующих моделей не учитывают эволюцию параметров микроструктуры в процессе деформации, неоднородность формы и размеров зерен, наличие включений вторых фаз. Результаты анализа микроструктуры предполагают действие не только дислокационного скольжения/ползучести, но и диффузионной ползучести в некоторых матричных сплавах [8]. Эти предположения подтверждаются результатами наших работ на целом ряде сплавов на основе алюминия, о которых пойдет речь в представленной работе. Аккомодацию за счет диффузионного массопереноса в матричных сплавах на основе алюминия подтверждают работы британских коллег П. Бейта и К. Сотудех [9], Р. Тодда и М. Раста [10]. Японские ученые Х. Масуда и Э. Сато [11] пришли к аналогичному выводу, проведя прецизионные исследования структуры поверхности и приповерхностных слоев ферритных сталей.

Один из путей расширения температурно-скоростного диапазона проявления сверхпластичности заключается в разработке технологий получения УМЗ структуры. Особенности строения ГЗ в УМЗ материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации, и их влияния на сверхпластичное состояние материалов детально описаны в работах уфимской школы физики металлов О.А. Кайбышева [12], А.П. Жиляева, Р.З. Валиева [13] и их учеников. Существенный вклад в развитие представлений о роли

состояния границ зерен при сверхпластической деформации внесли работы В.Н. Перевезенцева, В.Н. Чувильдеева с коллегами [14,15]. Авторами на теоретическом уровне обоснована роль неравновесных границ зерен при ЗГС, ввиду появления избытка решеточных дислокаций на границах зерен при деформации и ускорения ЗГ диффузии, описана эволюция структуры ГЗ при сверхпластическом течении, в том числе с использованием метода внутреннего трения.

Огромный вклад в создание УМЗ материалов и развитие сверхпластичности сплавов с такой структурой обеспечили Р.З. Валиев с коллегами (УУНиТ) [16], Р.О. Кайбышев с коллегами [17], в том числе С.Ю. Миронов (НИУ «БелГУ») в части технологий сварки/обработки трением с перемешиванием [18], Б.Б. Страумал с коллегами с позиций архитектуры границ зерен в гетерофазных сплавах [19–21]. Под руководством М.В. Маркушева [22] совместно с Е.В. Автократовой получены рекордные удлинения в сплавах на основе алюминия [23], совместно с О.Ш. Сидтиковым (ИПСМ РАН) разработаны масштабируемые технологии ИПД, использующие криопрокатку [24] и всестороннюю ковку [25] для получения УМЗ структуры и сверхпластичного состояния в Al сплавах. Г.А. Салищевым и С.В. Жеребцовым с коллегами разработаны УМЗ титановые сплавы с низкотемпературной сверхпластичностью, в том числе обработанные с помощью всесторонней ковки [26–29]. Значимый вклад в развитие сверхпластичности УМЗ титановых сплавов внесен коллективом из ИФПМ СО РАН, г. Томск под руководством Е.В. Найденкина [30]. Несмотря на то, что мы сосредоточились на изучении сплавов с микрозеренной структурой и возможностях использования имеющихся промышленных мощностей для получения сверхпластичных листов, результаты полученные на ультрамелкозернистых сплавах во многом согласуются с представленными в данной работе.

Без математического аппарата и имитационного моделирования получить качественные изделия СПФ затруднительно, поэтому анализ аспектов механики и конечно-элементного моделирования сверхпластической деформации, развитый в работах П.В. Трусова (Пермский национальный исследовательский политехнический университет) [31], Р.А. Васина (МГУ и ИПСМ РАН) [32], Ф.У. Еникеева (УГНТУ) [33], Е.Н. Чумаченко из МИЭМ ВШЭ [34], их коллег и последователей также крайне важен.

Постсоветский период экономических реформ ограничил внедрение новых технологий в РФ и привел к переориентации на импорт готовых решений. В то время как в странах Запада, а затем и в Китае, развивались как научные аспекты сверхпластичности, так и производства, использующие технологии СПФ (SuperForm, FormTech, AluSPF), в нашей стране разработки затормозились. СПФ получила ограниченное развитие, в основном в

производстве многослойных конструкций из титановых сплавов (результат обеспечен коллективом ИПСМ РАН [35]). В настоящее время взят курс на независимость от импорта, что создает предпосылки для развития междисциплинарного подхода через сотрудничество ученых разных отраслей знаний и промышленности и дальнейшее внедрение отечественных разработок в области сверхпластической формовки.

Отсутствие системного подхода и многофакторность задач затрудняют трактовку действующих механизмов деформации и установление их количественных соотношений. Несмотря на значительный объем исследований, влияние многообразия факторов на стабильность структуры, соотношение вкладов действующих механизмов и показатели сверхпластичности оставалось недостаточно изученным на момент начала исследований. Группа сплавов для получения изделий СПФ ограничена несколькими составами, которые имеют недостатки в части температурно-скоростных режимов формовки, технологий получения листовых заготовок и/или постформовочных механических свойств. Большую часть проблем СПФ можно решить путем создания новых материалов и технологий их получения. В этих условиях критическое значение приобрело направление наших исследований.

Актуальность представленной работы и ее новизна состоит в расширении номенклатуры сплавов, обеспечивающих высокую эффективность сверхпластической формовки через повышение скоростей, снижение температуры и/или улучшение постформовочных механических характеристик сплавов. Для решения проблем СПФ металлических материалов разработан научный подход, включающий целенаправленное легирование алюминиевых, медных и титановых сплавов и выбор режимов их термомеханической обработки, обеспечивающих сплавам необходимую структурную гетерогенность.

Цель работы состоит в научно обоснованной разработке подходов повышения эффективности сверхпластической формовки гетерофазных сплавов разного структурного типа на основе алюминия, меди и титана. Разработка подходов включала решение следующих **научных задач**:

1. Определить взаимосвязь между структурными параметрами (химический состав фаз, морфология и их объемная доля), режимами термической и деформационной обработки и показателями сверхпластичности сплавов на основе алюминия разных систем легирования.
2. Обосновать использование метода механической спектроскопии для изучения структурных превращений в холоднодеформированных сплавах на основе алюминия в *in*

situ режиме при различных тепловых воздействиях и разработать соответствующую методику.

3. Выявить соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации при варьировании наиболее значимых структурных и технологических факторов на основе результатов сопоставления эволюции микроструктуры в объеме и на поверхности образцов сплавов различных групп, включая алюминиевые сплавы с разными структурными параметрами, титановые и медные сплавы с микродуплексной структурой.

4. Установить причинно-следственную взаимосвязь «химический состав-обработка-структура-свойства» и обосновать выбор интервалов концентраций легирующих элементов и режимов обработки, обеспечивающих сплавам улучшенные показатели сверхпластичности и конкурентный уровень механических свойств при комнатной температуре.

5. Разработать составы и/или рекомендации к технологическим режимам получения листовых полуфабрикатов сплавов на разных основах с улучшенным комплексом показателей сверхпластичности и механических характеристик при комнатной температуре и продемонстрировать возможность их использования для получения деталей методом сверхпластической формовки.

Научная новизна результатов заключается в следующем:

1. Сформулирован и экспериментально обоснован принцип создания многоуровневой структурной гетерогенности в алюминиевых сплавах разных систем легирования для достижения высокоскоростной сверхпластичности. Подход заключается в формировании бимодального распределения по размерам частиц - микронных Ce-, Ni- и Fe-содержащих фаз эвтектического происхождения и наноразмерных дисперсоидов Zr/РЗМ- или Mn/Cr-содержащих фаз регламентированной морфологии и объемной доли, при целенаправленном легировании алюминиевого твердого раствора Mg, Zn, Cu, контролирующих процессы рекристаллизации, размер зерна и соотношение вкладов действующих механизмов деформации.

2. Выявлены следующие особенности формирования при распаде пересыщенных переходными металлами твердых растворов дисперсоидов, обеспечивающих термическую стабильность зеренной структуры в исследуемых алюминиевых сплавах, которые реализуются для разных систем легирования:

- при отжиге слитков магналиев в интервале температур 350-400°C выделяются наноразмерные Mn-содержащие дисперсоиды квазикристаллической икосаэдрической I-фазы частично когерентной алюминиевой матрице, зарождающейся преимущественно на дислокациях. Впервые показано, что легирование Mg является основным фактором,

определяющим размер и объемную долю I-фазы, а добавки Cr и Fe, растворяясь в I-фазе, повышают ее термическую стабильность и дополнительно обеспечивают рост плотности распределения частиц в алюминиевой матрице;

- малая добавка Cr в Mn-содержащие сплавы с концентрацией до 6.5 мас.%Mg, растворяясь в фазе Al_6Mn, облегчает деление пластинчатых выделений данной фазы при термомеханической обработке, обеспечивая уменьшение их среднего размера в два раза, а при повышенном соотношении Cr/Mn дополнительно способствует образованию дисперсоидов фазы $Al_{18}Mg_2Cr_3$, в которой растворяется Zn и Mn. Повышение концентрации магния выше указанного предела приводит к формированию агломератов частиц фазы $Al_{18}Mg_2Mn_3$, что огрубляет зеренную структуру и ухудшает показатели сверхпластичности;
- ключевым фактором увеличения вклада непрерывного распада твердого раствора с формированием $L1_2$-фазы и сохранения ее дисперсности (7-14 нм) и, как следствие, обеспечения сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах с Zr разных систем легирования, является введение малых добавок Sc или Er с повышенным коэффициентом диффузии в алюминии и/или применение двухступенчатой термической обработки с первой ступенью при 360±10°C, создающей максимальное число зародышей $L1_2$ фазы, а также высокотемпературной второй ступенью при 420-500°C, ускоряющей непрерывный распад и обеспечивающей уменьшение ширины зон прерывистого распада у границ зерен, а в псевдоматричных сплавах одновременно способствующей необходимой фрагментации и сфероидизации частиц фаз эвтектического происхождения.

3. По результатам систематических исследований температурных и временных зависимостей внутреннего трения в холоднодеформированных алюминиевых сплавах обнаружен и интерпретирован псевдо-пик внутреннего трения, который использован в работе в качестве эффективного инструмента для анализа кинетики возврата и рекристаллизации в режиме реального времени в сплавах, отличающихся составом твердого раствора и параметрами частиц гетерогенизирующих фаз.

4. По результатам анализа эволюции микроструктуры поверхности и объема образцов сплавов разного типа на основе алюминия, меди и титана при сверхпластическом течении установлены структурные факторы, определяющие вклады зернограничного скольжения в общую деформацию и аккомодационных механизмов (дислокационной и диффузионной ползучести), которые кроме размера зерна зависят от состава твердого раствора и параметров частиц вторых фаз. Показана возможность целенаправленного управления соотношением этих вкладов за счет легирования и изменения температурно-скоростных режимов деформации.

5. Выявлены следующие закономерности влияния состава твердого раствора

(Mg и Zn) на кинетику рекристаллизации, стабильность зеренной структуры и соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации алюминиевых сплавов с микрозеренной структурой:

- Mg, растворяясь в алюминии, сдерживает возврат, ускоряет рекристаллизацию, способствует уменьшению размера зерна, но ограничивает зернограничное скольжение при сверхпластической деформации. Установлено, что в условиях максимальной скоростной чувствительности (m>0.5) при подсолидусной температуре в сплавах с повышенной концентрацией Mg и исходным зерном 6-10 мкм зернограничное скольжение и диффузионная ползучесть действуют взаимозависимо согласно модели Лифшица, при этом вклад зернограничного скольжения в общую деформацию ограничен 10-30%, а диффузионная ползучесть приобретает функцию ключевого механизма деформации;
- Zn, растворяясь в алюминии, увеличивает вклад зернограничного скольжения в сплавах с Mg в 1.5-2 раза и улучшает показатели сверхпластичности сплавов исследуемых систем легирования. В сплавах с Zn и размером зерен 2-3 мкм зернограничное скольжение обеспечивает 50-60% от общей деформации при скоростях деформации до 10^{-1} $с^{-1}$.

6. Установлено, что сверхпластическая деформация двухфазных сплавов с микродуплексной структурой на основе меди и титана контролируется процессами, протекающими в более пластичной и диффузионно-проницаемой β-фазе с ОЦК решеткой, управлять которыми можно через содержание растворенных атомов:

- в латунях впервые выявлено действие динамической рекристаллизации в β-фазе, обеспечивающей уменьшение размера ее зерна на порядок при сверхпластической деформации; при этом легирование латуней 0.4-1.1% алюминия замедляет диффузию цинка, уменьшает размер зерен β-фазы, локализуя деформацию в β-фазе и уменьшает вклад зернограничного скольжения по межфазным границам, обеспечивая снижение остаточной пористости в несколько раз и улучшение показателей сверхпластичности;
- в титановых сплавах выявлено образование β-фазы по мало- и высокоугловым границам зерен при сверхпластическом течении, что объяснено действием диффузионного массопереноса за счет растворно-осадительных процессов на границах раздела (по Бочвару), аккомодирующих зернограничное скольжение. Легирование быстродиффундирующим железом значимо снижает температуру проявления сверхпластичности, что можно объяснить межузельным механизмом диффузии атомов Fe в титане, ускорением самодиффузии титана из-за формирования комплексов вакансия-атом Fe и облегчением аккомодации ЗГС диффузионным массопереносом.

Практическая значимость результатов заключается в следующем:

1. На основании выявленных закономерностей разработаны новые

сверхпластичные сплавы разных систем легирования Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Mg-Zn с регламентированным составом твердого раствора и структурой псевдоматричного типа, содержащие эвтектикообразующие и дисперсоидообразующие переходные, в том числе редкоземельные металлы. Составы и обработка сплавов обеспечивают бимодальное распределение частиц вторых фаз по размерам с соотношением объемной доли (*f*) к размеру (*d)* 0.04 - 0.08 мкм$^{-1}$ для крупной фракции частиц и 0.3 - 0.7 мкм$^{-1}$ для дисперсоидов, средний размер зерна 1-5 мкм и сверхпластичность при скоростях на один-два порядка больше, чем у промышленных аналогов при повышенных прочностных характеристиках при комнатной температуре. Новизна предложенных технических решений подтверждена семью патентами Российской Федерации и одним международным патентом на новые алюминиевые сплавы и/или технологии:

- сплавы типа магналии с регламентированным содержанием растворимых в алюминии 4.5-5.8 %Mg и до ~1 %Zn с эвтектикообразующими Ni или Ce и Fe, и дисперсоидообразующими Mn, Cr, Zr или Zr совместно со Sc. Сплавы демонстрируют относительные удлинения более 400 % в интервале температур 460-540 °C и скоростей деформации 2×10^{-3}-5×10^{-2} с$^{-1}$ и имеют предел текучести после 100 % сверхпластической деформации 170-240 МПа при удовлетворительной коррозионной стойкости (получено 3 патента на составы сплавов и способы обработки);
- высокопрочные алюминиевые сплавы, содержащие по ~4% Mg и Zn, эвтектикообразующий Ni или Ni совместно с Fe и дисперсоидообразующий Zr или Zr совместно со Sc, обеспечивающие удлинения более 400% в интервале температур 420-480 °C при постоянных скоростях деформации от 2×10^{-3} до 1×10^{-1} с$^{-1}$ (со Sc до 1 с$^{-1}$) и предел текучести более 420 МПа в состоянии после 100-200% сверхпластической деформации, закалки и старения на максимальную прочность. Разработана технология получения твердой плакировки листов другими сверхпластичными сплавами, сохраняющая сверхпластичное состояние и решающая проблему низкой коррозионной стойкости сплавов данной группы (получены патенты РФ на состав сплава и способы его обработки);
- сплавы типа авиаль с повышенным соотношением Mg/Si=(1.2-2)/(0.7-0.8)%, которые благодаря легированию эвтектикообразующими Fe и Ni и дисперсоидообразующими Zr и Sc демонстрируют относительные удлинения более 400% при температурах 460-500°C и постоянных скоростях деформации до 1×10^{-2} с$^{-1}$, предел текучести 290 МПа в состоянии после 100% сверхпластической деформации, закалки и искусственного старения (получен патент РФ).

2. На основании выявленных закономерностей формирования структуры микродуплексных сплавов при сверхпластической деформации предложена латунь

(получен патент РФ), которая благодаря легированию алюминием, демонстрирует сверхпластичность с большими, чем сплавы аналоги, удлинениями (более 400%) и на порядок меньшей постдеформационной остаточной пористостью, а также титановый сплав, содержащий молибден и железо, сверхпластичный при пониженных до 675-775 ºС температурах при получении листов по традиционным технологиям с применением прокатки.

3. Научные подходы, предложенные в работе, использованы для оптимизации состава и режимов получения сверхпластичных листов толщиной до 5 мм сплава 1565ч. Получены партии листов с микрозеренной структурой в промышленных условиях на Самарском металлургическом заводе (имеется акт внедрения), которые демонстрируют лучшие показатели сверхпластичности и механические характеристики, по сравнению с аналогичными сплавами для СПФ. Полученные в работе результаты использованы предприятиями РФ в хозяйственной деятельности для улучшения качества выпускаемой продукции (имеются акты использования результатов на предприятиях ЗАО «Чебоксарское предприятие «СЕСПЕЛЬ» и АО Композит).

Объекты исследования. Модельные и промышленные сплавы на основе систем Al-Mg, Al-Zn-Mg-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu), Al-Cu-(Mg) с матричным типом структуры (содержащие дополнительно дисперсоидообразующие элементы) и псевдоматричным типом структуры (содержащие дисперсоидообразующие и эвтектикообразующие элементы). Для подтверждения разработанного научного подхода в сплавах с дуплексным типом структуры выбраны сплавы на основе меди (двухфазные латуни систем Cu-Zn, Cu-Zn-Al, Cu-Zn-Fe-Mn) и титана (α+β Ti-Al-V, Ti-Al-Mo-V, Ti-Al-Mo-V-Fe-(B) и псевдо-α Ti-Al-Mn сплавы). Химические составы приведены в Приложении А.

Методология исследования. Подходы к достижению цели опираются на (1) уменьшение размера зерна через изменение технологии получения листовых полуфабрикатов горячей и холодной прокаткой (для матричных сплавов с промежуточным гетерогенизационным отжигом) и (2) изменение составов сплавов, через разработку новых композиций или модифицирование существующих сплавов. В основе разработанного подхода лежит принцип формирования многоуровневой структурной гетерогенности: управление параметрами частиц вторых (гетерогенизирующих) фаз (крупных эвтектического происхождения и дисперсоидов) и химическим составом фаз, как дополнительным важным фактором структурной гетерогенности. Направление исследования эвтектик как основы конструкционных алюминиевых сплавов развивает работы В.С. Золоторевского и Н.А. Белова (МИСИС). Кроме классических методов микроструктурного анализа и исследования механических свойств для установления

закономерностей формирования структуры в алюминиевых сплавах использован метод механической спектроскопии.

Положения, выносимые на защиту:

1. Научный подход, основанный на принципе многоуровневой оптимизации гетерогенности структуры для управления кинетикой рекристаллизации, зеренной структурой, соотношением вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации, обеспечивающий улучшение показателей сверхпластичности алюминиевых сплавов, заключающийся в регламентированном содержании легирующих элементов в твердом растворе и бимодальном распределении по размерам частиц вторых фаз.

2. Установленные закономерности влияния химического состава и режимов обработки на формирование дисперсоидов алюминидов переходных, в том числе редкоземельных металлов, имеющих кристаллическую, в том числе атомно-упорядоченную и квазикристаллическую структуру и режимы обработки, обеспечивающие наибольшую долю частиц наименьшего размера и связанное с этим улучшение показателей сверхпластичности алюминиевых сплавов.

3. Разработанная методика и ее успешная реализация при использовании метода механической спектроскопии для *in situ* анализа процесса рекристаллизации в алюминиевых сплавах и полученные закономерности, описывающие зависимость кинетики процесса от структурных и технологических факторов.

4. Количественные соотношения вкладов зернограничного скольжения, внутризеренной дислокационной и диффузионной ползучести в алюминиевых сплавах в зависимости от структурных параметров (размера зерна, параметров частиц вторых фаз и состава твердого раствора) и температурно-скоростных условий сверхпластической деформации.

5. Установленные механизмы улучшения показателей сверхпластичности в микродуплексных латунях и титановых сплавах путем целенаправленного легирования растворимыми элементами, совершенствующими аккомодационную функцию ОЦК β-фазы в процессе сверхпластического течения.

6. Химические составы и/или способы обработки сверхпластичных сплавов на основе алюминия, меди и титана, обеспечивающие улучшенный комплекс показателей сверхпластичности (рост скорости деформации на порядок и более, снижение температуры и уменьшение остаточной пористости) и постформовочных механических характеристик.

Апробация работы и степень достоверности

Достоверность полученных результатов обеспечена применением комплекса взаимодополняющих современных методик и статистически обоснованным объемом

экспериментальных данных.

Основные результаты работ доложены автором и обсуждены на международных и всероссийских научных конференциях: EuroSPF 2010, 2013, 2014, 2019, 2020, 2024 (Доностия-Сан-Себастьян/Испания, Шпейер/Германия, Вадуц/Лихтенштейн, Матера/Италия, Тулуза/Франция, Бидарт/Франция); ICSAM 2012, 2015, 2018, 2023, 2026 (Альби/ Франция, Токио/Япония, Санкт-Петербург/Россия, Барселона/Испания, Сучжоу/Китай); УМЗНМ 2010, 2012, 2014, 2016, 2018, 2022, 2024 (Уфа, Россия); ПРОСТ 2018, 2023 (Москва, Россия); ICAA17 2020 (онлайн, Гренобль, Франция); ICIFMS 2022 (онлайн участие, Италия/Россия), Бернштейновские чтения 2022 (Москва, Россия); ФТПМ-2025 (Уфа, Россия).

Личный вклад автора. Диссертационная работа обобщает результаты многолетней работы соискателя лично и в сотрудничестве с коллегами под непосредственным руководством в области изучения явления сверхпластичности. Автору принадлежат постановка цели и задач исследования, выбор объектов, планирование и проведение экспериментов, анализ и обобщение результатов, формулировка выводов, а также подготовка всех научных публикаций.

Актуальность работы подтверждена реализованными под руководством автора проектами по теме диссертации: грант РНФ № 23-19-00791 (2023 г., включая продление); грант Президента РФ для ведущих научных школ № НШ-1752.2022.4 (2022 г.); грант РФФИ № 20-03-00778 (2020 г.); грант РНФ № 17-79-20426 (2017 г., включая продление); грант Президента РФ № МК-232.2013.8 (2013 г.); Государственный контракт № 02.740.11.0161 в рамках ФЦП на 2009-2013 годы; двух проектов Государственного задания вузам (проект 11.18.2014 на 2014-2016 гг. и проект 07.18.2020.0030 на 2020-2022 гг.); хоздоговорных работ с университетом СколТех и Самарским металлургическим заводом.

Патенты. Разработанные составы сплавов и технологии защищены 9 патентами (включая один международный):

1. Патент RU 2817627 C1, 17.04.2024. «Сплав системы Al-Mg-Zn для высокоскоростной сверхпластической формовки» (Михайловская А.В., Кищик А.А., Кищик М.С.).
2. Патент RU 2772479 C1, 20.05.2022. «Сплав системы Al-Mg с гетерогенной структурой для высокоскоростной сверхпластической формовки» (Михайловская А.В., Кищик А.А., Кищик М.С., Котов А.Д.).
3. Патент RU 2699423 C1, 05.09.2019. «Латунь для сверхпластической формовки деталей с малой остаточной пористостью» (Портной В.К., Михайловская А.В., Яковцева О.А., Медведева С.В.).
4. Патент RU 2631786 C1, 26.09.2017. «Сверхпластичный сплав на основе системы

Al-Mg-Si» (Портной В.К., Михайловская А.В., Котов А.Д., Мочуговский А.Г.).

5. Патент RU 2637842 C1, 07.12.2017. «Способ получения сверхпластичного плакированного материала на основе алюминия» (Портной В.К., Михайловская А.В., Котов А.Д., Мочуговский А.Г.).

6. Патент RU 2491365 C2, 27.08.2013. «Сверхпластичный сплав на основе алюминия» (Портной В.К., Михайловская А.В., Чурюмов А.Ю., Синагейкина Ю.В., Котов А.Д.).

7. Патент RU 2449047 C1, 27.04.2012. «Способ получения сверхпластичного листа высокопрочного алюминиевого сплава» (Портной В.К., Михайловская А.В.).

8. Патент RU 2451105 C1, 20.05.2012. «Способ изготовления листов из сплава системы алюминий-магний-марганец» (Портной В.К., Михайловская А.В., Левченко В.С.).

9. Евразийский патент EA 033989 B9, 2019. «Superplastic aluminium alloy (variants), use thereof and product made therefrom» (Михайловская А.В., Котов А.Д., Портной В.К., Кищик А.А., Кищик М.С.).

Основные результаты **опубликованы** в 98 статьях в высокорейтинговых научных журналах по алюминиевым [36–119], медным [120–124] и титановым [125–133] сплавам.

Структура и объем диссертации

Диссертация изложена на 346 страницах машинописного текста, состоит из введения, 6 глав, заключения из 7 выводов, 2 Приложений. Содержит 246 рисунков, 23 таблицы, библиографический список из 355 наименований.

Благодарности

Автор благодарит своего учителя профессора Портного Владимира Кимовича за знания, вдохновение и научную интуицию.

Автор благодарит научного консультанта, профессора Головина Игоря Станиславовича за многолетнюю поддержку, ценные обсуждения и развитие методологии механической спектроскопии применительно к исследуемым сплавам.

Особая признательность коллегам с кафедры Металловедения цветных металлов (лично О.И. Мамзуриной и О.А. Яковцевой) и ЦКП «Материаловедение и металлургия» НИТУ МИСИС, в сотрудничестве с которыми выполнены основные эксперименты и подготовлены публикации, создан задел для постановки задач и их реализации, а также за емкие научные дискуссии.

Автор благодарит свою семью за терпение на всех этапах этой долгой и важной работы и отдельно своих родителей за опору, веру и поддержку.

ЧАСТЬ I. ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ В ПРИСУТСТВИИ ЧАСТИЦ ВТОРЫХ ФАЗ РАЗЛИЧНОЙ ДИСПЕРСНОСТИ

Микрозеренная структура в листовых полуфабрикатах формируется двумя путями – через разработку технологий термомеханической обработки и изменение составов сплавов. Размер зерна менее 1 мкм и сверхпластичное состояние при высоких скоростях деформации обеспечивают методы ИПД [16,134–136], но их применение для получения листов ограничено. В данной работе как метод сравнения с традиционной прокаткой с промежуточными отжигами использована ВИК, обеспечивающая микрозеренную структуру в массивных заготовках Ti [137] и Al сплавов [138,139].

Второй подход подразумевает разработку составов сплавов с учетом зависимости размера зерна от параметров частиц вторых[1] фаз [19,21,140,141]. Принцип оптимизации гетерогенности микроструктуры, заложенный В.К. Портным [142] в данной работе реализован через управление рекристаллизацией не только путем варьирования параметров частиц вторых фаз различной дисперсности, но и через изменение содержания растворимых элементов, т.е. химический состав фаз. Крупные частицы уменьшают размер зерна за счет стимулирования зародышеобразования при рекристаллизации, а дисперсные за счет сдерживания миграции границ зерен в рекристаллизованной структуре.

Использование гетерогенизационного отжига для выделения крупных частиц и обеспечения сверхпластичности реализовано для сплавов Al–Zn–Mg–Cu и Al–Mg–Si–Cu [143,144]. Технологии получения листа значительно усложняются, а сплавы требуют высокоскоростного нагрева в селитре и допускают скорости деформации ~10^{-4} $с^{-1}$, что делает их применение для СПФ экономически не оправданным. Альтернативой служит легирование Zn, Ca, Ni, Ce [145–148], элементами формирующими термически стабильные частицы эвтектического происхождения. Эвтектики Al–Ca–Zn/Si сверхпластичны при ~10^{-2} $с^{-1}$ [149,150], но низкие механические свойства ограничили их применение[2]. Решает проблему подход, основанный на легировании одновременно основными растворимыми, эвтектикообразующими элементами (по принципу сплава АК4-1, где Fe и Ni, формируют крупные частицы, а Cu и Mg обеспечивают прочность). В таком случае представляется возможным обеспечить прочностные характеристики и сформировать требуемую микрозеренную структуру. Состав твердого раствора важен и для состояния

[1] Под частицами вторых фаз понимали фазы, гетерогенизирующие структуру, т.е не являющиеся алюминивым твердым раствором.

[2] Сплавы получили развитие в работах Белова Н.А. (НИТУ МИСИС), став основой для создания высокотехнологичных сплавов с кальцием и повышенными механическими характеристиками.

сверхпластичности. Например, эвтектические сплавы Al-Ni склонны к ускоренному росту зерен и не сверхпластичны, предположительно из-за малолегированного твердого раствора [151]. При этом, сильнолегированные сплавы системы Al-Zn-Mg с никелем или никелем и железом совместно, разработанные Н.А. Беловым и В.С. Золоторевским [146,152–154] в качестве высокопрочных литейных сплавов, пригодны для получения листов и проявляют сверхпластичность [155]. Присутствие Ni кроме прочего снижает склонность к коррозионному растрескиванию, позволяя увеличить содержание в сплавах Zn и Mg, определяющих прочностные свойства (Чеверикин В.В., дисс. к.т.н.) [146].

Дисперсные частицы являются критически важным элементом сверхпластичных сплавов. В системе Al–Cu–Zr (сплавы типа Супрал) дисперсоиды $L1_2$-Al_3Zr обеспечивают сверхпластичность при скоростях до 10^{-2} $с^{-1}$ [9,156]. Сплавы статически не рекристаллизуются, но при сверхпластическом течении рекристаллизуются динамически, что обеспечивает формирование ВУГ и сверхпластичное состояние [157]. Недостатком Супрала является повышенное содержание Zr (0.5%), требующее крайне высоких скоростей кристаллизации. Аналогичный принцип работает в сверхпластичных сплавах Al-Mg-Sc и Al-Cu-Li-Zr не имеющих данной проблемы [158,159].

Недавно разработанный японский сплав Alnovi-U (Al–Mg–Mn) [160] через бимодальность частиц фазы Al_6Mn задействует оба механизма управления размером зерна через частицы вторых фаз, но ввиду малой фракции крупных частиц и недостаточной дисперсности мелких, оптимальные скорости деформации остаются на уровне $\sim 2\times10^{-3}$ $с^{-1}$ [161,162]. Реализация двух механизмов управления рекристаллизацией – стимулирование зарождения и ограничение роста при достаточном *f/d* для частиц обоих размеров, а также особое внимание к составу твердого раствора при температуре деформации должны улучшить показатели сверхпластичности. Регулируя гетерогенность структуры на всех уровнях, можно обеспечить микрозеренную термическую стабильную структуру при температурах сверхпластической деформации в алюминиевых сплавах разных систем легирования.

Объектами исследования первой части диссертационной работы являются представители сплавов матричного и псевдоматричного структурного типа (составы и параметры частиц вторых фаз обобщены в Приложении А). Выбраны сплавы системы Al–Mg, как экономичные и востребованные для СПФ, и более прочные термически-упрочняемые сплавы систем Al–Zn–Mg–Cu, Al–Cu–Mg и Al–Mg–Si–Cu (последние благодаря малой критической скорости закалки перспективны ввиду снижения риска коробления при закалке). Создание сверхпластичных сплавов разной ценовой категории и с разнообразным уровнем эксплуатационных характеристик позволит производить

значительный спектр сложных деталей разного назначения.

Для выбора составов и режимов обработки, анализа фазового состава и определения теоретических значений доли фаз использовали программу термодинамического моделирования Thermo-Calc (базы данных TTAL5, TCAL4) и данные литературы. Для получения сплавов использовали алюминий А99 (99.99 %) или А85 (99.85 %), что обеспечивало отсутствие грубых включений фаз с Fe и Si (если элементы не являлись легирующими). Содержание примесей в сплавах не превышало 0.1 % Fe и 0.07 % Si по данным спектрального анализа. Для сравнения в некоторых случаях применяли алюминий А7 (99.7 % Al). Сплавы получали со скоростями охлаждения при литье от 3 до 15 К/сек (температура заливки ~740±10 °С при ≤0.15 %Zr и ~780±10°С при >0.2 %Zr). Термомеханическая обработка включала гомогенизационный отжиг, горячую и холодную прокатку с промежуточными отжигами (при необходимости). Для получения полуфабрикатов также использовали ВИК по схеме, описанной в [65,77]. Методики и результаты детализированы в работах автора [38–106,108–114,119].

В части I диссертации описаны подходы к формированию крупных частиц вторых фаз (Глава 1), проанализировано влияние состава и режимов обработки на дисперсоиды (Глава 2), влияние искомых структурных параметров, состава твердого раствора и частиц вторых фаз на процессы рекристаллизации с использованием метода внутреннего трения (Глава 3). Часть представленных результатов получена совместно с аспирантами [163–169], которые защитили диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук под научным руководством автора.

ГЛАВА 1 ЭВОЛЮЦИЯ ЧАСТИЦ ФАЗ КРИСТАЛЛИЗАЦИОННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ ПРИ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Направление исследования эвтектик как основы конструкционных сплавов задано А.А. Бочваром и развито его последователями в НИТУ МИСИС В.С. Золоторевским и Н.А. Беловым. Роль крупных частиц эвтектического происхождения в формировании микрозеренной структуры и возможности их использования в качестве инструмента управления рекристаллизацией, а главное, состоянием сверхпластичности, на момент постановки задач данного исследования не была установлена. Кроме потоенциально положительного эффекта измельчения зерна, такие частицы могут инициировать порообразование и вызывать преждевременное разрушение при СПД [170]. Данные по известным сплавам эвтектического типа предполагают существование критического диапазона эффективных размеров, типа и формы частиц гетерогенизирующих (вторых) фаз. Подход требует обоснованного выбора эвтектикообразующих элементов среди множества вариантов в алюминиевых сплавах и изучения эволюции параметров частиц при ТМО для достижения требуемого размера и сферичности.

Стимулирование зарождения новых зерен частицами при рекристаллизации зависит в первую очередь от размера недеформируемых частиц и степени деформации [141,171]. Явление возникает ввиду создания вблизи частиц участков с локально интенсивным искажением кристаллической решетки - деформационных зон, которые и служат местами зарождения новых зерен при последующем нагреве. Чем больше размер частиц, тем меньшая деформация необходима для стимулирования зародышеобразования при рекристаллизации. В предыдущих работах соискателя [172] показано, что частицы фаз Al_3Ni, $Al_{11}Ce_3$, Mg_2Si, Al_8CeCu_4 средних размеров $d \geq 0.7$ мкм способны стимулировать зарождение новых зерен и эффективно уменьшать размер зерна алюминиевых сплавов при сравнительно небольшом обжатии при холодной прокатке 60–67 %. Установлено, что при одинаковом значении d/f (f - объемная доля частиц) размер зерна при $d = 0.7–2$ мкм меньше, чем в случае более мелких частиц 0.3–0.5 мкм. Наименьшее зерно обеспечивают частицы размером ~1 мкм, что являлось ориентиром для дальнейшей работы.

Опираясь на данные литературы, основными эвтектикообразующими элементами выбраны Ce, Ni и Fe. Для выбора элементов, перспективных с точки зрения оптимизации гетерогенности структуры через формирование эвтектической компоненты, проанализированы изменения размеров, формы и распределения частиц кристаллизационного происхождения в процессе получения листов сложнолегированных сплавов, с учетом влияния прочих легирующих элементов на содержание в твердом растворе основных упрочняющих и дисперсоидообразующих элементов (Mg, Zn, Si, Cu,

Mn, Cr, Zr и РЗМ). Определяли объемную долю фаз (*f*), их средний размер (*d*) и коэффициент формы (КФ) (результаты для ключевых композиций сведены в таблице А1, Приложение А).

Содержание дисперсоидообразующих элементов в сплавах выбрано близким к максимальной растворимости при реализуемых скоростях охлаждения при литье (5-15К/с). Кроме того, проведен анализ формирующихся при гетерогенизации частиц β-фазы в магналиях и Т-фазы в высокопрочных сплавах с повышенным соотношением Mg/Zn.

1.1 Зеренная структура сплавов в литом состоянии

На качественном уровне сравнительный анализ зеренной структуры алюминиевых сплавов позволяет анализировать формирование пересыщенного Zr/Sc твердого раствора. Если элементы при кристаллизации выделяются в виде первичных кристаллов Al_3Zr/Al_3(Sc,Zr), то обеспечивают значимый модифицирующий эффект, а их эффективность как дисперсоидообразующих снижается, как из-за уменьшения содержания элементов в растворе, так и потенциального гетерогенного зарождения вторичных выделений на первичных кристаллах.

Рост концентрации Mg в сплавах обеспечивает уменьшение размера зерна. При увеличении концентрации с 2 до 6.7 - 10 % средний размер зерна слитка уменьшается с 320±20 до 150±13 мкм (рис.1.1). Объяснить явление можно эффектом структурного переохлаждения за счет увеличения содержания Mg и доли неравновесной второй фазы на фронте кристаллизации, сдерживающих рост дендрита [52].

Аналогичный эффект обеспечивает дополнительное легирование эрбием, который приводит к уменьшению среднего размера зерна сплавов Al-(2-4.8) %Mg-0.25 %Zr при прочих равных (рис.1.1к). При 3 - 5 %Mg, легирование до 0.28 %Zr или (0.1 - 0.2) %Sc и (0.1 - 0.2) %Zr совместно при выбранных условиях литья не уменьшает размер зерна, дисперсоидообразующие элементы находятся преимущественно в Al твердом растворе. Mn (до 1.4 %) и Cr (до 0.35 %) также не оказывают модифицирующего эффекта (рис.1.1е). При 3-5 %Mg средний размер зерна 100-150 мкм. При 0.3%Zr и 4.5 - 5 %Mg в выбранных условиях литья средний размер зерна уменьшается до 64±7 мкм (рис.1.1г,м), а при дополнительном легировании 0.3 %Er до 35±4 мкм (рис.1.1л), т.е. выраженному модифицирующему эффекту ввиду формирования первичных кристаллов Al_3Zr фазы. Во избежание формирования первичных Al_3Zr кристаллов или перегрева расплава, содержание циркония в магналиях было ограничено 0.25 % при 3 - 4 %Mg и 0.2 % при 4.8 - 5 %Mg. При концентрациях до 0.2 %Sc и 0.3 %Zr в сплавах систем Al-Zn-Mg-Cu, Al-Mg-Si-Cu, Al-Cu-Mg не выявлено первичных Zr-содержащих кристаллов и модифицирующего эффекта.

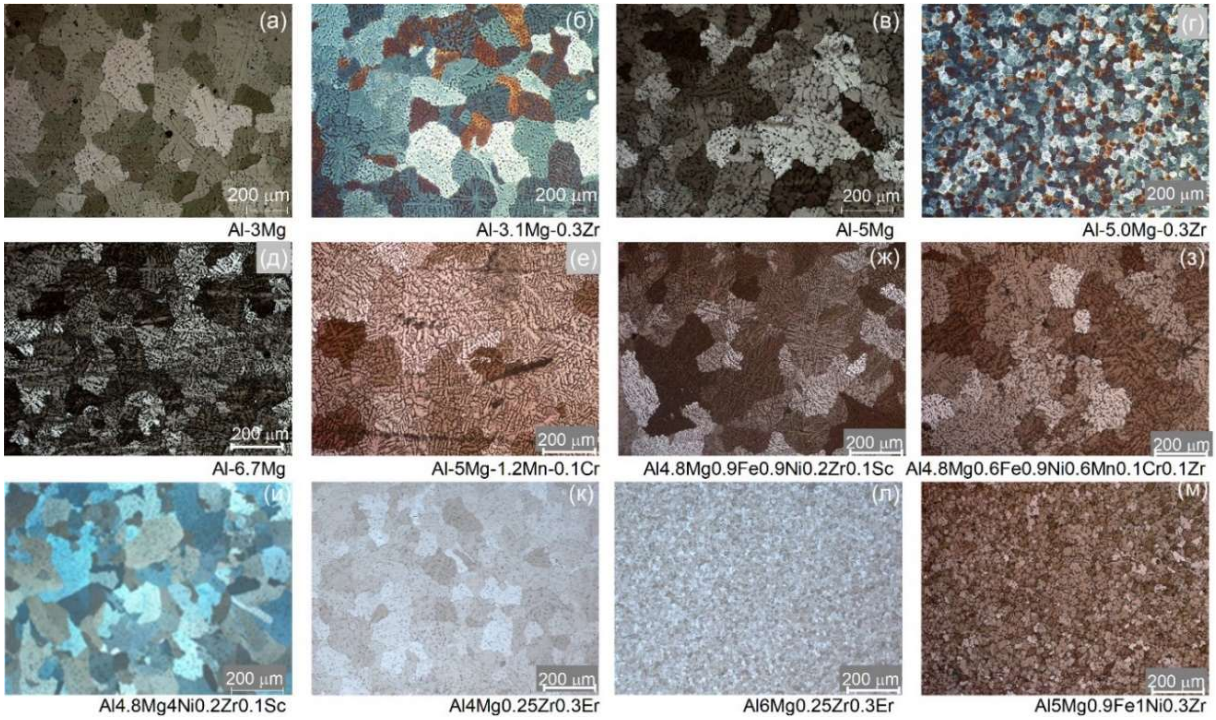


Рисунок 1.1 - Микроструктура сплавов на основе системы Al-Mg в литом состоянии (СМ, поляризованный свет, сплавы указаны на рисунках)

Введение 0.5 - 0.7 %Y в сплавы типа авиаль с 0.2 %Sc и 0.2 %Zr уменьшает размер зерна слитка до 25±3 мкм. Механизм модифицирующего эффекта связан как со структурным переохлаждением ввиду эвтектической фазы с Y, так и выделением первичных кристаллов $Al_3(Sc,Zr)$, обнаруженных в литой структуре, т.е. иттрий дополнительно уменьшает растворимость скандия и циркония.

Легирование Ni, совместно Fe и Ni или Fe и Ce, оказывает слабое влияние на зеренную структуру (рис.1.1в,ж,з,и), размер зерна 100-200 мкм и близок к сплавам сравнения без эвтектикообразующих элементов. В сплавах псевдоматричного типа ввиду близости к эвтектической точке, вероятно, меняются условия кристаллизации, происходит рост многофазного эвтектического кристалла. В таком случае механизм структурного переохлаждения, эффективный для преимущественно дендритной формы роста зерен твердого раствора, в сплавах с большой долей эвтектики не столь эффективен. Дополнительную роль может играть степень переохлаждения относительно температуры ликвидус, которая зависит от состава, снижаясь с ростом доли эвтектики.

1.2 Сплавы с матричным типом структуры

1.2.1 Параметры частиц после кристаллизации и гомогенизационного отжига

Структуру матричного типа имеют сплавы, содержащие менее 3 % нерастворимых при сверхпластическом течении крупных частиц второй фазы. Структура в литом состоянии представлена дендритами твердого раствора (Al) с выраженной дендритной ликвацией по основным легирующим элементам (Mg, Zn, Cu), включениями

неравновесных растворимых при гомогенизации фаз кристаллизационного происхождения на периферии дендритных ячеек, образованных данными элементами и включениями нерастворимых фаз с Mn, Cr и РЗМ, при их наличии.

Анализ фазового состава проводили при помощи РФА (рис.1.2), а при малой доле частиц – СЭМ/ПЭМ-ЭДА. Неравновесная β-Al_3Mg_2 фаза выявляется при >3 %Mg. В сплавах с цинком и магнием выделяется $MgZn_2$, и в сплавах с повышенным соотношением Mg/Zn фаза T(Al_3Mg_2Zn). В сплавах на основе Al-Mg-Si-Cu - фазы Mg_2Si, Q($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$), и единичные включения θ-$CuAl_2$. Неравновесные включения указанных фаз ожидаемо растворяются при гомогенизационном отжиге с температурой не более 500°C и затем обнаруживаются только в виде вторичных выделений, образовавшихся при охлаждении с температуры термической и деформационной обработки.

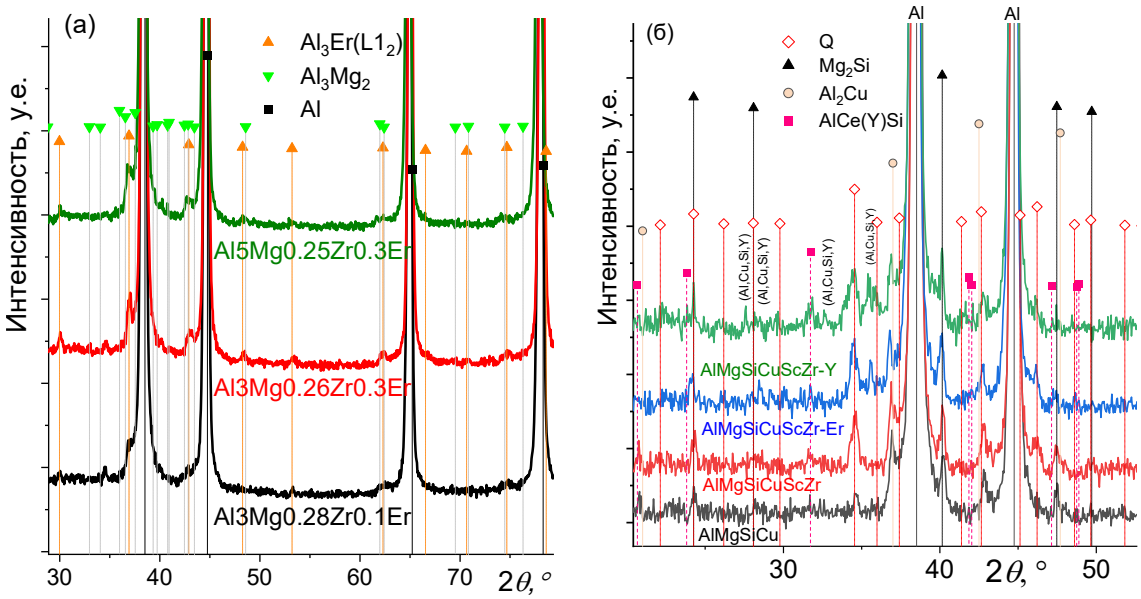


Рисунок 1.2 – Рентгеновские дифрактограммы сплавов систем (а) Al-Mg-Er [91] (б) Al-Mg-Si-Cu-(Er,Y) [90] в литом состоянии

В сплавах на основе системы Al-Mg-Mn, в том числе промышленных AA5083 и Alnovi-U, кристаллизуется Al_6Mn с растворенным Fe и Cr при его концентрации 0.2 - 0.3 %, с объемной долей до 2% при содержании до 1.4%Mn (рис. 1.3). В сплавах Al-Mg-Zn-(Cu)-Cr формируется $Al_{18}Mg_2Cr_3$. Размеры частиц фаз эвтектического происхождения после кристаллизации варьируются от десятых долей до нескольких микрометров. Частицы Mn и Cr-содержащих фаз слабо меняют морфологию после гомогенизационного отжига (КФ в литом и гомогенизированном состоянии 0.7 - 0.8).

Легирование до 0.2 %Zr (в отдельных случаях до 0.28 %) и до 0.2 %Sc сплавов на основе Al-Mg, Al-Mg-Zn-Cu и Al-Cu-Mn, содержащих не более 5 %Mg, в реализуемых условиях литья не приводит к появлению первичных кристаллов типа Al_3Zr. Согласно энерго-дисперсионному анализу Zr и Sc равномерно распределены по сечению шлифа.

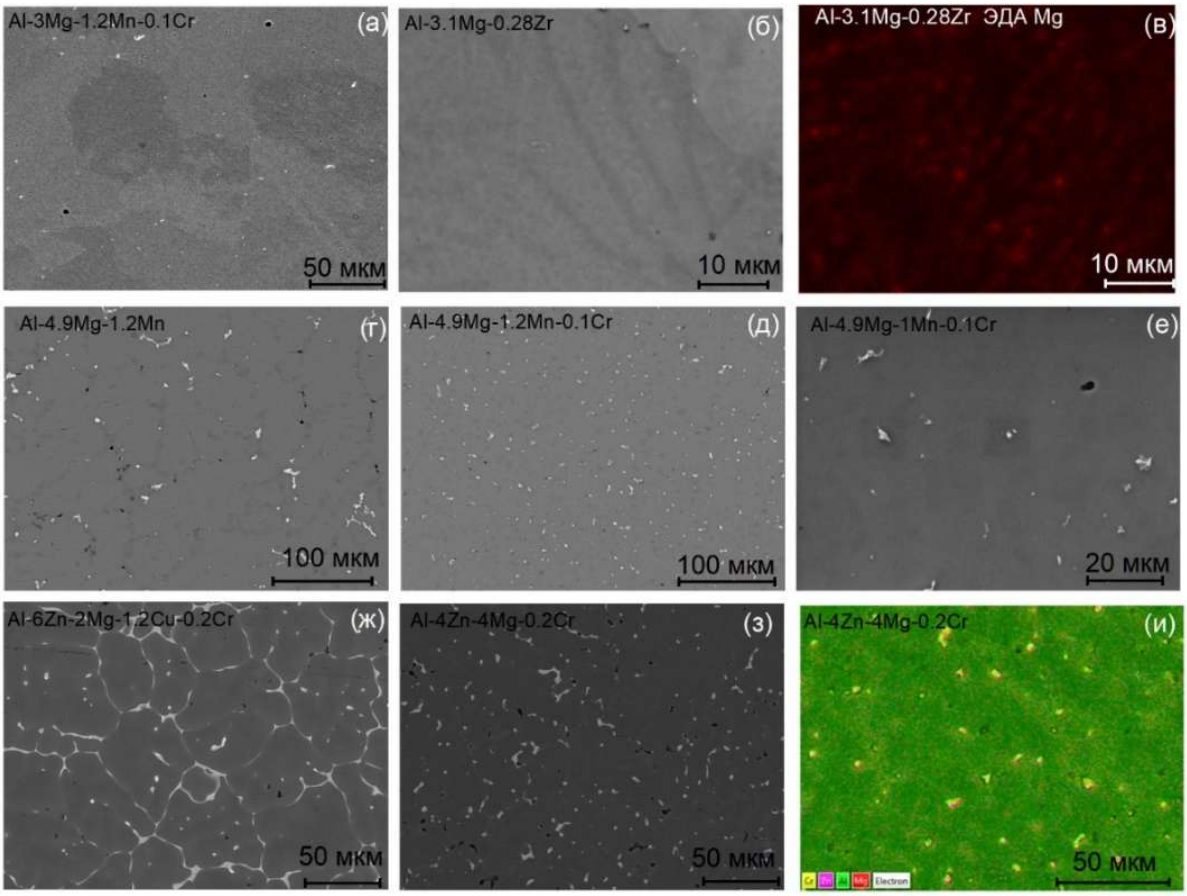


Рисунок 1.3 – Типичные микроструктуры сплавов матричного типа систем (а-е) Al-Mg [47,52,74,77] и (ж-и) Al-Mg-Zn-(Cu) [42,69] в литом состоянии

Перспективным Sc-заменяющим элементом является Er [173]. Легирование (0.1 - 0.3) %Er сплавов Al-Mg-Zr (~2-5 %Mg и ~0.25 %Zr) приводит к образованию на периферии дендритной ячейки фаз богатых Er, не содержащих Zr (рис.1.2а,1.4) [91]. По данным ЭДА твердый раствор содержит ~0.25 %Zr, ~0.15 %Er и 1.9 - 4.9 %Mg. Объемная доля частиц кристаллизационного происхождения увеличивается с ~0.9 до 1.4% с увеличением содержания Er от 0.1 до 0.3%. Повышение содержания Mg в сплавах также приводит к росту объемной доли частиц при постоянном содержании 0.3 %Er. Преимущественно кристаллизуется фаза $fm\bar{3}m$ Al_3Er, которую идентифицировали по данным РФА (рис. 1.2а). Морфология частиц зависит от концентрации Mg. При 2 %Mg частицы сферические и содержат только Al и Er (рис. 1.4). При 3 - 5 %Mg формируются вытянутые включения фазы с Er и Mg (рис.1.4в), согласно ЭДА с 29 - 32 мас% (6.1 - 7.1 ат%) Er и 6 - 10 мас% (8.8 - 15.1 ат%) Mg (рис. 1.4е). После гомогенизационного отжига, при 2 %Mg средний размер частиц 0.8±0.1 мкм, при 3 - 5 %Mg 1.1 - 1.2 мкм (±0.2 мкм). По данным РФА формируется $L1_2$-Al_3Er фаза, т.е. Mg растворяется в данной фазе, вероятно, замещая атомы Al, что согласуется с [174,175]. При этом, Mg находится преимущественно в твердом растворе на основе Al, а первично-кристаллизующихся фаз с Er и Zr при 0.25 %Zr не выявлено, что позволяет считать эрбий перспективным легирующим

элементом для магналиев.

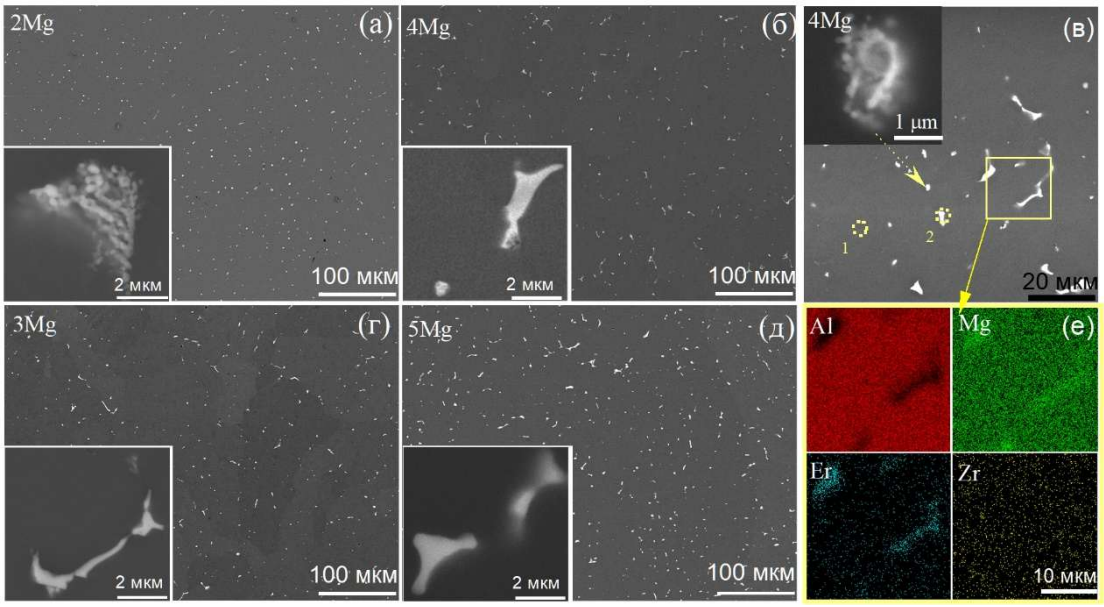


Рисунок 1.4 – Микроструктуры сплавов системы Al-Mg-Er-Zr после (а-г) литья и (д) гомогенизационного отжига, (е) карты распределения элементов на выделенном участке [91]

Более сложный фазовый состав при введении РЗМ имеют авиали (рис. 1.5,1.6). По данным ЭДА в сплавах системы Al-Mg-Si-Cu со Sc предположительно кристаллизуется фаза с Si и Sc - $AlSi_2Sc_2$ [176]. Доля Sc-содержащих частиц уменьшается при снижении содержания Sc с 0.2 до 0.1 %, Si с 1.2 до 0.3 % и не меняется при увеличении содержания Mg с 1.2 до 2 %. При 0.8 % Si фаза со Sc и Si в отожженном состоянии идентифицировалась при 0.1 % Sc, но в виде единичных включений (рис.1.5г-д). Частиц со Sc кристаллизационного происхождения не обнаружено в сплавах, содержащих 0.05 % Sc и до 0.8 % Si. При большем содержании кремния – 1%, число включений со Sc и Si неблагоприятно увеличивалось.

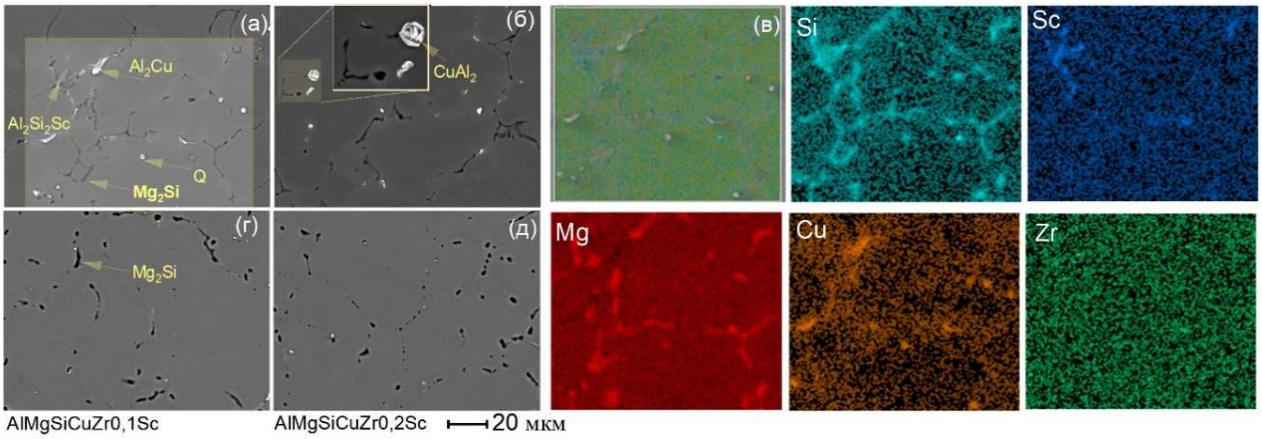


Рисунок 1.5 – Микроструктура матричных сплавов Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-Sc (а,в,д) с 0.2Sc (б,г) с 0.1Sc и после (а-в) литья и (г-д) отжига, (в) ЭДА-карты распределения легирующих элементов [102]

Легирование Er или Y (0.4-0.6%) сплавов Al-Mg-Si-Cu-Sc-Zr приводит к

кристаллизации в составе эвтектик Y- или Er-содержащих фаз с Si и Cu. Основные дифракционные пики (рис.1.2б) как в сплавах с РЗМ, так и в сплавах-сравнения, соответствуют фазам Mg_2Si, Q ($Al_5Mg_8Si_4Cu_2$) и $CuAl_2$, что согласуется с ЭДА (рис.1.6-1.7). Точно идентифицировать фазы с РЗМ не удалось, интенсивные рефлексы, которые не совпадают со сплавами-сравнения без РЗМ лежат между углами 2θ=35-36° (рис. 1.2б) [90].

В ПЭМ в сплаве Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr с 0.2Sc и 0.5Y после 3 ч отжига слитка при 480 °C также обнаружены микронные частицы пластинчатой формы с двойниками (рис.1.8). Частицы содержат 15-20 ат%Si, 15-18 ат%Y, 1.5-2.5 ат%Sc и медь (концентрацию меди установить ЭДА точно нельзя ввиду фонового сигнала от медного держателя в ПЭМ). Концентрация указанных элементов закономерно выше в частицах вторых фаз по сравнению с матричным твердым раствором (рис. 1.8е,ж). Установить точные параметры решетки не удалось ввиду недостаточного числа микроэлектронограмм с разных осей зон .

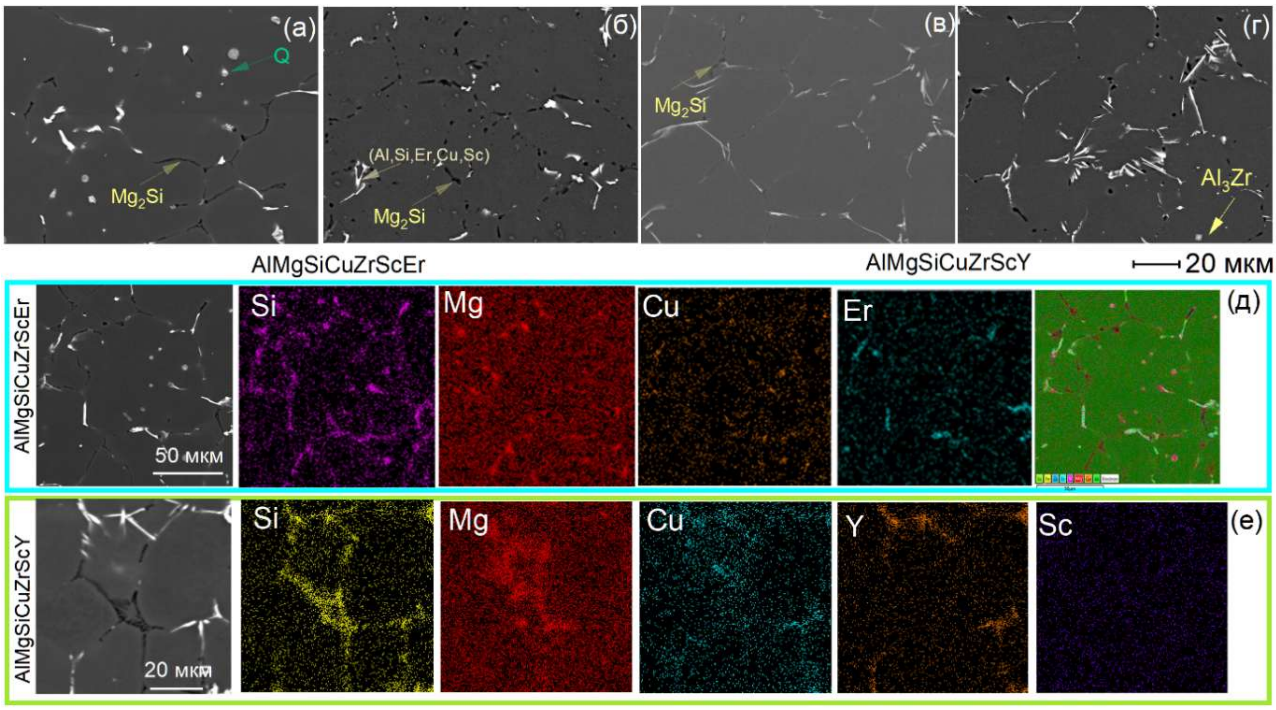


Рисунок 1.6 – Микроструктуры сплавов Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-РЗМ в (а-в, д-е) литом и (б,г) отожженном состояниях, (д,е) ЭДА карты распределения легирующих элементов при (д) 0.1Sc и 0.4Er, (е) 0.2Sc и 0.5Y [90]

По данным ЭДА и РФА (рис. 1.2б, 1.6, 1.7, 1.8), в сплавах с Er можно образуется $AlEr_2Si$ и Al_8Cu_4Er фазы, в сплавах с Y $Al_8Cu_2Y_3$ с орторомбической решеткой или $Al_{11}Y_3$, в которой Si и Cu замещают Al, а Sc – Y, некоторые рефлексы на электронограмме указывают на фазу AlYSi (аналог AlCeSi), в которой также могут растворяться другие элементы. Возможна кристаллизация более сложных четверных соединений, например ($Al_{11}Cu_2Si_2Y_2$) [177] с растворенным Sc. Отметим, что в твердом растворе после гомогенизации содержание меди и кремния ниже ожидаемого ввиду формирования

эвтектик с РЗМ и данными элементами.

Важно отметить неблагоприятную игольчатую/пластинчатую морфологию включений фаз с РЗМ и Si, особенно в сплаве с Y (рис.1.6 в,г), которые не меняют морфологию при используемых температурах отжига.

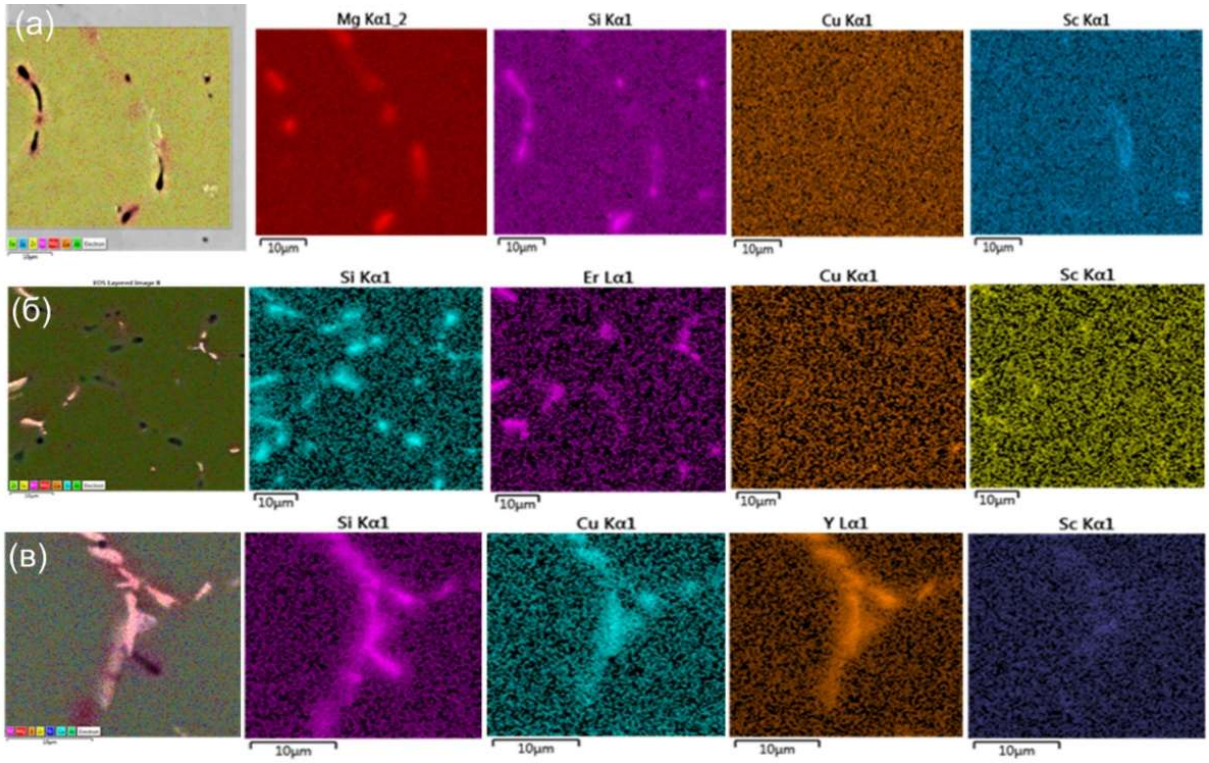


Рисунок 1.7 – Карты распределения легирующих элементов в сплавах на основе системы Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-РЗМ (сплавы с малыми добавками (а) 0.2Sc, (б) 0.1Sc,0.4Er (в) 0.2Sc,0.5Y

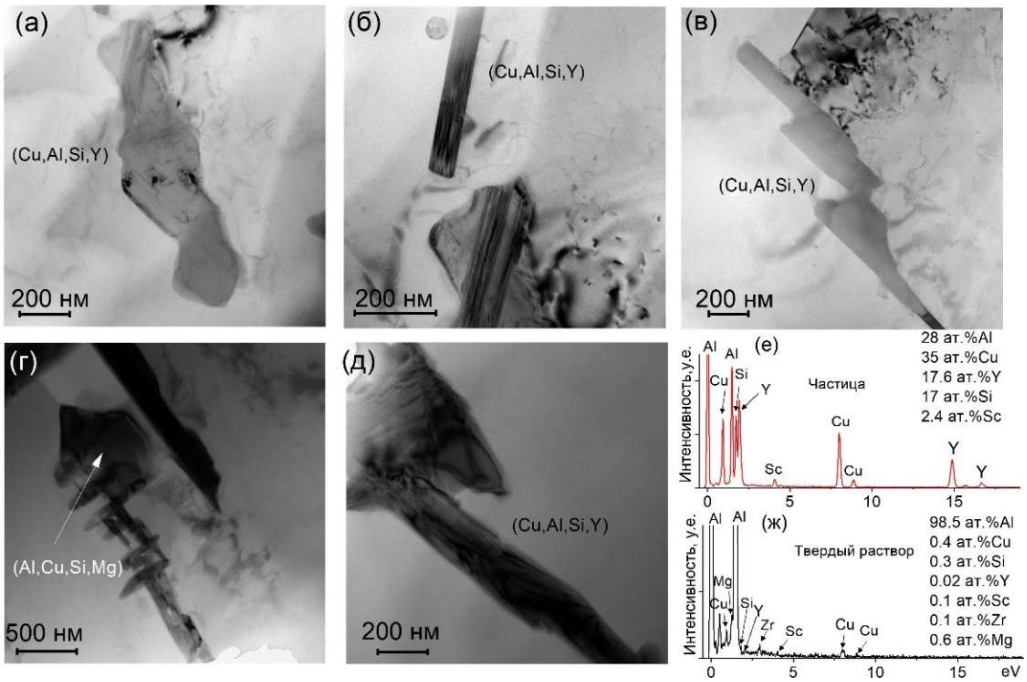


Рисунок 1.8 – Морфология и типичный химический состав (ат %) частиц вторых фаз кристаллизационного происхождения в сплаве Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc-Y (ПЭМ) после 3 ч отжига слитка при 480 °С [102]

В спавах с Y и Er формируется $AlSc_2Si_2$ (рис. 1.7а), в которой возможно замещение

Sc данными элементами. Содержание Sc в 85 % проанализированных частиц выше, чем средняя концентрация в сплавах, локализация очевидна на картах распределения элементов (рис. 1.7). Повышение содержания Mg выявлено только в фазе Mg_2Si. Таким образом, для авиалей нецелесообразно введение более 0.1%Sc. Легирование Er и Y частично связывает основные элементы – Cu и Si, в значимом количестве, и Sc, что нежелательно с позиции прочностных характеристик и сдерживания роста зерен [90]. Дисперсоидообразующий эффект должен давать цирконий, не обнаруженный в вторых фазах кристаллизационного происхождения и оставшиеся в Al растворе РЗМ.

1.2.2 Параметры частиц после термомеханической обработки

В сплавах с матричным типом структуры в горячекатаном и холоднокатаном состояниях при суммарном обжатии 50 - 70 % частицы образуют строчки в направлении прокатки (рис.1.9). При увеличении обжатия до 90-92 %, строчки сохраняются в сплавах с 0.6 - 0.7 %Mn, объемная доля частиц 0.5%.

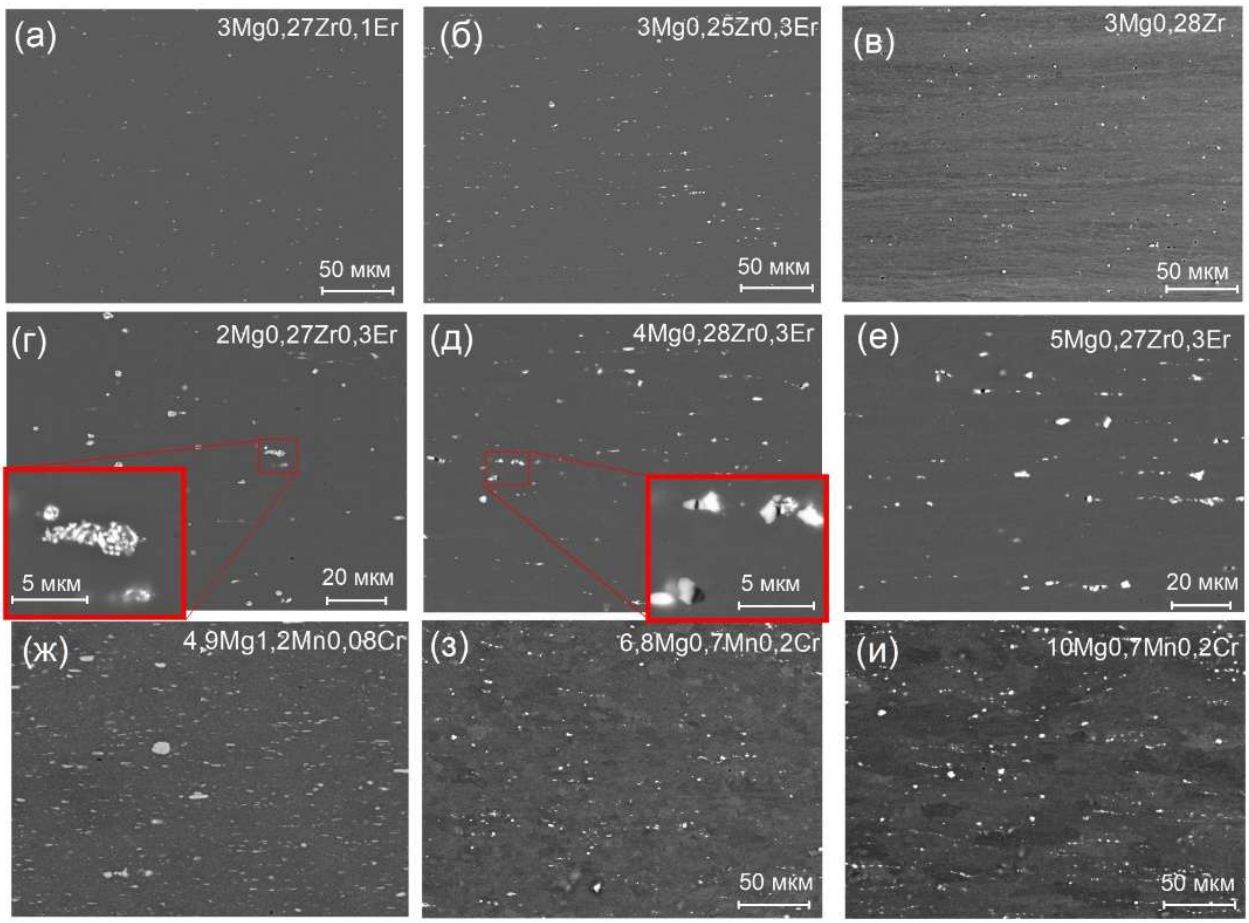


Рисунок 1.9 – Микроструктура холоднокатаных сплавов на основе системы Al-Mg с матричным типом структуры (составы указаны на рисунках а-и) [52,91]

В сплавах типа Alnovi-U с 1.2-1.4 %Mn структура в холоднодеформированном состоянии представляет собой матрицу с однородным распределением частиц Mn-содержащей фазы, с повышенной по сравнению с фоном концентрацией железа, вероятно,

$Al_6(Mn,Fe)$. Если в литом состоянии доля частиц 0.8±0.1 %, после ТМО (1.9-2.5)±0.3 % в зависимости от содержания Mn, а КФ составляет 0.90±0.03. Рост объемной доли частиц можно связать с дополнительным выделением фазы при отжиге слитка, т.е. примерно половина частиц на рис. 1.9ж являются вторичными выделениями.

В магналиях с Er (рис. 1.9а,б,г,д,е) средний размер Er-содержащих частиц после прокатки уменьшается по сравнению с гомогенизированным состоянием и составляет (0.7-0.9)±0.1 мкм с долей 1.1±0.2 % при 2.1 % Mg (при этом частицы формируют скопления, рис.1.9г) и 1.2±0.2 мкм с долей 1.7±0.2 % при 3 - 5 % Mg, КФ=0.83±0.03.

В авиалях формируются строчки частиц Mg_2Si и фаз с РЗМ (Y и Er) (рис. 1.10). КФ фазы Mg_2Si 0.85±0.05, средний размер частиц от 0.6 до 0.7 мкм. Частицы фазы с Y раздробились по сравнению с гомогенизированным состоянием, но сохранили пластинчатую форму и средние значения КФ=0.72±0.03. Более компактную равноосную морфологию после прокатки имеют частицы с эрбием, КФ=0.83±0.03. Объемная доля частиц в обоих сплавах 1.5±0.2 %, а средний размер после прокатки 0.6-0.7 мкм.

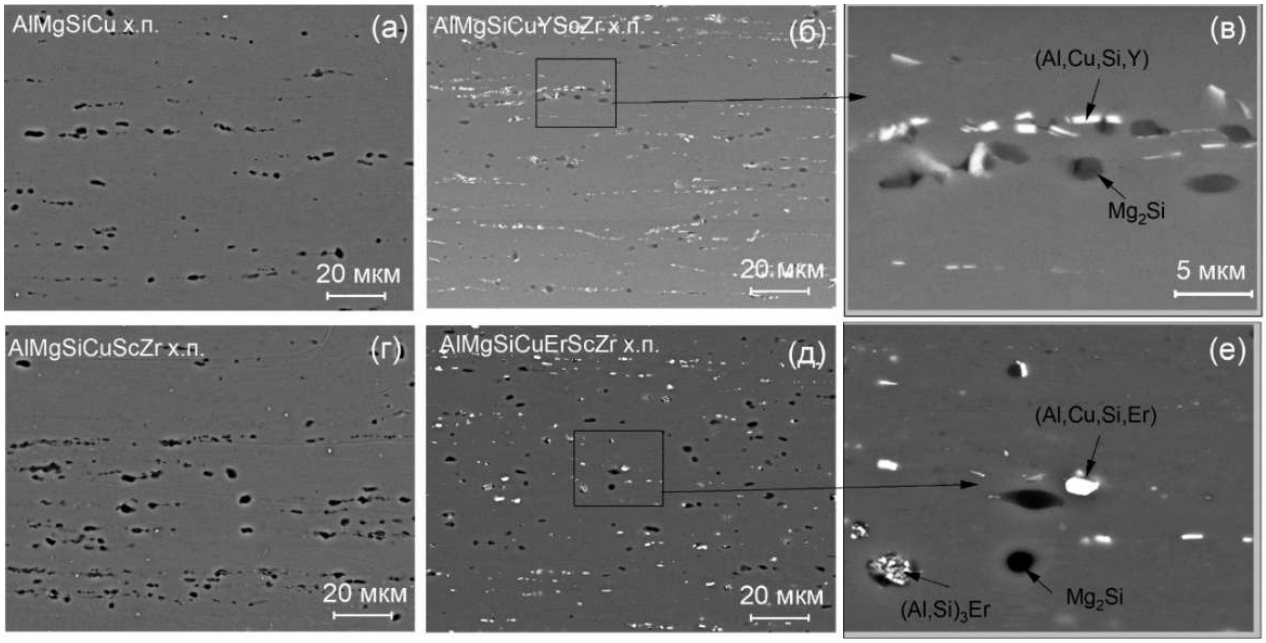


Рисунок 1.10 – Частицы вторых фаз в сплавах (а) Al1.2Mg0.8Si1Cu, (б,в) Al1.2Mg0.8Si1Cu0.5Y0.2Sc0.2Zr, (г) Al1.2Mg0.8Si1Cu0.2Zr0.1Sc, (д,е) с Al1.2Mg0.8Si1Cu0.5Er0.1Sc0.2Zr в холоднокатанном состоянии [90,95]

Микронные частицы в сплавах с матричным типом структуры выделяются при использовании отжига-гетерогенизации (Rockwell технология [144]). В сплавах систем Al-Zn-Mg-(Cu) и Al-Mg возможно выделение из раствора фаз η/T и β-Al_3Mg_2 соответственно, которые, как и фазы кристаллизационного происхождения, способны достигать размеров около 1 мкм и стимулировать зародышеобразование при рекристаллизации (рис.1.11, 1.12).

В исследуемых сплавах с матричным типом структуры Al-(4.1-3.5) %Zn-(3.9-4.5) %Mg-0.8 %Cu-0.28 %Zr и Al-(6-6.5) %Zn-(2-2.5) %Mg-0.8 %Cu-0.2 %Cr при

гетерогенизационном отжиге (400°С, 8ч [144]) горячекатаных и далее закаленных с температуры 480°С заготовок, выделяются частицы размерами 0.3 - 1.8 мкм и среднего размера 0.8±0.3 мкм (рис. 1.11). При этом в сплавах с низким соотношением Mg/Zn технология включает закалку горячекатанной заготовки перед проведением отжига-гетерогенизации для выеления η фазы, а Т фаза однородно распределяется в матрице при использовании отжига непосредственно после горячей прокатки.

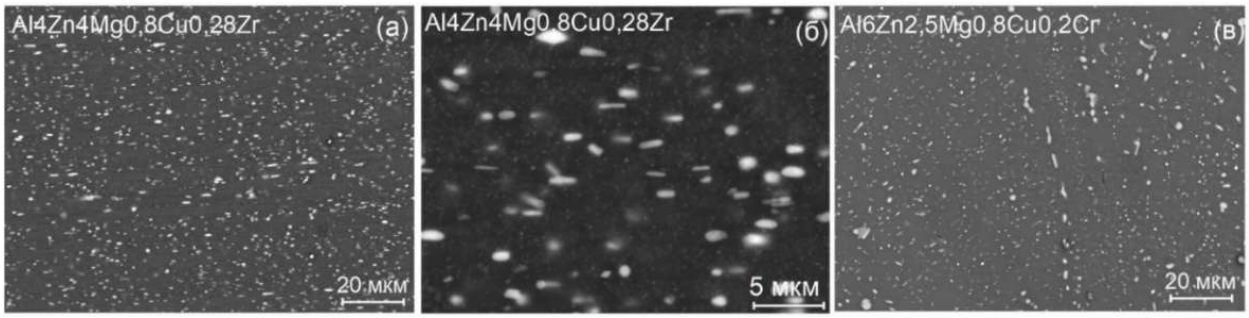


Рисунок 1.11 – Микроструктура матричных сплавов (а,б) Al4Mg4Zn0.8Cu0.28Zr и (в) Al6Zn2.2Mg0.8Cu0.2Cr (AA7475) после отжига при 400 °С, 8 ч

Для установления возможности использования β-Al_3Mg_2 для стимулирования зарождения новых зерен в магналиях использовали разные режимы обработки на примере модельных сплавов Al-(3-10)%Mg-0.7%Mn, Al-(3-10)%Mg-0.7%Mn-0.15%Cr а также промышленный лист 1565ч. Чем больше содержание магния, тем больше возможная объемная доля вторичных частиц фазы Al_3Mg_2. Горячекатаные на 50% заготовки закаливали в воду с температуры 430±5 °С и подвергали обработкам по режимам [52]: 1) прокатка до 1 мм при 20 °С с обжатием 90 %, 2) прокатка при комнатной температуре 50%, гетерогенизационный отжиг при температуре 0.9 $T_{сольвус}$ и прокатка до 1 мм при 20 ºС с обжатием 80 %. Суммарная накопленная степень холодной деформации была одинакова. Температуру и время промежуточного гетерогенизационного отжига определяли, ориентируясь на однородность распределения включений фазы Al_3Mg_2 после 6-24 часов отжига при 150 - 300 °С (рис. 1.12) [62,71]. При 150-180 °С β-фаза формируется преимущественно на ГЗ. Отжиг вблизи сольвуса (0.9 $T_{сольв}$) в течение 6-8 часов обеспечивает максимальную плотность и равномерность распределения выделений по телу зерен при 4-6.5 %Mg [52]. Повышение температуры приводит к растворению частиц. Анализ зеренной структуры сплавов с Al_3Mg_2 фазой показал ее эффективное влияние на уменьшение размера зерна после рекристаллизации (см. Главу 4).

Фазы, образованные основными растворимыми элементами ожидаемо растворяются при температуре СПД и их использование возможно для управления кинетикой статической рекристаллизации на стадии получения листа. Частицы кристаллизационного происхождения равновесных фаз останутся стабильны при температурах

сверхпластической деформации и смогут оказывать влияние как на стадии формирования структуры при нагреве до температуры СПД, так и во время самой деформации.

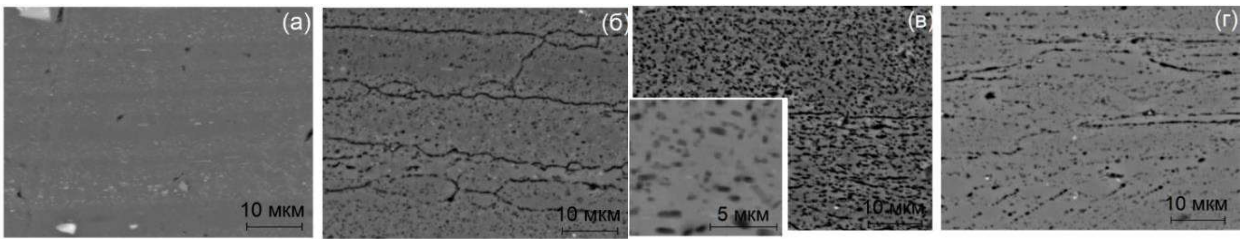


Рисунок 1.12 – Микроструктура Al–5.7Mg–0.7Mn–0.15Cr после (а) закалки с температуры горячей прокатки и (б-г) после 6–8 ч гетерогенизационного отжига при (б) 200, (в) 230, (г) 250 °C [52,62,71]

Отметим, что легирование дисперсоидобразующими РЗМ (Er, Y) целесообразно в небольших концентрациях, близких к пределам растворимости, избыток элементов приводит к формированию крупных частиц кристаллизационного происхождения. Нерастворимые фазы с основными легирующими элементами, в первую очередь Cu и Si, неизбежно снизят содержание элементов в растворе и эффект упрочнения при низкотемпературном старении. Избыток кремния связывает Sc, что осложняет выбор составов сверхпластичных сплавов, так как с учетом малолегированного твердого раствора для данных сплавов желательно присутствие повышенной доли дисперсной $L1_2$ фазы, стабилизирующей зеренную структуру. Кроме того, в присутствии кремния морфология частиц с данными РЗМ неблагоприятная. Таким образом, Mn обеспечивает менее 3% крупных частиц, а увеличение Y и Er приведет к росту себестоимости сплавов и связыванию основных элементов (Si,Cu) и Sc, что не укладывается в предложенную концепцию. Рассмотрим альтернативные эвтектикообразующие элементы, перспективные для создания сплавов псевдоматричного типа.

1.3 Сплавы с псевдоматричным типом структуры

По данным РФА, ЭДА и диаграммам состояния, основные фазы, свойственные соответствующим матричным сплавам в литом состоянии, сохраняются в псевдоматричных сплавах с эвтектической составляющей, при этом формируются дополнительные фазы. Церий формирует фазу α-$Al_{11}Ce_3$, которая отличается повышенной термической стабильностью [147,153,178], и более сложные фазы при наличии прочих элементов, никель – фазу Al_3Ni [151] [155], совместное легирование Ni и Fe – фазу Al_9FeNi [146,152–154], частицы которых способны принимать благоприятную околосферическую форму.

1.3.1 Параметры частиц после кристаллизации и гомогенизационного отжига

Сплавы с церием. Легирование магналиев (с 4-6 %Mg) 0.9 - 1 %Ce совместно с 0.5 - 0.8 %Fe образует согласно РФА и ПЭМ фазы $Al_{11}Ce_3$ и $Al_{10}CeFe_2$ (рис. 1.13 - 1.15).

Аналогичные фазы образуются при содержании до 0.25%Zr и 0.1%Sc (данные элементы остаются в Al твердом растворе после кристаллизации).

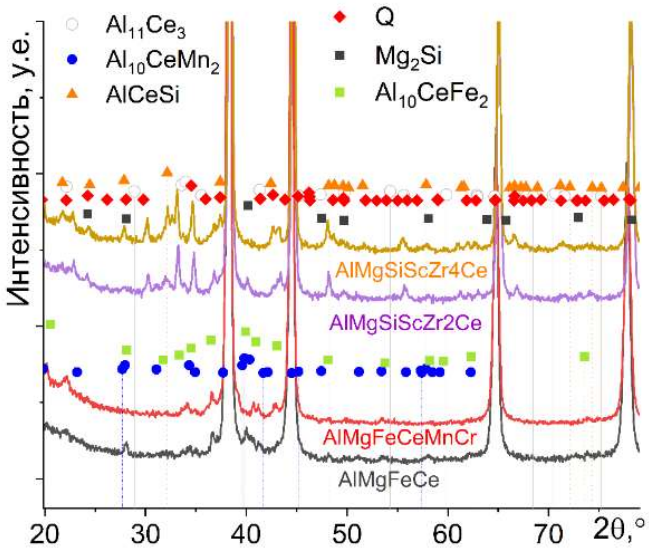


Рисунок 1.13 – Рентгеновские дифрактограммы сплавов с Ce [73,76,95]

При дополнительном легировании Mn и Cr, по данным РФА и ПЭМ кристаллизуются $Al_{10}CeFe_2$, $Al_{20}CeMn_2$ и $Al_6(Mn,Fe)$ фазы (рис.1.13, 1.14, 1.16). В данных фазах Cr и Fe замещают атомы Mn и Ce, как показывает ПЭМ-ЭДА (рис.1.16ж). Выделения богатые Mn, Cr, Fe, существенных изменений при гомогенизации не претерпевают (рис. 1.14б,в).

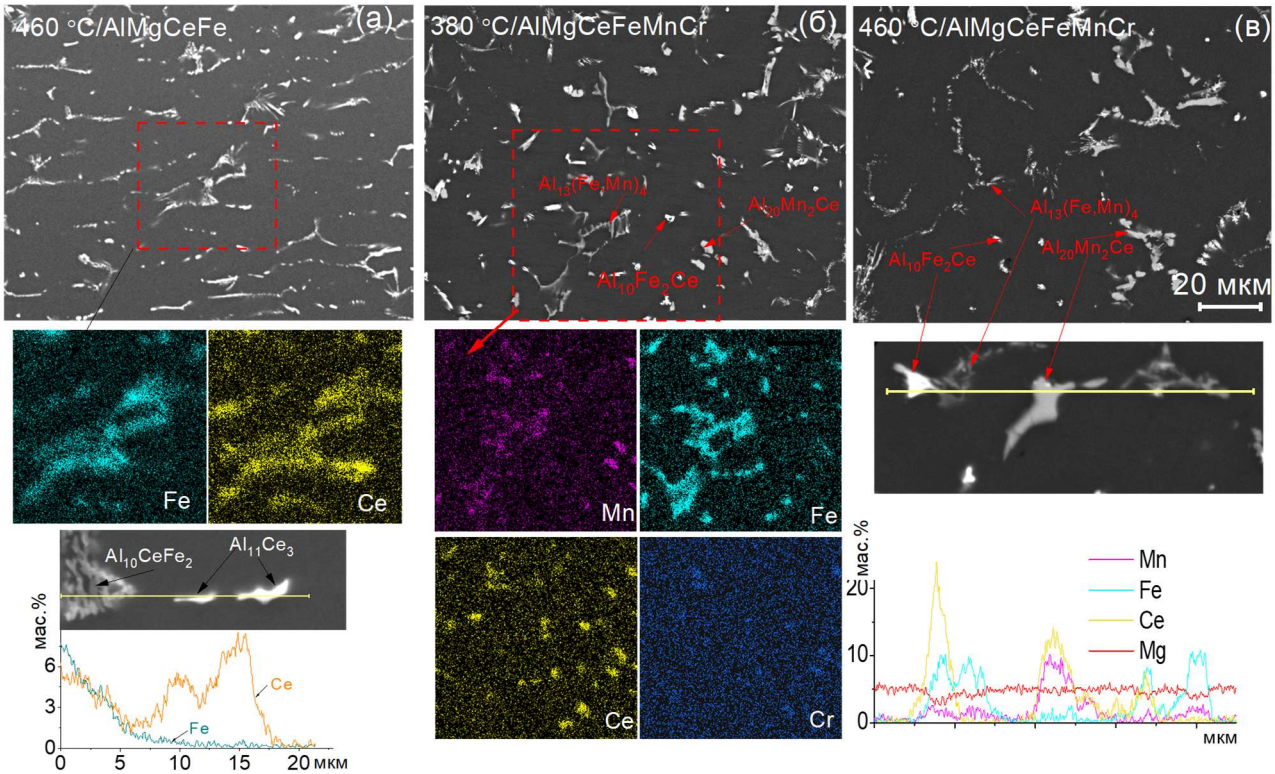


Рисунок 1.14 – Микроструктура сплавов Al-4.8Mg-1Ce-0.6Fe в гомогенизированном состоянии (а) без дополнительных легирующих элементов [76] и (б, в) с 0.6Mn, 0.15Cr, 0.1Zr [73] после отжига при 380 и 460 °C и соответствующие карты распределения элементов на выделенных участках

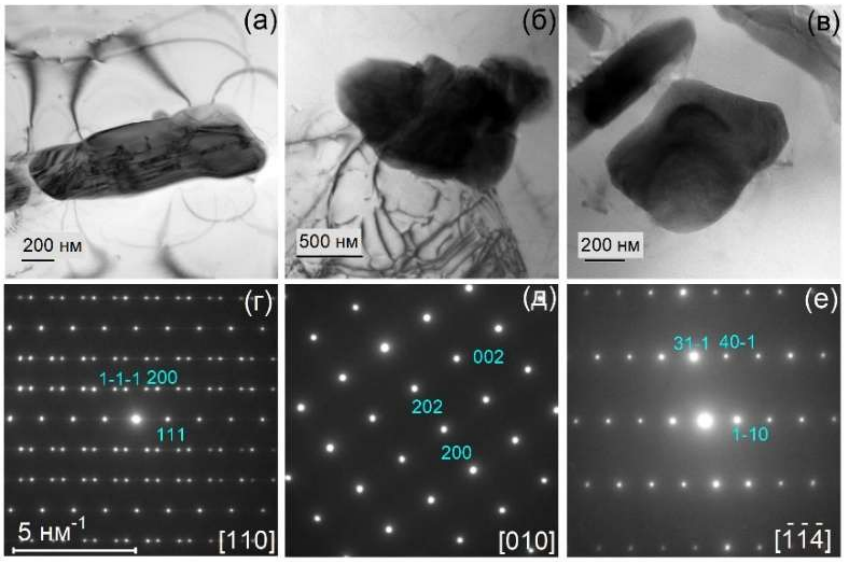


Рисунок 1.15 – Анализ частиц Al-Mg-Fe-Ce в ПЭМ; (а-г) светлое поле, (д-ж) электронограммы [76]

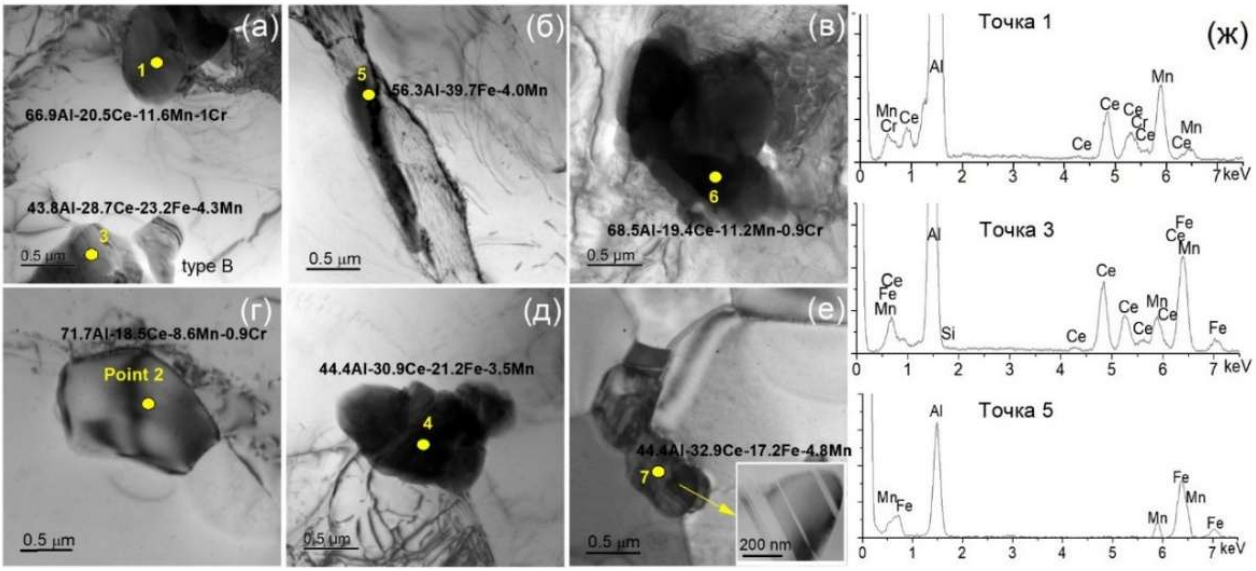


Рисунок 1.16 – (а-е) Частицы в сплаве Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr в гомогенизированном состоянии и (ж) ЭДА в выбранных точках [73]

При легировании церием сплавов системы Al-Mg-Si-Cu формируются вытянутые частицы вторых фаз с Ce, Si и Cu (рис. 1.17, 1.18). Ввиду образования фазы с Si, с увеличением концентрации Ce доля Mg_2Si уменьшается, а при 4 %Ce Mg_2Si отсутствует. Отжиг не приводит к изменению морфологии Ce-содержащих фаз, которые сохраняют пластинчатую форму. Фрагментируется и сфероидизируется только фаза Mg_2Si, как и в других сплавах данной системы. Отметим, что морфология частиц фаз с Ce и Fe в магналиях (с 0.05%Si) более компактная, частицы дисперснее частиц фаз с Ce и Si в авиалях при аналогичных условиях кристаллизации и термической обработки. ПЭМ-ЭДА анализ предполагает два типа фаз с повышенным содержанием Ce: с повышенным содержанием меди (точка 1 на рис. 1.18) или с повышенным содержанием кремния (точка 2 на рис 1.18) [95].

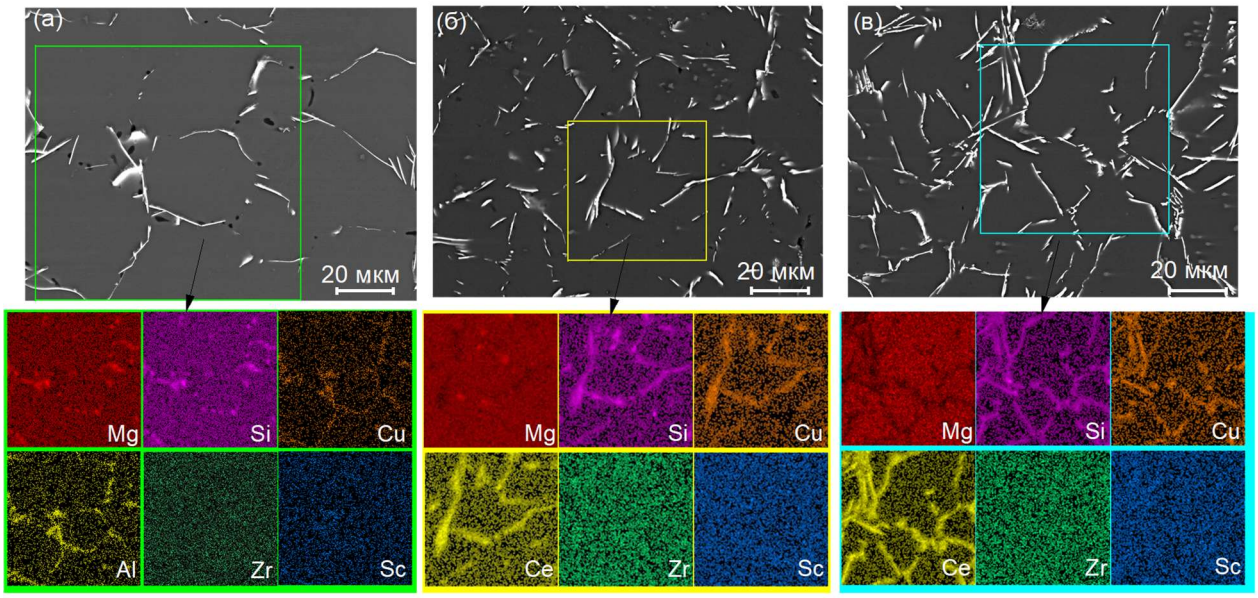


Рисунок 1.17 – Микроструктура отожженных сплавов системы Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-Ce с (а) 1 % Ce (б) 2 % Ce, (в) 4 % Ce [95] и ЭДА карты распределения элементов на выделенных фрагментах

Сравнительный анализ совокупности данных РФА и микроструктурного анализа говорит о кристаллизации $Al_{11}Ce_3$ и AlCeSi в авиалях с церием, при этом по данным РФА доля $Al_{11}Ce_3$ увеличивается при увеличении содержания церия с 1 до 4 %. Некоторые дифракционные пики не удалось идентифицировать, но с учетом ЭДА анализа формируется фаза (Al,Cu,Ce,Si), определить точную стехиометрию которой трудно ввиду медного держателя. Кроме того, медь может растворяться в AlCeSi фазе, а оба элемента Cu и Si могут растворяться в $Al_{11}Ce_3$ фазе без изменения параметров решетки.

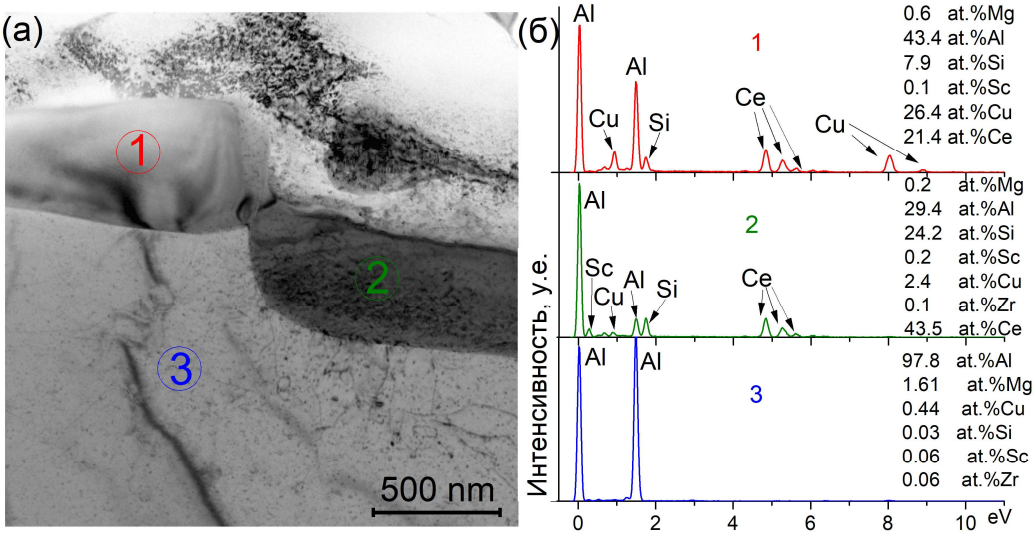


Рисунок 1.18 – ПЭМ изображения и данные ЭДА для сплава с 4 % Ce [95]

Принципиально, что в магналиях Ce и Fe в исследуемых концентрациях не связывают магний, не приводят к формированию фаз кристаллизационного происхождения с Zr и Sc, а основная доля Cr и Mn находится в твердом растворе, что должно обеспечить формирование дисперсоидов. Фазы с Ce в магналиях способны фрагментироваться и

сфероидизироваться. Напротив, Ce связывает практически весь Si и часть Cu, что однозначно приведет к снижению эффекта старения в термически упрочняемых сплавах. Потенциально можно рассмотреть увеличение содержания кремния в авиалях, для сохранения эффекта от закалки и старения, однако от этого, как и в случае сплавов с иттрием, отказались ввиду неблагоприятной морфологии фаз с Ce и Si и формирования фазы со Sc и Si, при избытке последнего.

Сплавы с никелем. При легировании сплавов систем Al-Mg, Al-Mg-Si-Cu, Al-Mg-Zn-(Cu) от 1 до 4 % Ni формируется Al_3Ni фаза (РФА на рис.1.19). Доля Al_3Ni увеличивается с увеличением содержания никеля, приобретая типичное для нормальной эвтектики колониальное строение (рис. 1.20-1.22). Колонии эвтектики тонкопластинчатые и отличаются повышенной дисперсностью вне зависимости от содержания прочих элементов (рис.1.20). Объемная доля с Ni (3 - 3.5)±0.4%, (4.5 - 4.8)±0.3%, (7.8 - 8.0)±0.4% и (8.8 - 9.2)±0.4% для сплавов с ~1, 2, 3 и 4 %Ni соответственно.

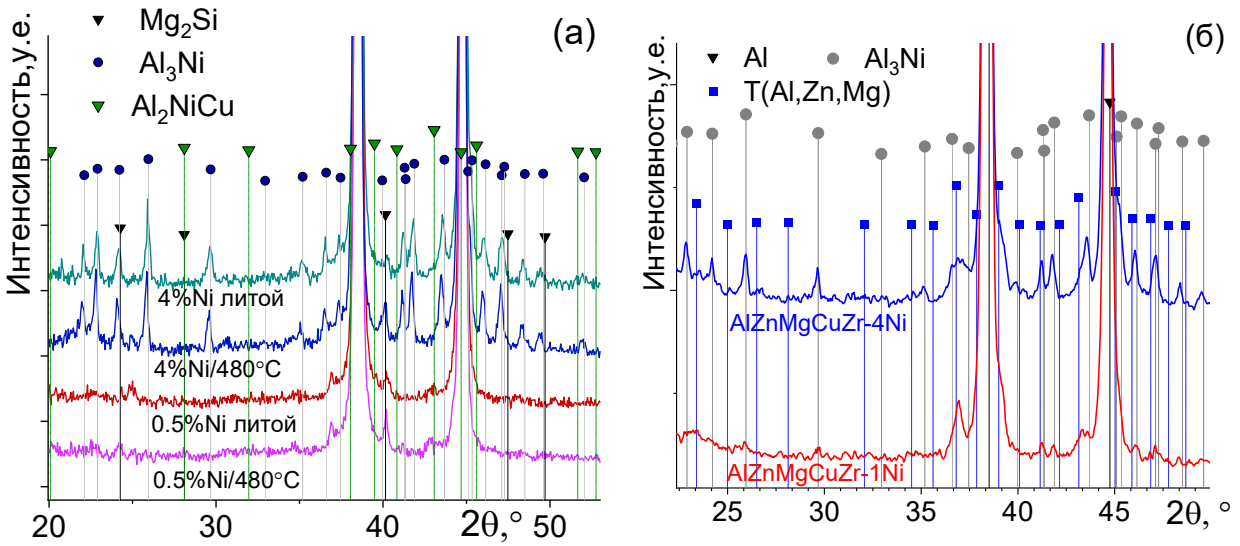


Рисунок 1.19– Рентгеновские дифрактограммы сплавов системы (а) Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-0.1Sc с 0.5 - 4 % Ni [85] и (б) Al-4Mg-4Zn-1Cu с 1 и 3 % Ni

Отжиг слитка при 350 °C до 24 часов не вызывает существенных изменений в литой структуре исследованных сплавов. Фаза Al_3Ni сохраняет пластинчатую морфологию. После отжига слитка при температурах 470 - 500 °C, фаза Al_3Ni фрагментируется и сфероидизируется, КФ достигает 0.88 (рис. 1.21). При малом содержании никеля (0.5 %) в сплавах с 0.7 - 0.9 %Cu, Al_3Ni не идентифицируется, РФА определяет тройную фазу Al_2NiCu (рис.1.19а, 1.22а). Объемная доля частиц данной фазы 2.5 %. Включения Al_2NiCu фазы имеют вытянутую форму тонких пластин или игл, как в литом, так и в гомогенизированном состоянии, т.е. менее благоприятную форму в сравнении с Al_3Ni в сплавах с повышенным содержанием Ni.

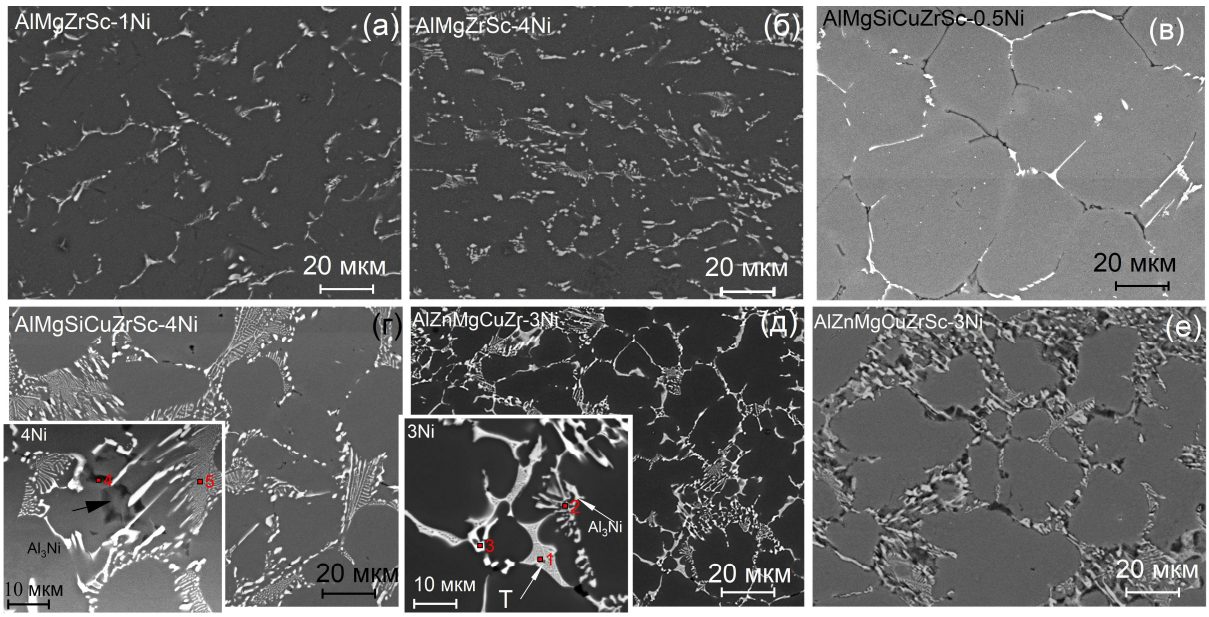


Рисунок 1.20 – Микроструктура сплавов (а,б) Al-4.8Mg-0.2Zr-0.1Sc [98], (в,г) Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-0.1Sc [85], (д,е) Al-4Zn-4Mg-1Cu [43,92] с (д) 0.26Zr, (е) 0.2Zr и 0.1Sc и с разным содержанием никеля 0.5-3% (указано на рисунках) в литом состоянии

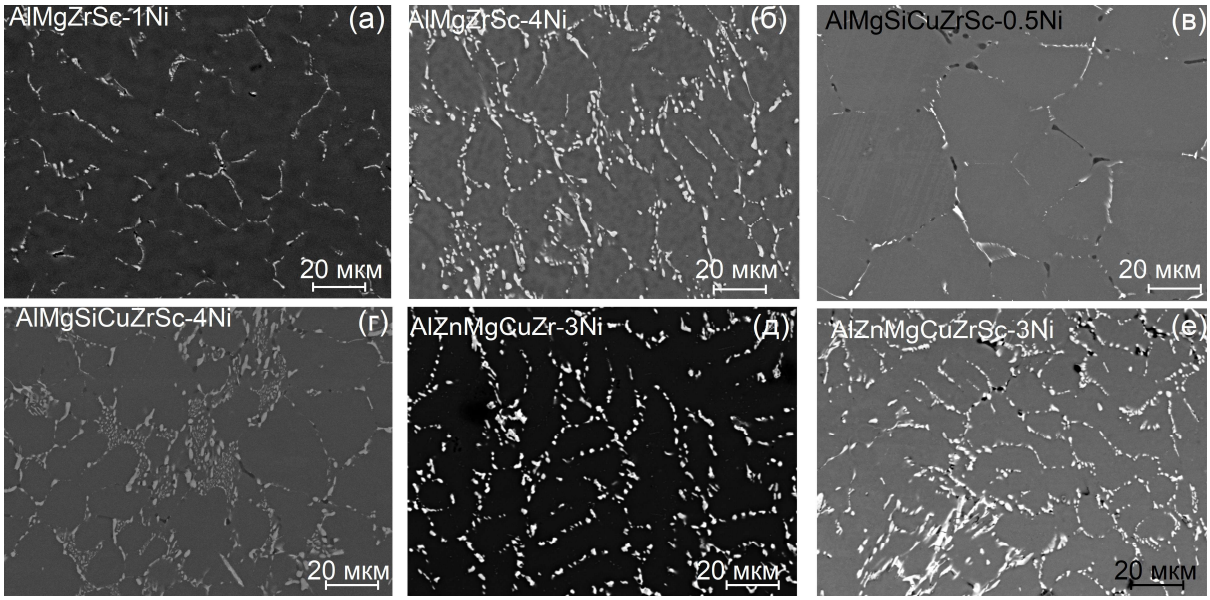


Рисунок 1.21 – Микроструктура сплавов (а,б) Al-Mg-Zr-Sc [98], (в,г) Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc [85] (к,л) Al-Zn-Mg-Cu [43,92,99] с Zr, Zr и Sc или Cr и с разным содержанием никеля после отжига слитка (температура второй ступени 480-500 °C)

При 1 %Ni и более формируется Al_3Ni, но в сплавах с 0.8 - 1 %Cu в фазе Al_3Ni в закаленном с температуры гомогенизации состоянии обнаружено растворение Cu. При 0.7 - 0.9 %Cu в растворе, частицы содержат в два раза больше меди 1.7 - 1.9 %.

Хром выделяется в составе вторичных частиц фазы ε-$Al_{18}Mg_2Cr_3$, в которых отмечается локализация Zn в сплавах с добавкой данного элемента (рис.1.23, подробное описание параметров дисперсоидов см. в Главе 2). Фаза ε формируется в том числе на частицах Al_3Ni, что может снижать ее эффективность как сдерживающего рост зерен фактора.

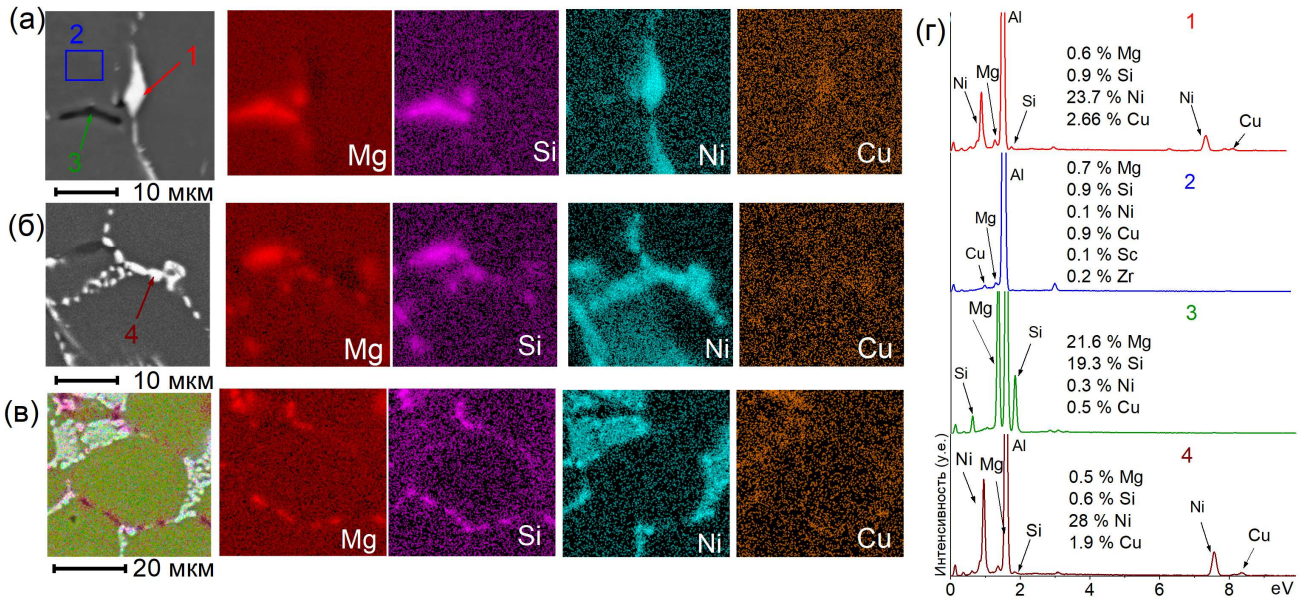


Рисунок 1.22 – ЭДА карты распределения элементов в сплавах Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc [85] с 0.5 (а) 2 (б) 4 % Ni (в) в отожженном состоянии и (г) состав локальных областей по данным ЭДА (мас%)

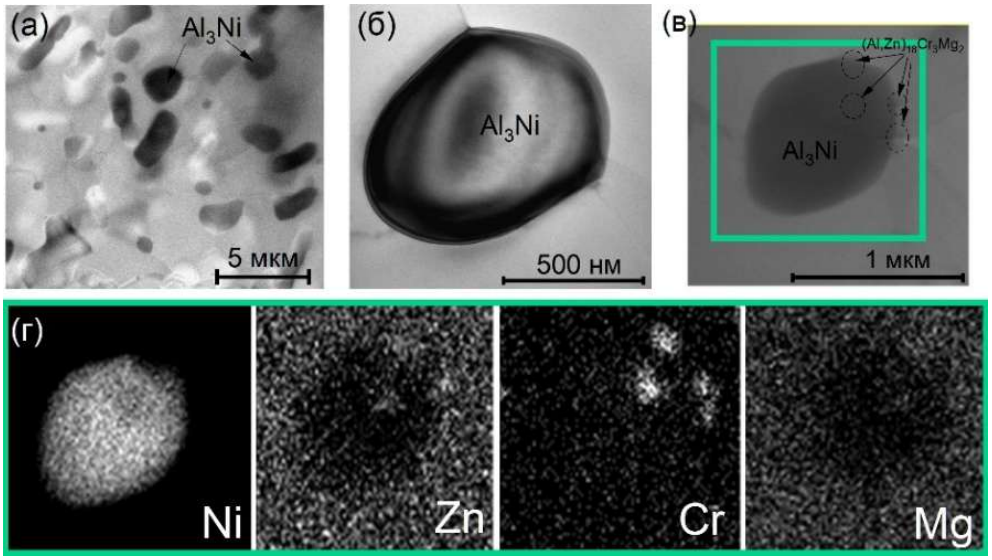


Рисунок 1.23 – Частицы фазы Al_3Ni в отожженном состоянии и распределение легирующих элементов в сплаве Al4Mg4Zn3Ni0.3Cr [99] (ПЭМ)

Неоднородность распределения Cu после гомогенизации (в том числе после закалки с температуры гомогенизациионного отжига) и повышение ее содержания в местах локализации Ni наблюдали во всех сплавах с Cu. Растворения Mg, Zn (рис.1.23г), Si, Cr, Sc и Zr в фазах с Ni не выявили, их концентрация оставалась на уровне фона, т.е. увеличения содержания других элементов, кроме Cu, в области частиц ЭДА в СЭМ и ПЭМ не обнаружено.

Таким образом никель, является перспективным эвтектикообразующим элементом, способным обеспечить высокую долю эвтектической фазы при сохранении состава прочих фаз в сплавах. С осторожностью данный элемент должен быть использован для Cu-содержащих сплавов ввиду ее растворения в Al_3Ni фазе. Однако при 1-4%Ni в сплавах с

содержанием около 1% Cu в твердом растворе сохраняется ~0.9% Cu.

Сплавы с железом и никелем. Совместное введение в сплавы Al-Mg, Al-Mg-Si-Cu, Al-Zn-Mg-(Cu) никеля и железа в близких концентрациях (0.8 - 1.0 и 0.6 - 1.0 %, соответственно) формирует фазу Al_9FeNi, согласно РФА и ПЭМ анализу (рис. 1.24, 1.25) как и в исследуемых сплавах типа АК4-1 системы Al-Cu-Mg-Ni-Fe. Повышенной концентрации Si, Zn, Mg и Cu в фазе Al_9FeNi методом ЭДА не выявили.

При 4 - 6 % Mg, содержание Ni и Fe в указанных выше пределах дает аналогичную фазу Al_9FeNi в сплавах без Mn. При легировании Mn и концентрации железа 0.9-1% кристаллизуется фаза грубой скелетной формы, содержащая все переходные элементы (Al,Mn,Fe,Ni), а также Cr, при его наличии в сплаве (рис. 1.27е,ж). Уменьшение Fe до 0.6 % при 1 % Ni и 0.6-0.7 %Mn приводит к образованию $Al_6(Mn,Fe)$ компактной формы (рис. 1.26, 1.27) [72].

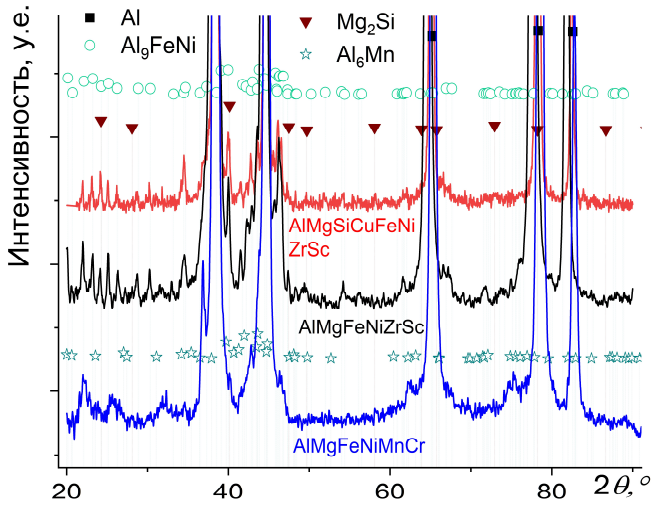


Рисунок 1.24 – Рентгеновские дифрактограммы отоженных сплавов с Fe и Ni [57,72,83]

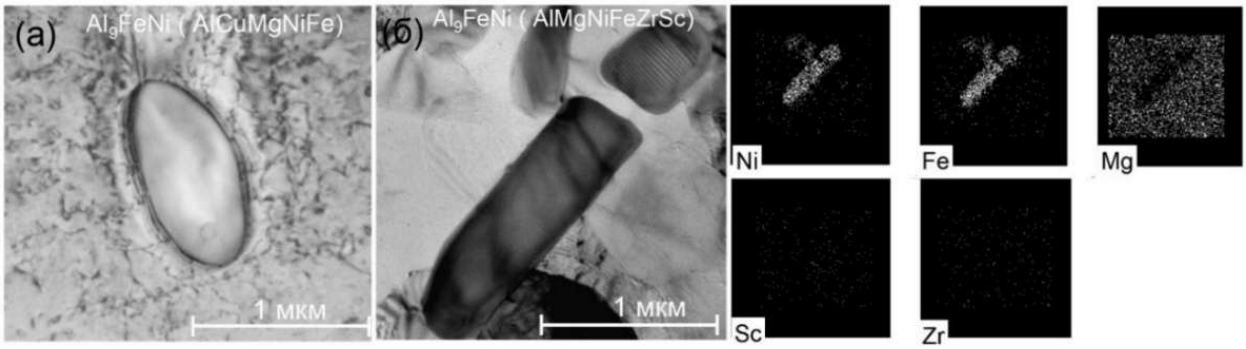


Рисунок 1.25 – ПЭМ-изображения Al_9FeNi в сплавах (а) Al-3.5Cu-2.5Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.28Zr и (б) Al-4.9Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc с картами распределения элементов (ЭДА)

При увеличении соотношения Fe/Ni, доля частиц грубой морфологии фаз с Fe, Mn увеличивается, а компактных частиц Al_9FeNi уменьшается. Негативным является факт, что Mn-содержащие частицы, в отличие от Al_9FeNi, не меняют морфологию при отжиге слитка.

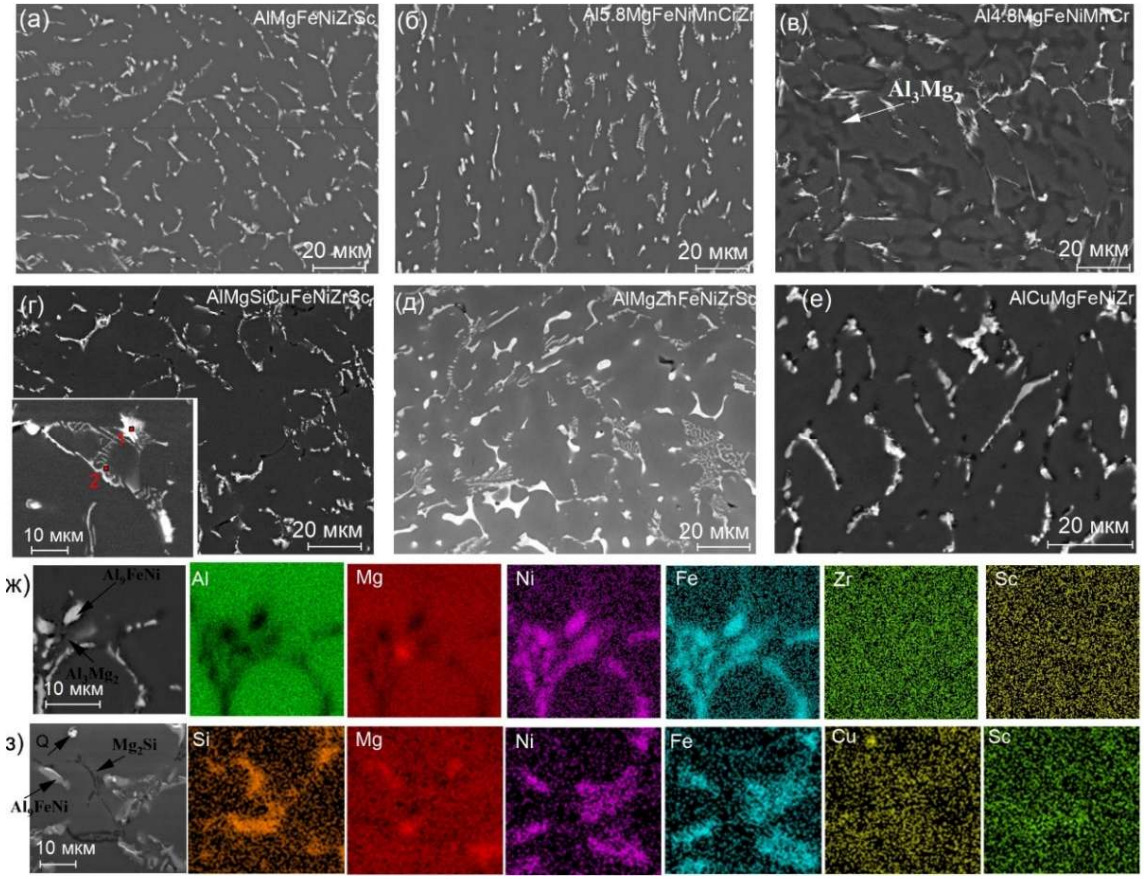


Рисунок 1.26 – Микроструктура в литом состоянии сплавов на основе системы (а-в) Al-Mg [57], (г) Al-Mg-Si-Cu [83] (д) Al-Zn-Mg-Cu [56], (е) Al-Cu-Mg [59] с (а,б,г,д,е) Zr, Zr и Sc или (в) Mn и Cr и с добавками 0.8-0.9Ni и 0.6-0.9Fe; (ж,з) карты распределения элементов в сплавах (ж) Al-Mg (з) Al-Mg-Si-Cu с добавками Fe, Ni, Zr, Sc

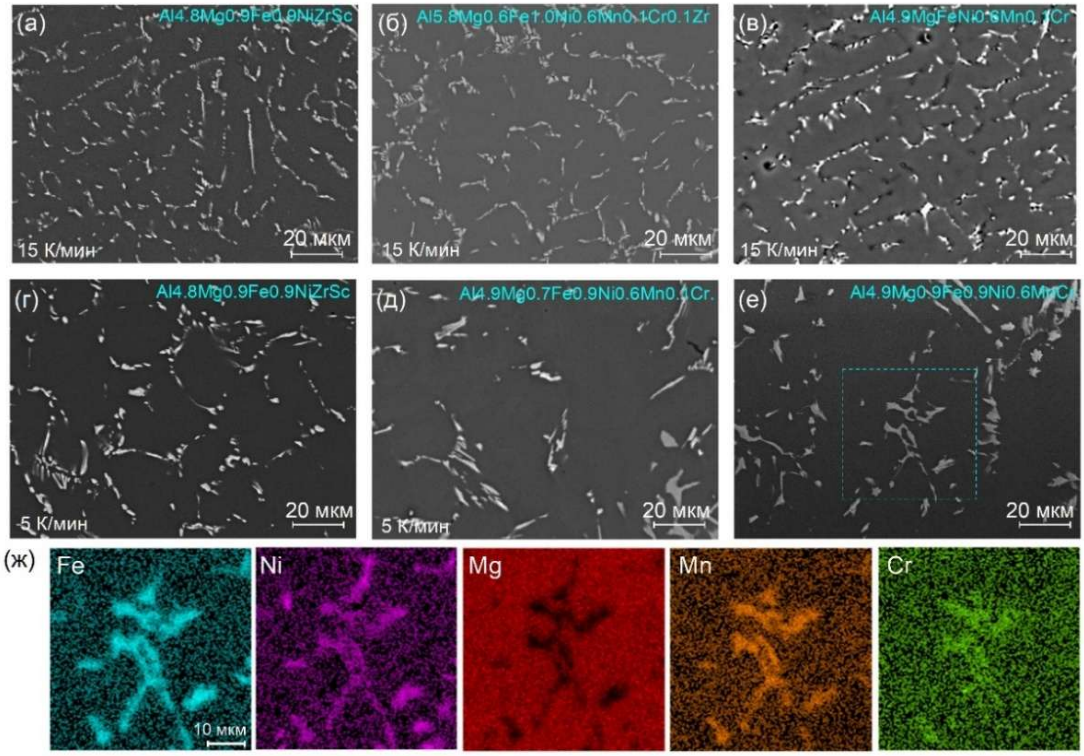


Рисунок 1.27– Микроструктура сплавов на основе системы Al-Mg с Fe и Ni, легированных (а,г) Zr, Sc [57] или (б,в,д,е) Mn, Cr [72,116], полученных с разной скоростью охлаждения при литье после отжига при 450 – 470 °С, (ж) ЭДА карты распределения элементов выделенного фрагмента на (е) для Al-4.9Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr [116]

Таким образом, при легировании 0.6 - 0.7 %Mn, с целью формирования дисперсоидов, рекомендуемое содержание железа 0.6 - 0.7 %, а никеля несколько выше, 0.9 - 1.0 %, тогда формируется Al_9FeNi благоприятной морфологии.

В сплавах Al-Mg-Si-Cu-Ni-Fe-Zr-Sc, как и в прочих авиалях формируются Q и Mg_2Si, доля последней увеличивается с 1.2 до 2.5 % при повышении содержания Mg с 1.2 до 2 % в литом состоянии (рис. 1.28а-в) [83]. В сплавах с 0.1 - 0.3 %Si дополнительно выделяются единичные частицы с Cu и Sc, предположительно тройной фазы (Al,Cu,Sc) [179].

Толщина пластин фазы Al_9FeNi составляет 0.5 - 3 мкм, фазы Mg_2Si 0.5 - 2.5 мкм. Объемная доля фазы Al_9FeNi - 5.0±0.5 %, Mg_2Si кристаллизационного происхождения от 0.5±0.1 % до 2.1±0.1 % в зависимости от содержания Mg и Si. Гомогенизационный отжиг при 480 °C приводит к снижению объемной доли Mg_2Si, максимальные значения в исследуемых сплавах 1.3±0.1 %, Q-фаза растворяется. После гомогенизационного отжига частицы Al_9FeNi и Mg_2Si приобретают округлую форму (рис. 1.29) с коэффициентом формы 0.75 и 0.82, соотвественно. Средний размер частиц фазы Al_9FeNi (1.1-1.5)±0.1 мкм, а Mg_2Si (1.7-2.1)±0.1 мкм [106]. По данным ПЭМ-ЭДА в отожженном после литья сплаве Al-1.2Mg-0.8Si-0.9Fe-0.9Ni-0.9Cu-0.2Zr-0.2Sc твердый раствор содержит 0.2 ат%Mg, 0.2 ат%Si, и 0.5 ат%Cu (спектр 1 на рисунке 1.30а). Состав крупных частиц (спектр 2 на рис. 1.30б) соответствует фазе Al_9FeNi.

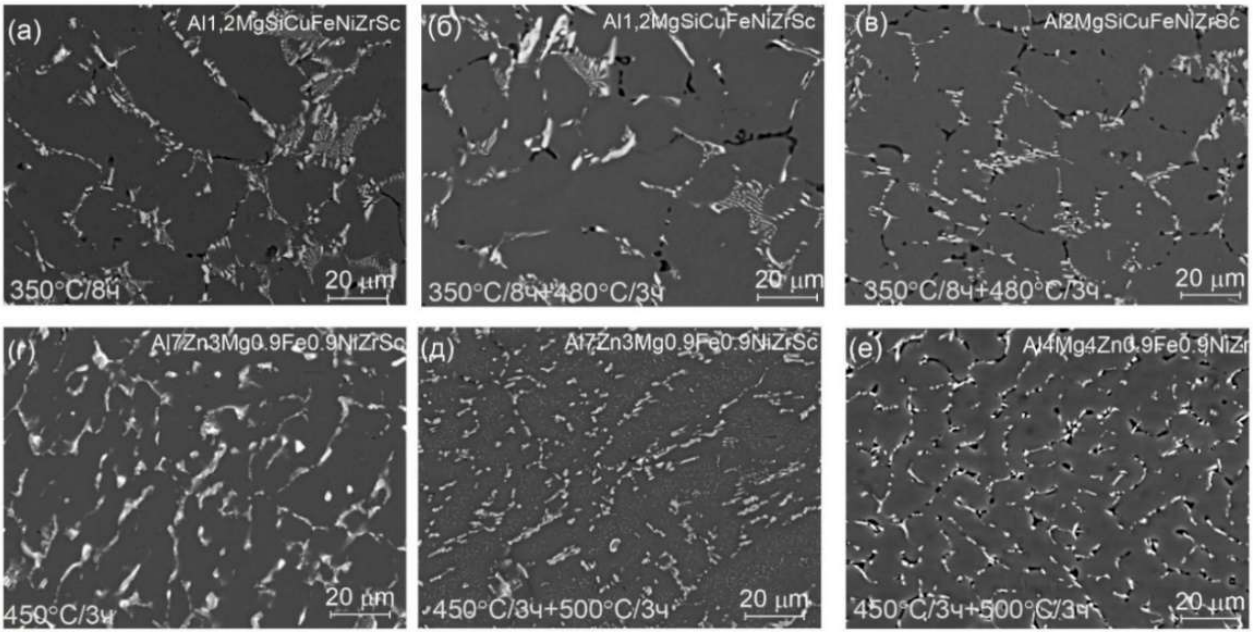


Рисунок 1.28 – Микроструктуры сплавов на основе системы (а-в) Al-Mg-Si [83,100,102,106] и (г-е) Al-Zn-Mg [50,56] с железом и никелем легированные Zr, Sc после гомогенизационного отжига (составы и режим отжига указаны на фотографиях)

Примесь кремния до 0.07 % и незначительное повышение содержания Fe (при использовании А85) не приводят к изменению морфологии частиц в сплавах с никелем или

церием. Можно отметить появление включений фазы Mg_2Si в магналиях, которая не растворяется при гомогенизации слитка (доля фазы менее 0.5 %).

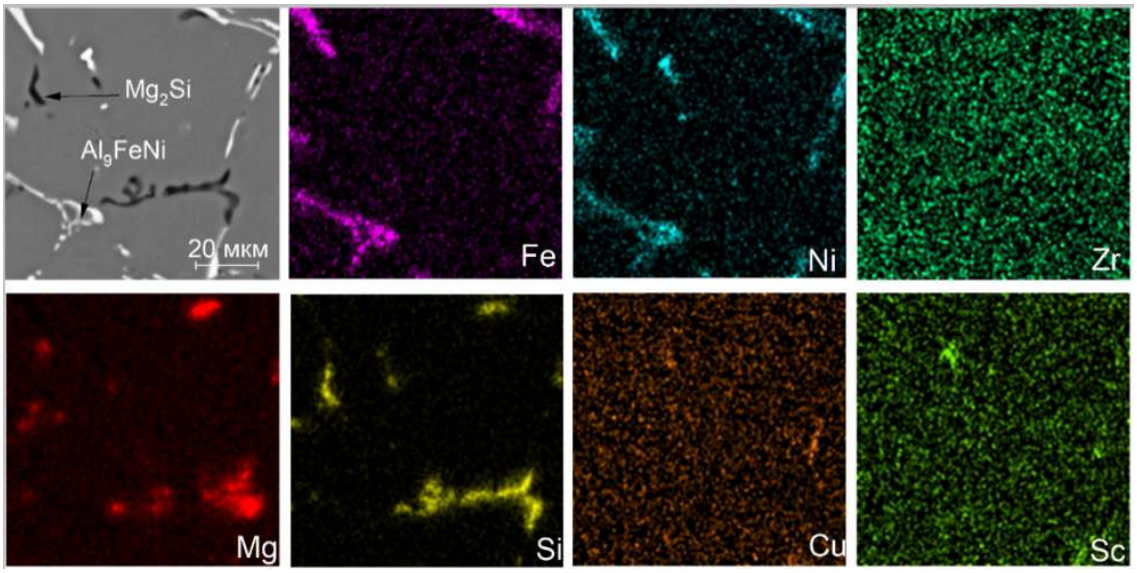


Рисунок 1.29 – Карты распределения элементов в сплаве Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc после гомогенизационного отжига (350 °С, 8 часов и 480 °С, 3 часа) [83]

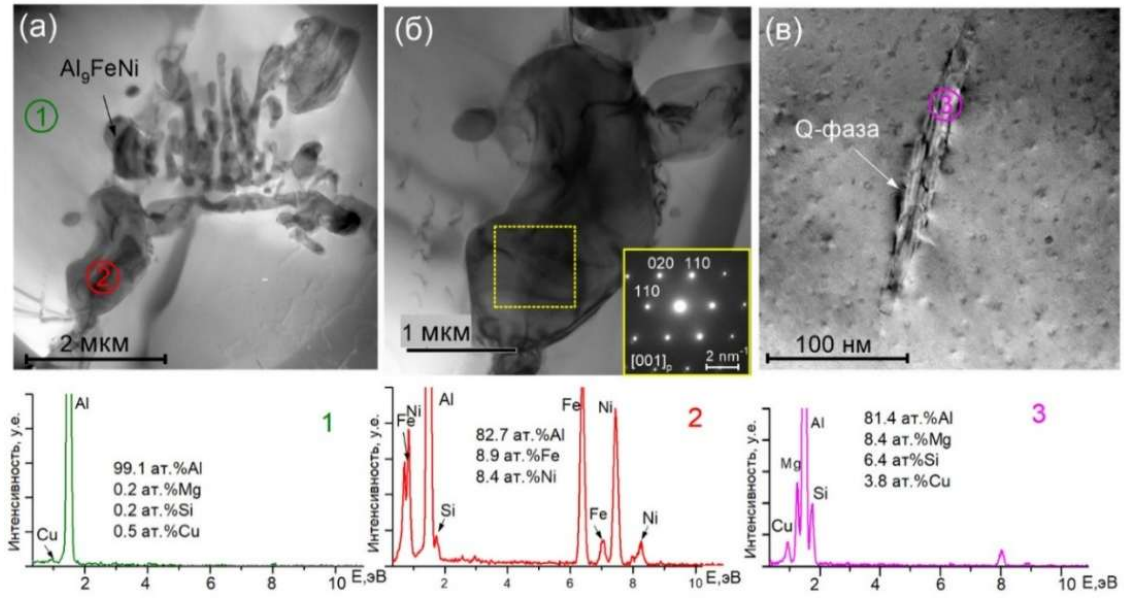
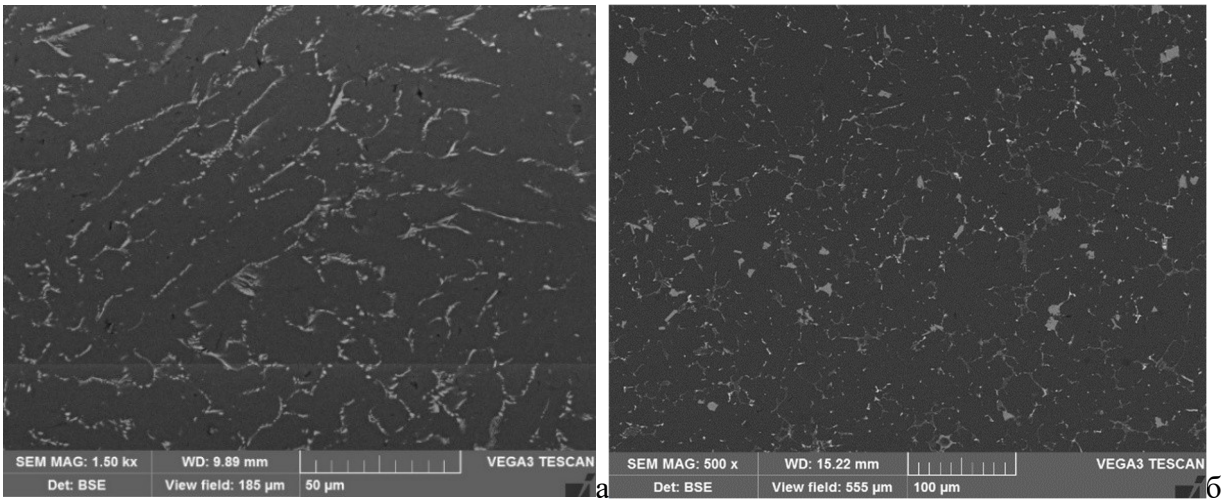


Рисунок 1.30 – Частицы вторых фаз с данными ЭДА в сплаве Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc [83] (а,б) Al_9FeNi, (в) Q

Получение слитков на А7, т.е. рост содержания кремния до 0.12-0.15 % и повышение содержания железа до 0.7% в сплавах (по данным спектрального анализа), не изменяет морфологию Al_9FeNi (рис.1.31а). Однако применение менее чистого алюминия приводит к огрублению частиц в сплавах с Fe и Ce, структура которых меняется значительнее при изменении соотношения Fe/Ce/Mn и при повышении содержания кремния (рис.1.31б).

Таким образом совместное введение Fe и Ni обеспечивает благоприятную форму частиц и перспективно для легирования не только сплавов Al-Cu-Mg (АК4-1), но и для сплавов прочих систем легирования. В целом, гомогенизационный отжиг при (470-500) °С

в течение 3-8 ч обеспечивает фрагментацию и сфероидизацию частиц Al_3Ni, Al_9FeNi, $Al_{11}Ce_3$ и Mg_2Si, их коэффициент формы увеличивается с 0.65-0.7 до 0.8-0.9. Данные фазы приобретают благоприятную околосферическую форму. При этом, КФ частиц фаз с Ce, Fe и Mn, а особенно Ce и Si слабо меняется (КФ приближается к 0.83-0.87 только после длительного отжига при 550 °C в течение 12-36 часов), что необходимо учитывать при выборе составов сплавов и режимов термомеханической обработки.



а б

Рисунок 1.31 – Микроструктура сплавов с использованием алюминия А7 (99.7 % Al) (а) AlMgFeNiMnCr и (б) AlMgFeCeMnCr

1.3.2 Параметры частиц после термомеханической обработки

После 50 - 70 % горячей прокатки распределение частиц отличается неоднородностью с формированием островков эвтектических колоний (рис. 1.32а, 1.33а,г). С увеличением обжатия до 90 - 92 % путем горячей и/или холодной прокатки однородность распределения частиц в матрице повышается во всех исследуемых сплавах, о чем говорит уменьшение стандартного отклонения среднего межчастичного расстояния (при среднем значении измеренного межчастичного расстояния 4-7 мкм для сплавов с 5-6 % частиц среднего размера 1-2 мкм стандартное отклонение уменьшается с 3-6 мкм до 2-4 мкм). При сравнительно малой доле частиц крупные частицы кристаллизационного происхождения образуют строчки, вытянутые в направлении прокатки (сплавы, содержащие менее 5% частиц). Повышение доли частиц фаз эвтектического происхождения $Al_{11}Ce_3$, AlSiCe, Al_3Ni, Al_9FeNi до 5-11 %, реализованное в сплавах с церием, никелем и железом, при использовании гомогенизационного отжига не ниже 470 °C, приводит к повышению однородности распределения частиц в матрице при накопленной степени деформации до 90-95 % (с 20 мм до 1-1.2 мм).

Второй важный параметр - режим отжига слитка: 350-400 °C (до 8 ч) приводит к неоднородному распределению частиц и появлению строчек из более вытянутых

включений, а 460-500 °С (3-5 ч) обеспечивает однородное распределение с близкими параметрами частиц Al_9FeNi после прокатки в разных сплавах и средний размер частиц 0.9-1.8 мкм при реализации скорости охлаждения при литье 5-15 К/с. Параметры частиц после обработки сведены в Таблице А1 (приложение А).

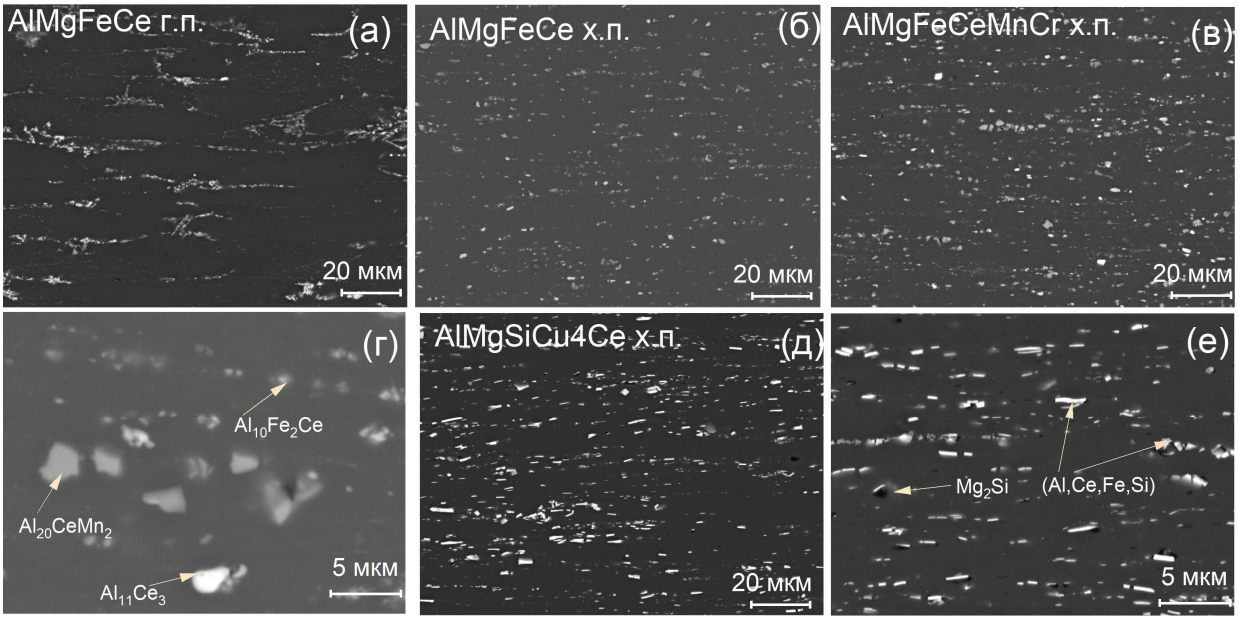


Рисунок 1.32 – Частицы фаз кристаллизационного происхождения в сплавах, легированных церием после (а) горячей и (б-е) последующей холодной прокатки ((а,б)Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce,(в,г) - Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.15Cr, (д,е) Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-4Ce-0.2Zr-0.1Sc)

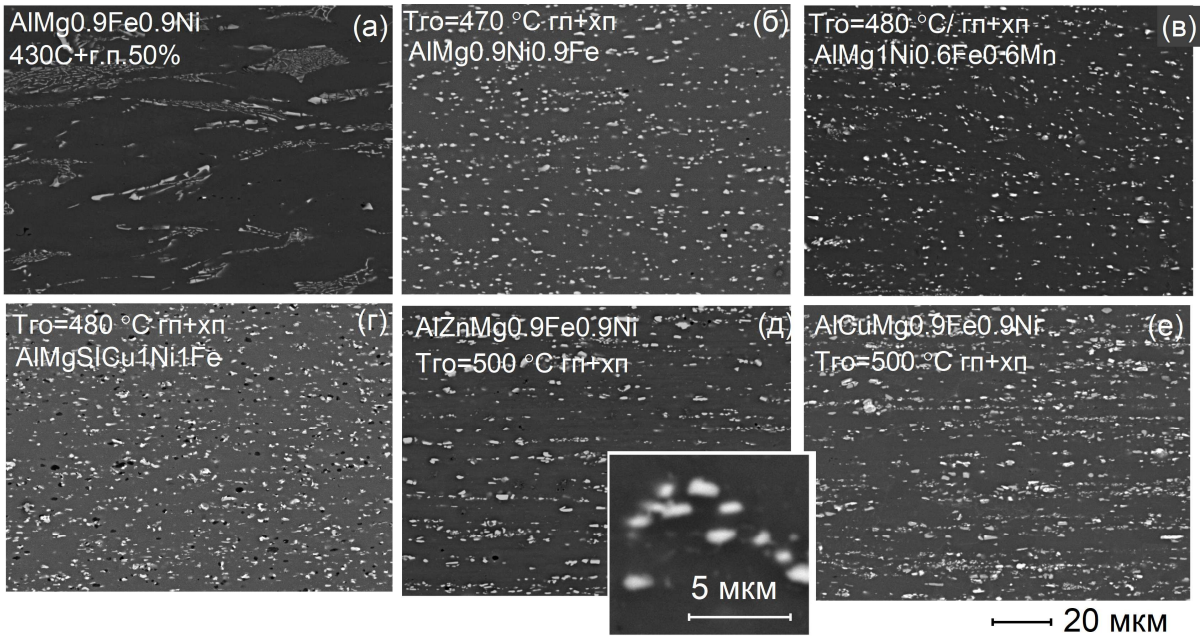


Рисунок 1.33 – Типичная микроструктура сплавов после (а,ж) горячей прокатки и (б,в,д,е,з,и) отжига холоднокатанной заготовки при ~0.85$T_{пл}$ в сплавах с Fe и Ni (сплавы и режимы обработки указаны на рисунках)

Средний размер частиц в магналиях с церием (рис.1.32б-г) после гомогенизации при 470-500 °С и прокатки (0.8-0.9)±0.1 мкм, и КФ = 0.80. Частицы фаз с Ce и Si в авиалях

(рис.1.32д,е) сохраняют вытянутую форму и имеют средний размер (1.4-1.9)±0.1 мкм, КФ=0.72-0.74. Al_9FeNi (рис.1.33) демонстрирует более компактную форму КФ=0.85±0.03, d=(1.2-1.9)±0.2 мкм.

Средний размер частиц Al_3Ni варьируется от 1.1 до 1.7 мкм для сплавов, полученных при близких условиях литья, термической и деформационной обработки (пример на рис. 1.34). КФ фазы Al_3Ni выше прочих, достигает 0.94. Более равноосную форму частицы имеют при 3-4 % Ni и в сплавах, содержащих Si на уровне примеси. Доля частиц увеличивается с 3 до 8.5% (±0.7%) с увеличением содержания Ni с 1 до 4% (рис. 1.35а-в).

Размер частиц фазы Mg_2Si (1.1-1.5)±0.1 мкм, распределение по размерам близко к нормальному, а форма к сферической - КФ (Mg_2Si) = 0.84-0.89. После холодной прокатки авиалей с разным содержанием Mg, Si, Sc, Zr сохраняются частицы богатые Si и Sc игольчатой формы с долей не более 0.1% и длиной 0.3-0.9 мкм.

Отличия в параметрах распределения частиц наблюдаются при увеличении с 3.5 до 4 % Ni в сплавах с Al-Zn-Mg-(Cu) (4 % Ni близко к расчетной эвтектической точке при 4 % Mg). При равных условиях обработки обнаруживаются участки со скоплениями более грубых частиц фазы Al_3Ni, вероятно первично выделившимися при кристаллизации и раздробившимися при прокатке. Во избежание скоплений грубых частиц содержание никеля должно быть не более 3.5 % при ~4 % Mg. Легирование данных сплавов без железа марганцем влияет негативно, т.к. приводит к вытягиванию частиц Ni- содержащей фазы и уменьшению их КФ до 0.6 (рис.1.34в)

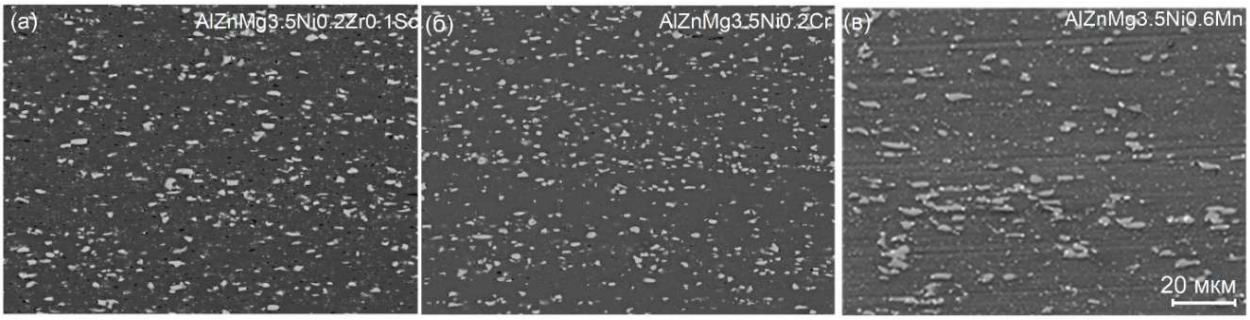


Рисунок 1.34 – Сплавы Al-4Zn-4Mg-3.5Ni с (а) 0.2Zr и 0.1Sc и (б) 0.28Cr (в) 0.6Mn после холодной прокатки [99]

В системе Al-Zn-Mg-Cu выделение фаз $MgZn_2$ или T (при Mg/Zn=1) из раствора при прокатке и гетерогенизационном отжиге прокатанного образца происходит на частицах Al_3Ni (рис. 1.35). Данный факт объясняет отсутствие в сплавах с Ni дополнительного эффекта измельчения зерна от применения гетерогенизационного отжига по аналогии с AA7475, выявленное нами ранее [155]. Местами предпочтительного зарождения служат частицы Al_3Ni и дополнительных мест зарождения зерен при рекристаллизации не формируется. Аналогично гетерогенно зарождается β-фаза в магналиях.

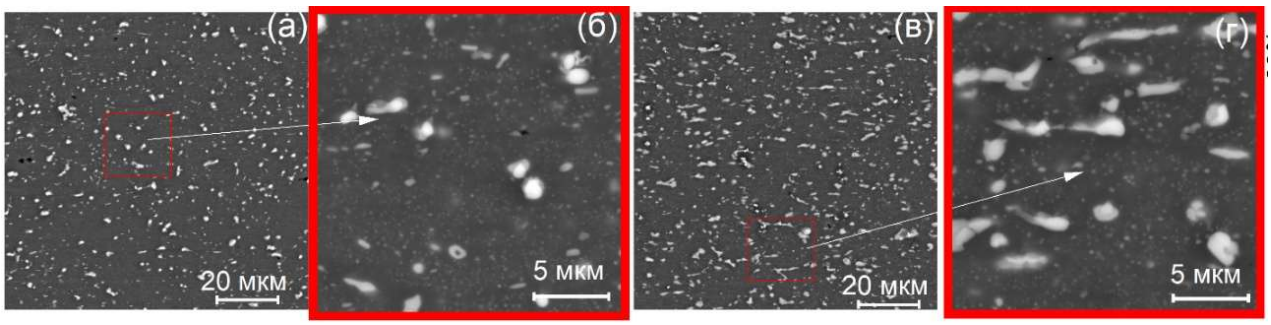


Рисунок 1.35 – Сплавы Al-Zn-Mg-Cu-0.25Zr с близким содержанием основных элементов Zn и Mg по ~4 % и ~0.8 % Cu и с содержанием никеля (а,б) 1 и (в,г) 3 % после горячей прокатки

1.4 Сплавы, полученные всесторонней изотермической ковкой

Для сплавов систем Al-Mg и Al-Mg-Si в качестве альтернативы прокатке использована ВИК с обжатием за проход e = 0.8 и накопленной деформацией до ∑e = 14.2. Формирование зеренной структуры при ВИК происходит в результате динамической, постдинамической и статической рекристаллизации, а значит также зависит от параметров частиц вторых фаз, которые проанализированы в данном разделе.

Сплавы системы Al-Mg. В матричных сплавах Al-(4.5-6)%Mg-(0.6-1.4)Mn-(0.08-0.2)%Cr при ВИК происходит деление/фрагментация и сфероидизация частиц фаз кристаллизационного происхождения $Al_6(Mn,Fe)$, $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ (рис.1.36).

Увеличение температуры ВИК в интервале 300-400 °C, как и увеличение накопленной деформации, обеспечивает рост однородности распределения частиц в матрице, уменьшает их размер с (2 - 2.5) до (1 - 1.5) мкм и увеличивает КФ с 0.5 до 0.8. Применение промежуточного гетерогенизационного отжига при ~230 °C, 6 ч между операциями ВИК (3 цикла с ∑e=6.3, первый при ~230 °C, следующие при ~300 °C) (рис.1.36е) в данных сплавах приводит к выделению фазы Al_3Mg_2. Средний размер частиц 0.9±0.2 мкм, *f*=8±2%. Предварительная деформация при пониженной температуре на первом цикле ~230 °C обеспечивает однородное распределение выделений в матрице алюминиевого твердого раствора [94].

Морфология частиц второй фазы в сплавах Al-4.8Mg-(0.25-0.3)Er-0.25Zr (рис.1.37а) аналогична наблюдаемой после прокатки. В псевдоматричных сплавах Al-4.8Mg-(1-4)Ni-0.1Sc-0.2Zr, Al-(4.8-5.8)Mg-0.9Fe-0.9Ni-Sc-Zr, Al-(4.8-5.8)Mg-0.6Fe-1Ni-0.6Mn-0.15Cr после ∑*e* = 12-14 при 350 °C форма частиц приближается к сферической с КФ=0.9, их средний размер 0.8-0.9 мкм при скорости охлаждения при литье 15 К/с и (1.2-1.8)±0.3 мкм при 3-5 К/с (рис. 1.37в). Частицы Al_9FeNi в сплавах без марганца однородно распределены по объему. Можно отметить близкое распределение частиц Al_3Ni и Al_9FeNi в матрице после ВИК и прокатки, их размер в среднем в 1.5 раза меньше после ВИК, чем после прокатки.

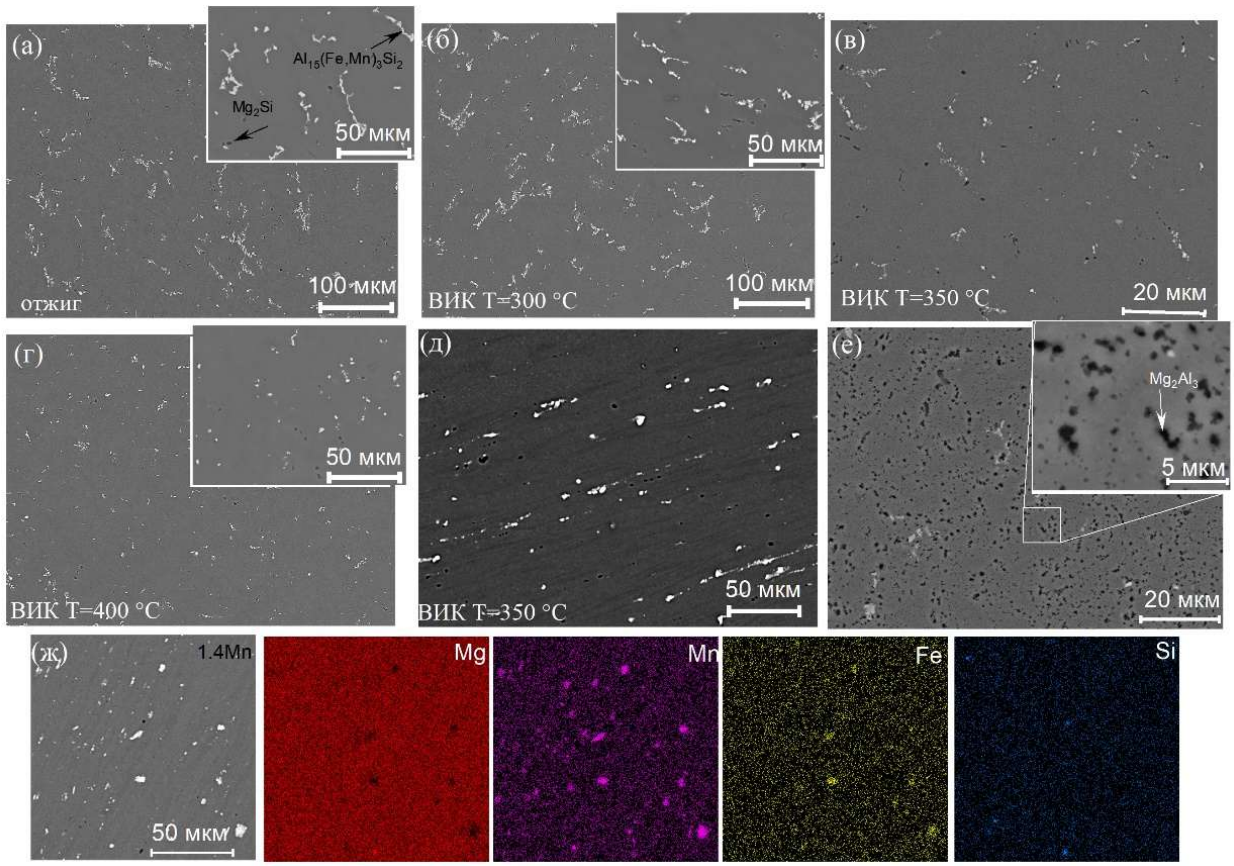


Рисунок 1.36 – Микроструктуры образцов сплавов системы Al-Mg-Mn-(Cr) с 0.7Mn и 0.1Cr после (а) отжига слитка, ВИК (б) с накопленной деформацией ∑e = 4.8 при 300 °С, (в) ∑e=2.4 при 230 °С, (г) ∑e = 4.8 при 400 °С, (д) при ∑e = 10.2 при 350 °С (е) после 6 часов гетерогенизационного отжига при 235 ± 5 °С предварительно подвергнутого ВИК образца с ∑e = 4.8 при 230 °С (ж) карта распределения элементов в сплаве с повышенным содержанием Mn (1.4 %) после ∑e = 12 при 350 °С [64,65,74,77,79,94]

В сплавах системы Al-4.8Mg-(0.9-1.2)Ce-(0.5-0.7)Fe-(0.6-0.7)Mn-(0.1-0.18)Cr, при повышенном содержании хрома 0.18 % и наличии примеси ~0.15 %Si формирующиеся грубые включения размерами до 15 мкм, вероятно фазы $Al_{20}Mn_2Ce$, как и более дисперсные включения фазы $Al_{10}Fe_2Ce$, измельчаются, принимая размер 0.5–5 мкм, КФ = 0.75 ± 0.05 (рис.1.37б). Однако ВИК не повысила однородность распределения частиц по объему и по размерам в сплавах и не обеспечила рост их КФ по сравнению с прокаткой.

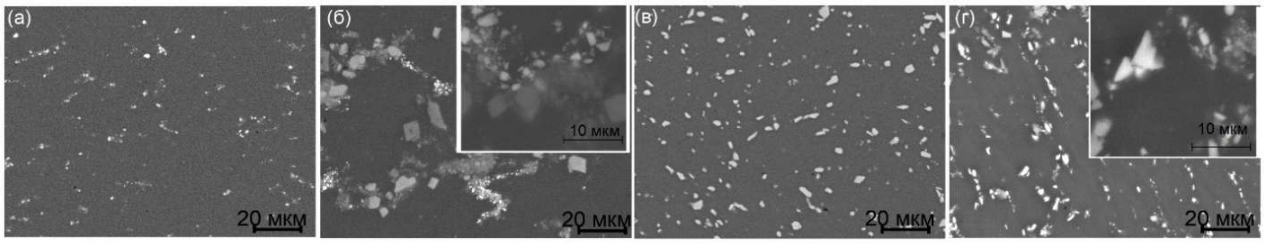


Рисунок 1.37 – Частицы вторых фаз после всесторонней изотермической ковки при 350 °С с накопленной деформацией ∑e = 12 в сплавах (а) Al-Mg-Er-Zr, (б) Al-Mg-Ce-Mn-Fe-Cr (в) Al-Mg-Fe-Ni-Sc-Zr (г) Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr [117]

Сплавы системы Al-Mg-Si-Cu. После ВИК $\sum e$ = 7.2 и $\sum e$ = 14.4 при 150–350 °С в сплаве матричного типа, содержащем кроме основных элементов только Sc и Zr, средний

размер частиц Mg_2Si и их КФ не зависят от температуры обработки и увеличения накопленной деформации, составляя (1.3-1.5)±0.2 мкм и (0.79-0.75)±0.03 соответственно (рис. 1.38). Кроме незначительного количества светлых частиц фаз богатых кремнием и скандием, формируются выделения субмикронных размеров, обогащенные медью (Q-фазы), в образцах, обработанных при 250 °C и 350 °C. Доля крупных частиц составляет 2%.

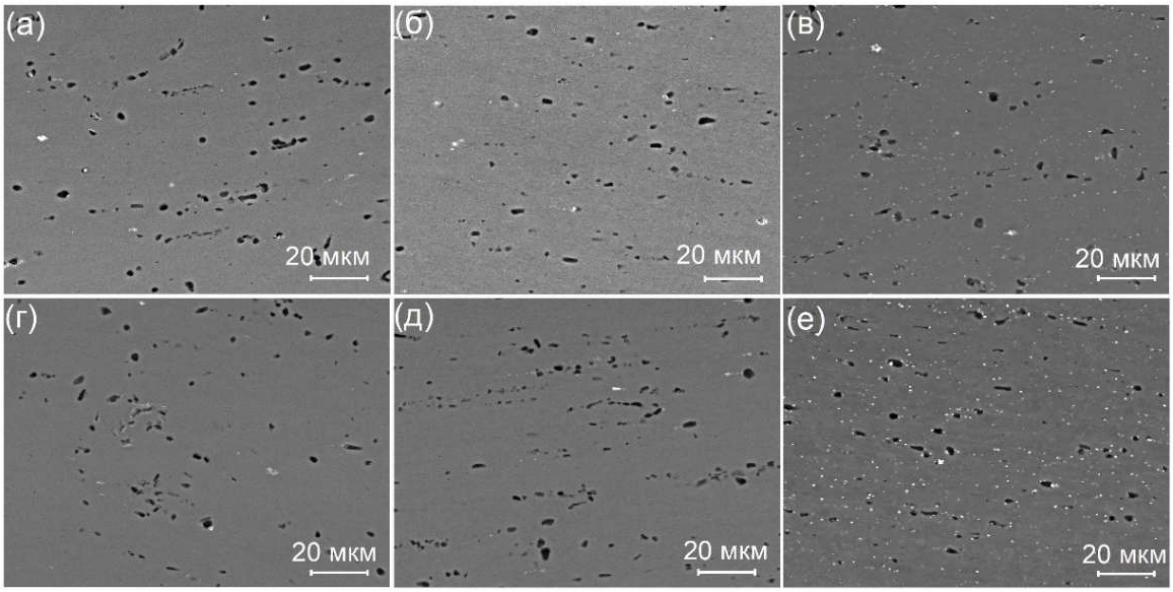


Рисунок 1.38 – Микроструктура сплавов обработанных ВИК с (а-в) $\sum e = 7.2$ и (г-е) $\sum e = 14.4$ при (а,г) 150 °C, (б,д) 250 °C, и (в,е) 350 °C

После ВИК (Σe=14.4) при температурах 300-350 °C средние размеры частиц фаз Al_9FeNi и Mg_2Si в при (1.2-2)%Mg и (0.3-0.8)%Si составляют (0.6 - 0.8)±0.1 мкм, что, несколько меньше, чем в состоянии после прокатки.

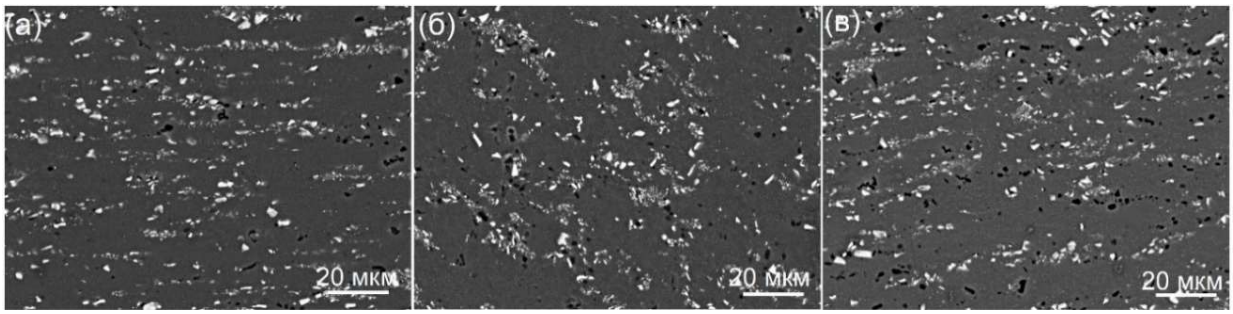


Рисунок 1.39 – Микроструктуры сплавов Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni с разным содержанием Mg/Si (а,г) 1.2/0.3% (б,д) 1.2/0.8% , и (в,е) 2/0.8% после ВИК при 325 °C с $\sum e = 14.4$

Коэффициент формы частиц Al_9FeNi (0.72-0.75)±0.07, частиц Mg_2Si (0.79-0.80)±0.07. Межчастичное расстояние 2-4 мкм, среднее стандартное отклонение межчастичного расстояния ≈ 1.5-2 мкм. распределение частиц фазы Al_9FeNi в объеме даже в центральном сечении образца после ВИК отличается неоднородностью, по сравнению с образцами, полученными прокаткой, с участками не трансформировавшихся колоний эвтектики особенно в приповерхностных участках заготовки [106].

Выводы по Главе 1

Проведен сравнительный анализ фазового состава и эволюции частиц гетерогенизирующих (вторых) фаз нерастворимых кристаллизационного происхождения или растворимых, полученных гетерогенизационным отжигом, в сплавах на основе систем Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu и Al-Mg-Si-Cu, легированных эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими элементами (Ni, Fe, Ce, Mn, Cr, Zr, Sc и его аналогами Y, Er), в литом, гомогенизированном и термомеханически обработанном состояниях с целью поиска наиболее перспективных гетерогенизирующих структуру легирующих элементов. Основные выводы по анализу результатов следующие:

1. В сплавах на основе систем легирования Al-Mg, Al-Zn-Mg-(Cu) и Al-Cu-Mg-Fe-Ni, содержащих до 5 %Mg формируется пересыщенный цирконием (до 0.28 %) и скандием (до 0.2 %) твердый раствор на основе алюминия при скоростях охлаждения при литье 5-15 К/с. Эффективная концентрация скандия в сплавах типа авиаль Al-Mg-Si-Cu ниже и составляет 0.1 %, кремния не более 0.8% ввиду кристаллизации при большем содержании данных элементов пластинчатых нерастворимых при гомогенизациионном отжиге включений фазы (вероятно $AlSc_2Si_2$), связывающей дисперсоидообразующий скандий.

2. При содержании 0.1-0.3 %Er в сплавах Al-(2-5)%Mg-0.25%Zr кристаллизуется фаза $L1_2$-Al_3Er, при повышении концентрации магния до 3-5 %Mg он растворяется в данной фазе, не меняя тип кристаллической решетки, увеличивая объемную долю и средний размер частиц после термомеханической обработки с 1.1% и 0.5 мкм в сплаве с 2 %Mg до 1.7% и 1.1 - 1.2 мкм в сплавах с 3-5%Mg соответственно.

3. Легирование авиалей Al-Mg-Si-Cu (0.4-0.6) %Er, (0.4-0.6) %Y, (2-4) %Ce, (0.5-4) %Ni не удовлетворяет критерию сохранения основных упрочняющих дисперсоидообразующих элементов в твердом растворе, т.к. связывает основные легирующие элементы Si и/или Cu в фазы кристаллизационного происхождения AlCeSi, (Al,Ce,Cu,Si), (Al,Si,Cu,Y/Er), Al_2NiCu, Al_3(Ni,Cu) с коэффициентом формы после прокатки <0.8. Иттрий дополнительно уменьшает растворимость скандия и циркония, приводя к выделению первичных кристаллов фазы Al_3(Sc,Zr), которые оказывают выраженный эффект модифицирования зеренной структуры слитка.

4. Эффективно легирование магналиев Ce и Fe, обеспечивающих кристаллизацию фаз $Al_{11}Ce_3$ и $Al_{10}Fe_2Ce$, в присутствии Mn – дополнительно $Al_{20}MnCe_2$, частицы которых после прокатки однородно распределены в деформированной матрице и имеют коэффициент формы около 0.85 и средний размер ~1 мкм. Ввиду огрубления частиц фаз кристаллизационного происхождения при повышении содержания Si и увеличении

содержания Fe в сплавах с Mn и Ce, применение алюминия чистотой ниже А85 для данных составов нежелательно.

5. Показано, что легирование Ni (до 4%) сплавов Al-Mg и Al-Mg-Zn и совместно Fe и Ni (по 0.9-1%) сплавов всех исследуемых систем легирования обеспечивает формирование частиц эвтектических фаз Al_3Ni и Al_9FeNi с объемной долей 6-8%, перспективных для управления структурной гетерогенностью. Частицы данных фаз после прокатки приобретают средний размер 0.7-2 мкм и коэффициент формы около 0.9. Снижение скорости охлаждения при литье с 15 до 5 К/с приводит к увеличению среднего размера частиц в 1.3-1.7 раз. В фазе Al_9FeNi растворения прочих легирующих элементов не выявлено. В фазе Al_3Ni растворяется медь, влияние которой на морфологию частиц уменьшается при увеличении концентрации никеля с 1 до 3-4%. Структура и морфология частиц в сплавах с Ni слабо зависят от чистоты использованного алюминия (марки А99, А85 и А7).

6. Легирование 0.6-0.7 % Mn, в качестве дисперсоидообразующего элемента, магналиев с 0.9-1%Ni и 0.5-0.7%Fe формирует дополнительно $Al_6(Mn,Fe)$ фазу кристаллизационного происхождения, что снижает дисперсоидообразующий эффект Mn, а при большей концентрации Fe формируется фаза, растворяющая все элементы и имеющая неблагоприятную морфологию после термомеханической обработки с КФ<0.8, что вынуждает ограничивать содержание Fe в сплавах не более 0.5-0.7 %.

7. Повышение температуры гомогенизации до 470-500 °С при 3 ч выдержки и суммарной степени деформации 80-90 % обеспечивает увеличение коэффициента формы частиц фаз эвтектического происхождения в среднем с 0.65-0.74 до 0.82-0.94 и рост однородности их распределения в матрице.

8. Установлена возможность увеличения степени гетерогенности структуры матричных сплавов с повышенным содержанием Mg за счет выделения растворимых фаз Т ($Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$) и β-Al_3Mg_2 при промежуточном гетерогенизационном отжиге сплавов Al-Mg-Zn с близким содержанием Zn и Mg и Al-Mg соответственно. Средний размер выделений 0.8-0.9 мкм, объемная доля ~8%, что предполагает их способность стимулировать зародышеобразование при рекристаллизации холоднокатаных сплавов. Применение технологии с промежуточным гетерогенизационным отжигом к сплавам с эвтектической составляющей не дает эффекта, так как выделения формируются на уже имеющихся частицах вторых фаз кристаллизационного происхождения.

9. По совокупности полученных данных сделан вывод, что перспективным для всех исследованных групп сплавов является или совместное легирование железом и никелем, обеспечивающее формирование фазы Al_9FeNi со средним размером частиц 0.7-

2 мкм, коэффициентом формы после прокатки или всесторонней изотермической ковки ~0.9 и средней объемной долей 6±1%. Для сплавов на основе систем Al-Mg и Al-Mg-Zn аналогичные параметры частиц фаз, эвтектического происхождения обеспечивает легирование никелем без железа или церием вместо никеля. Основные легирующие и дисперсоидообразующие элементы не растворяются в фазах кристаллизационного происхождения в указаных сплавах, а их частицы эффективно фрагментируются, сфероидизируются и однородно распределяются в матрице, создавая требуемую гетерогенность структуры.

ГЛАВА 2 ВЛИЯНИЕ СОСТАВА СПЛАВОВ И РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ПАРАМЕТРЫ ДИСПЕРСОИДОВ

Важным критерием выбора технологий и составов для формирования микрозеренной структуры в алюминиевых сплавах является обеспечение высоких значений соотношения *f/d* для частиц вторых фаз при температуре деформации. Исходя из закона Зинера (ур. 2.1) [180], чем меньше размер частиц *d* и больше их доля *f*, тем больше сдерживающая сила p_z (ур.2.1) и, соответственно, стабильнее зеренная структура.

$$p_z = \frac{3f\gamma_{GB}}{d}, \quad (2.1)$$

где удельная энергия границы зерна для Al γ_{GB}=*0.*32 Дж·м$^{-2}$.

Эффективность механизма Зинера определяется энергией границы зерна и параметрами частиц вторых фаз. Влияние частиц размерами ~0.3-2 мкм, которые рассмотрены в предыдущей главе в качестве сдерживающих рост зерен, слабое и им можно пренебречь. При *f* = 6% и *d* = 1 мкм, p_z ~0.02 МПа. Доля дисперсных частиц, например, $L1_2$ фазы на порядок меньше при легировании 0.1 %Sc и 0.2 %Zr расчетное значение *f*~0.4%, дисперсоиды размером 10 нм обеспечивают на два порядка большие значения силы Зинера - около 2 МПа. В данном уравнении не учитывается вклад сегрегаций в закрепление границ зерен, т.е. роль растворимых элементов и возможного изменения удельной поверхности границы зерен при ЗГ сегрегациях.

Легирование Mn [181], Zr [182,183], Sc [184] и аналогами [185,186] формирует необходимые наноразмерные дисперсоиды, но их доля ограничена растворимостью элементов в Al при кристаллизации. Ввиду повышенной растворимости, ключевым дисперсоидообразующим элементом является Mn [187,188]. В Al-Mn сплавах распад пересыщенного твердого раствора формирует стабильную Al_6Mn фазу с орторомбическим типом решетки, дисперсоиды имеют форму пластин и размеры до сотен нанометров [189,190]. Fe и Cr способны замещать Mn в фазе Al_6Mn с сохранением типа кристаллической решетки. Возможно выделение о.ц.к. $Al_{12}Mn$ [191], а с ростом Si и Fe в сплавах, дисперсоидов фаз α-$Al_{12}Mn_3Si$ /$Al_{12}(Mn,Fe)_3Si$ размерами менее 100 нм [190,192,193].

В системе Al-(1.1-1.8)Mn-(Fe)-(Si) обнаружены единичные кристаллы квазикристаллической фазы икосаэдрического типа (I-фазы) [194]. Ввиду низкой плотности распределения, несмотря на размер до 50 нм, значимости этой фазе не придавали [190]. Отметим, что равноосные выделения размером 25 нм, обозначенные как Al_6Mn, в Al-Mg-Mn сплаве были обнаружены после ИПД в работе [188]. В сплавах с Mg и Cr формируются частицы $Al_{18}Mg_3Cr_2$ [195] размером до 100 нм, это основные дисперсоиды в сплаве АА7475. Существует ее аналог с марганцем $Al_{18}Mg_3Mn_2$ [196], в том числе получаемый

высокотемпературным синтезом [197], но дисперсоидов такой фазы на момент начала исследований не выявляли. Дисперсоиды I-фазы повышенной плотности распределения и размером 20-30 нм выявлены в экспериментальных сплавах Al-Mn-Cu-Be [198], однако большая концентрация токсичного бериллия ограничит их применение.

Меньший размер дисперсоидов обеспечивает Zr. При 300-450 °С из пересыщенного Zr твердого раствора выделяется метастабильная когерентная матрице упорядоченная фаза с $L1_2$ структурой Al_3Zr размерами 5-15 нм [199], имеющая контраст Эшби-Брауна [200] (более грубые частицы $D0_{23}$ фазы формируются при температурах выше 450-500 °С [201]).

Атомы РЗМ (Sc, Er, Yb и др.) [202] замещают Zr в Al_3Zr, формируя структуру ядро-оболочка с обогащенным РЗМ центром и Zr на периферии в Al_3(РЗМ,Zr) фазе [203,204]. Такой подход дает синергетический эффект [205]: ввиду ускоренной диффузии РЗМ увеличивает число центров зарождения дисперсоидов и их плотность распределения в матрице, а медленно диффундирующий Zr повышает их термическую стабильность. Самым эффективным РЗМ является Sc [184], его неравновесная растворимость наибольшая - 0.6 мас % и выше [206,207], а прочих РЗМ менее 0.1-0.15 мас % [173]. В данной работе (см. Главу 1), кроме Sc использовали Er и Y для оценки их эффективности при разработке сверхпластичных сплавов.

Отжиг-гомогенизация слитков в сплавах с Zr и Sc требует пониженных температур для формирования частиц повышенной дисперсности [208]. Максимальный распад пересыщенного данными элементами твердого раствора происходит при 300 - 450 °С [209]. РЗМ повышают температурно-временной интервал существования $L1_2$ - Al_3Zr фазы и уменьшают ее склонность к трансформации в более равновесные структуры, увеличивая термическую стабильность, т.к. $L1_2$ фаза термически стабильнее $D0_{23}$ модификации.

Кроме РЗМ, к элементам, оказывающим влияние на кинетику образования $L1_2$ фазы можно отнести и основные пять растворимых легирующих элементов - Cu, Zn, Si, Li, в присутствии которых формируется высокая плотность распределения дисперсоидов. Ускоряют образование, замедляют рост и повышают плотность распределения Al_3Zr фазы Zn, Si и Cu [176,210–213]. Несмотря на представление о том, что Mg должен ускорять кинетику формирования $L1_2$ фазы [214], в магналиях с цирконием, представляющих наибольший интерес в качестве сверхпластичных сплавов, плотность выделения дисперсоидов низкая, а их распределение неоднородно [215]. При этом ТМО: экструзия [216], РКУП [217] или обработка трением с перемешиванием [218] способствуют формированию равномерного распределения дисперсоидов Al_3Zr в сплавах Al-Mg-(0.5-1) %Zr. Вероятно, это результат ускорения диффузии деформацией из-за роста доли дефектов кристаллической решетки.

Выделение фазы $L1_2$ возможно в результате непрерывного или прерывистого распада [219]. Непрерывный распад через зарождение и рост частиц второй фазы обеспечивает равномерно распределенные околосферические дисперсоиды. Стержнеобразные выделения в форме веерообразных конфигураций, растущие от границ зерен в тело, напоминающие эвтектоидные колонии, результат нежелательного прерывистого распада [220]. Прерывистый распад ранее был выявлен при содержании ≥ 0.5 мас%Zr. Имеются ограниченные данные о прерывистом распаде в сплавах, содержащих Zr с другими РЗМ/ПМ [221–224].

В зависимости от параметров дисперсоидов структуру сплавов можно разделить на две группы [9]. В первой группе сплавов рекристаллизация проходит при нагреве листа до температуры сверхпластической деформации и формируется микрозеренная структура, данные сплавы содержат Mn и Cr, а формирующиеся дисперсоиды имеют размер ~50–100 нм. К второй группе относятся сплавы типа Супрал, в которых статическая рекристаллизация подавлена ввиду повышенного содержания Zr (более 0.25 %) или добавки Sc и его аналогов, обеспечивающих высокую долю дисперсоидов $L1_2$ фазы. Микрозеренная структура формируется во время сверхпластического течения ввиду действия дислокационных механизмов деформации и динамической рекристаллизации, чаще по непрерывному механизму [225–227]. В присутствии Sc, обычно 0.2 % и более, сплавы разных групп становятся природно-сверхпластичными, но цена листа ощутимо возрастает. Необходимо проанализировать возможность уменьшения концентрации или замены скандия на другие элементы в сверхпластичных сплавах при использовании традиционной прокатки для получения листов. Сплавы первой группы могут содержать >0.15 % Zr, что не обеспечивает достаточной доли частиц для сдерживания рекристаллизации.

Систематическая информация в литературе об особенностях формирования $L1_2$ фазы в различных сплавах, в том числе с РЗМ, на момент постановки задач данной работы была ограничена. Опубликованных данных о распаде пересыщенного цирконием твердого раствора в магналиях с цирконием без скандия и авиалях со скандием было недостаточно. Для Mn-содержащих дисперсоидов низкотемпературные режимы обработки были мало изучены. Кроме того, при изменении и усложнении химических составов сплавов, при дополнительном легировании кинетика распада, параметры частиц могут существенно изменяться, что требует оптимизации режимов гомогенизационного отжига с позиции достижения высокой плотности распределения дисперсных частиц. Дополнительно, необходимость использования высокотемпературных отжигов слитка для сфероидизации частиц эвтектического происхождения и высокие температуры сверхпластической

деформации, обусловливают необходимость анализа изменений параметров дисперсоидов в сплавах при повышенных температурах для выбора наиболее перспективных с точки зрения сверхпластичности композиций и режимов обработки. Результаты Главы и методики исследования опубликованы в [40,47,50–53,57,60,61,63,66,67,73,78,83,85–88,90,91,96,108,116]. Размер частиц определяли по данным ПЭМ, а максимальную объемную долю f_d дисперсоидов, ввиду отсутствия информации о толщине фольги, рассчитывали исходя из содержания образующих фазу элементов в растворе, плотности фазы (для I фазы использовали данные наиболее близкой по составу $Al_{12}Mn$), в ряде случаев использовали данные ThermoCalc. Данные о параметрах дисперсоидов в зависимости от обработки сведены в Таблицу А2 Приложения А.

2.1 Дислокационная структура сплавов в литом состоянии

Дислокационная структура сплавов в литом состоянии характеризуется стенками из дислокаций и отдельными дислокациями в теле зерен (рис.2.1). При концентрациях магния 3–7 % существенного влияния его на характер дислокационной структуры не выявлено. Встречаются скопления включений фаз кристаллизационного происхождения микронных размеров, описанные в Главе 1.

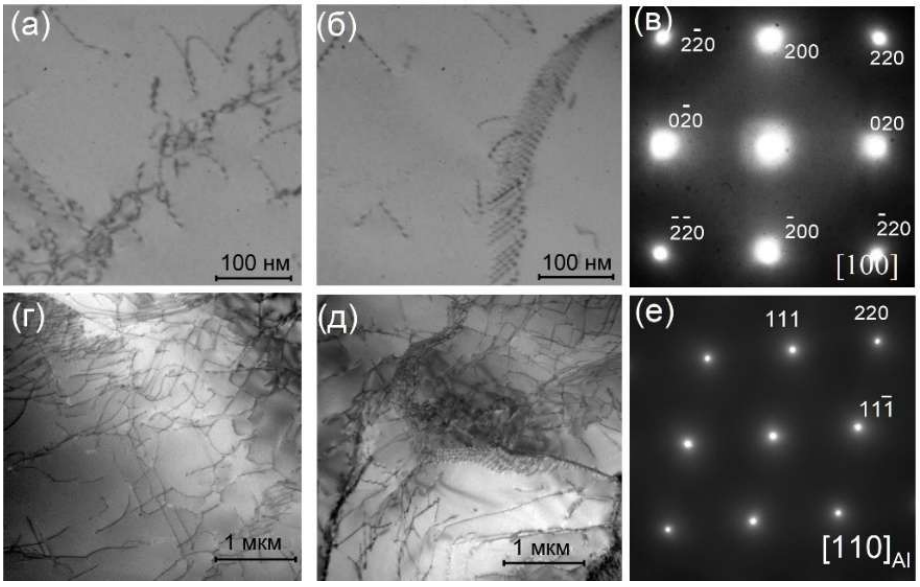


Рисунок 2.1 - Дислокационная структура сплавов (а-в) Al3Mg0.25Zr, (г) Al3Mg1.1Mn и (д,е) Al-3Mg-1.1Mn-0.25Zr в литом состоянии

2.2 Распад пересыщенного Mn и/или Cr алюминиевого твердого раствора

2.2.1 Анализ зависимости твердости от времени отжига слитка

Изменение механических характеристик при отжиге слитка в сложнолегированных сплавах обусловлено совокупностью процессов, протекающих в микроструктуре [153]: (1) увеличением твердорастворного упрочнения ввиду растворения неравновесных фаз кристаллизационного происхождения, если таковые формируются при кристаллизации, (2)

дисперсионным твердением ввиду выделения наноразмерных алюминидов переходных металлов, которые формировали пересыщенный твердый раствор после литья, т.е. по сути с процессами высокотемпературного старения, которые для данной главы являются определяющими, (3) формированием продуктов распада твердого раствора в стареющих сплавах. Разупрочнение может быть следствием огрубления частиц вторых фаз, а также возврата, а в сплавах с повышенным содержанием Mg даже рекристаллизации [153]. При низких температурах отжига, например, в сплавах с Cu, Mg и Si, возможны эффекты, вызванные огрублением или растворением вторичных фаз, выделившихся при охлаждении слитка после кристаллизации. Таким образом, изменение твердости при отжиге слитков алюминиевых сплавов не всегда однозначно, так как растворение неравновесных фаз может сопровождаться как упрочнением (особенно в случае меди), так и разупрочнением, а может не влиять на значения твердости. Использовать твердость как единственный критерий выбора оптимального режима отжига слитка нельзя, для подтверждения требуется детальный анализ микроструктуры. Тем не менее, эволюция твердости при отжиге слитка в сплавах в зависимости от добавок дисперсоидообразующих элементов (рис.2.2) позволяет провести косвенный анализ и сравнить кинетики распада пересыщенного при литье твердого раствора с выделением дисперсоидов.

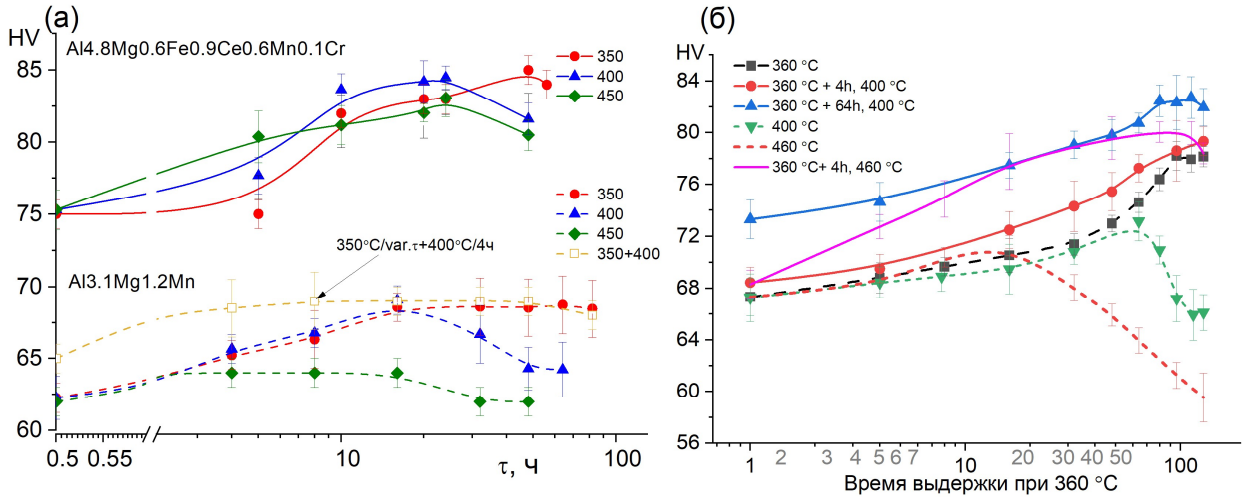


Рисунок 2.2 - Зависимости твердости от времени отжига слитка (а) при температурах 350, 400, 450 °C для сплавов на основе системы Al-Mg-Mn матричного и псевдоматричного типа (составы сплавов указаны на графиках) (б) при 360, 400, 460 °C и двухступенчатых режимах сплава Al-3Mg-1.1Mn-0.25Zr (режимы указаны в легенде)

Отжиг при 300 °C до 48 ч не меняет твердость сплавов Al-(3-5)%Mg с Mn, с Mn и Zr совместно (рис. 2.2). При 350-400 °C прирост твердости в сплавах без Zr 5 HV (максимум после 16 ч). В сплавах с повышенным Zr упрочнение наблюдали после выдержек более 32 ч, связанное с распадом твердого раствора и выделением фазы Al_3Zr. Отжиг при повышенных температурах 400-460 °C приводит к слабому упрочнению, за которым следует

интенсивное разупрочнение, усиливающееся с увеличением температуры отжига, очевидно ввиду огрубления выделяющихся частиц (рассмотрим в разделе 2.4).

Аналогично поведение многокомпонентных сплавов Al-4.8Mg-(0.6-0.9)Fe-(0.9-1.2)Ce/Ni-(0.6-0.7)Mn-0.15Cr (рис. 2.2а). В данных сплавах закономерно выше как абсолютные значения твердости, что обеспечено твердорастворным упрочнением и присутствием твердых частиц кристаллизационного происхождения, так и прирост твердости при отжиге (10 HV), что может быть следствием выделения более дисперсных частиц или большей их объемной долей.

2.2.2 Анализ параметров дисперсоидов в сплавах с марганцем и/или хромом

После 4-8 часов отжига магналиев с 3-5 % Mg при низких температурах 350-360 °С дендритная ликвация Mg устраняется, Mg равномерно распределяется по сечению дендритной ячейки. Рентгенографически в сплавах с повышенным содержанием марганца (1.1-1.2 %) после кристаллизации была выявлена орторомбическая фаза Al_6Mn, в которой по данным ЭДА способны растворяться хром и железо, что может приводить к небольшим смещениям пиков фазы относительно равновесных положений. После низкотемпературного отжига слитка кроме Al_6Mn появляются дифракционные пики, которые идентифицируются как квазикристаллическая I-фаза с решеткой икосаэдрического типа [228] (красные треугольники на рис.2.3а).

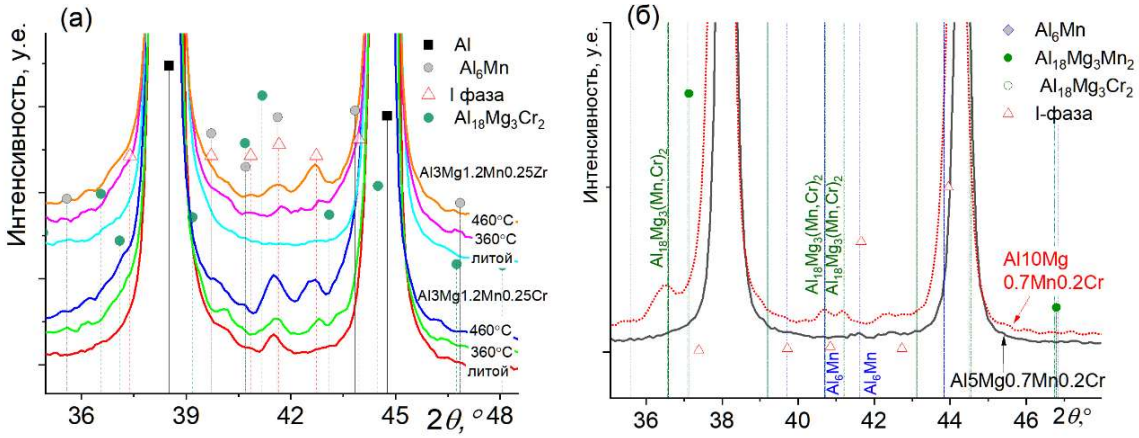


Рисунок 2.3 – Рентгеновские дифрактограммы сплавов (а) Al-3Mg-1.2Mn с 0.25Cr и 0.25%Zr (б) Al-(5-10)Mg-0.7Mn-0.2Cr после литья и 8 часов отжига при 360 и 460 °С

В сплавах с Al-(3-6.8)%Mg-0.7%Mn-(0.2-0.25)%Cr основная фаза в отожженном состоянии (после 12 ч отжига слитка при 430 °С) также Al_6Mn, а при 8 - 10 % Mg фазовый состав меняется и выделяется $Al_{18}Mg_3Mn_2$ или $Al_{18}Mg_3Cr_2$. Рентгенографически определить, какая из двух фаз образуется нельзя, так как они имеют практически идентичные параметры решетки и их равновесные отражения на дифрактограммах фактически совпадают (рис.2.3б).

Во всех исследуемых магналиях с 1.5-5 % Mg систем Al-Mg-Mn, Al-Mg-Mn-Cr, Al-Mg-Mn-Zr, Al-Mg-Mn-Fe-Ni-Cr, Al-Mg-Mn-Fe-Ce-Cr-Zr в ПЭМ **после 8-24 часов отжига при 350-380 °C** выявлены дисперсоиды преимущественно равноосной формы (рис. 2.4). При этом РФА согласуется с данными электронограмм. Вне зависимости от системы легирования фаза имеет характерное для квазикристаллической икосаэдрической I-фазы расположение рефлексов в осях зоны 2, 3 и 5 порядка (рис. 2.4в,е,и,м). Ось симметрии 3 порядка I-фазы параллельна оси зоны <111> Al, ось симметрии 2 порядка оси зоны <100> или <110> Al [67,86,96,109]. Указанные ориентационные соотношения I-фазы и Al соответствуют данным [194].

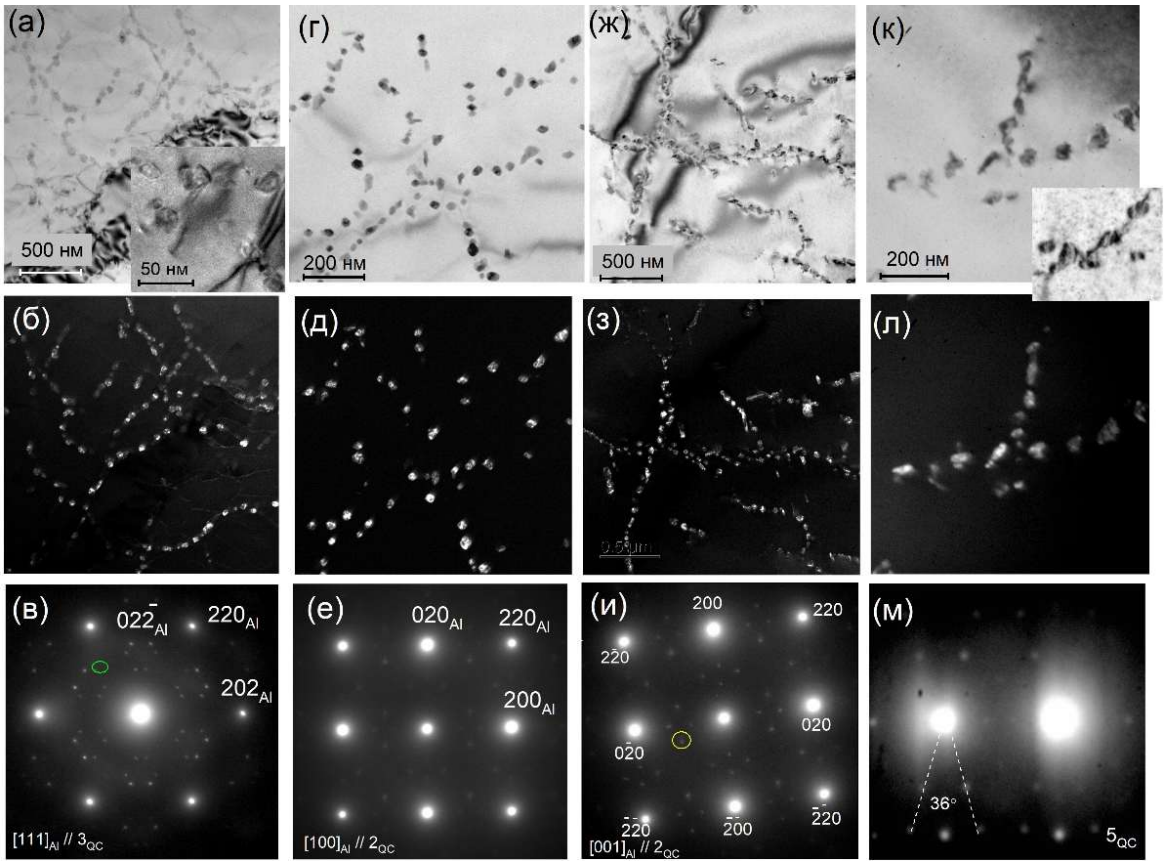


Рисунок 2.4 - (а,г,ж,к) Светолопольные, (б,д,з,л) соответствующие рефлексам от второй фазы темнопольные изображения и (в,е,и,м) электронограммы сплавов с разным содержанием магния и добавками Zr и Cr после отжига литых образцов при температуре 350-360 °C в течение 8 часов (а-в) Al-1.5Mg-2Mn, (г-е) Al-3Mg-1.2Mn, (ж-и) Al-3Mg-1.2Mn-0.25Zr, (к-м) Al-5Mg-1.2Mn [67,86,88,96,109]

Анализ отдельных частиц в высоком разрешении и преобразования Фурье (рис. 2.5), свидетельствует о частичной когерентности *I*-фазы и Al матрицы. Контраст Эшби-Брауна (рис. 2.4ж, врезка на рис. 2.4к) и Муаровый контраст, который формируется ввиду наложения решеток с близкими параметрами, также косвенно свидетельствуют о частичной когерентности выделений. Частицы I-фазы в большинстве формируются вблизи дислокаций, а также встречаются на границах зерен.

Размер частиц I-фазы в разных сплавах от 15 до 60 нм. После 8 часов выдержки при 350-360 °C средний размер составил 26±2 нм при 1.5%Mg, 28±2 нм при 3%Mg и 38±2 нм при 5%Mg, т.е. несколько увеличивается с увеличением концентрации магния [47]. При 4.8-4.9%Mg в сложнолегированных сплавах с Fe и Cr, растворяющихся в I фазе, средний размер частиц несколько меньше и составляет 30±2 нм после 12 ч выдержки.

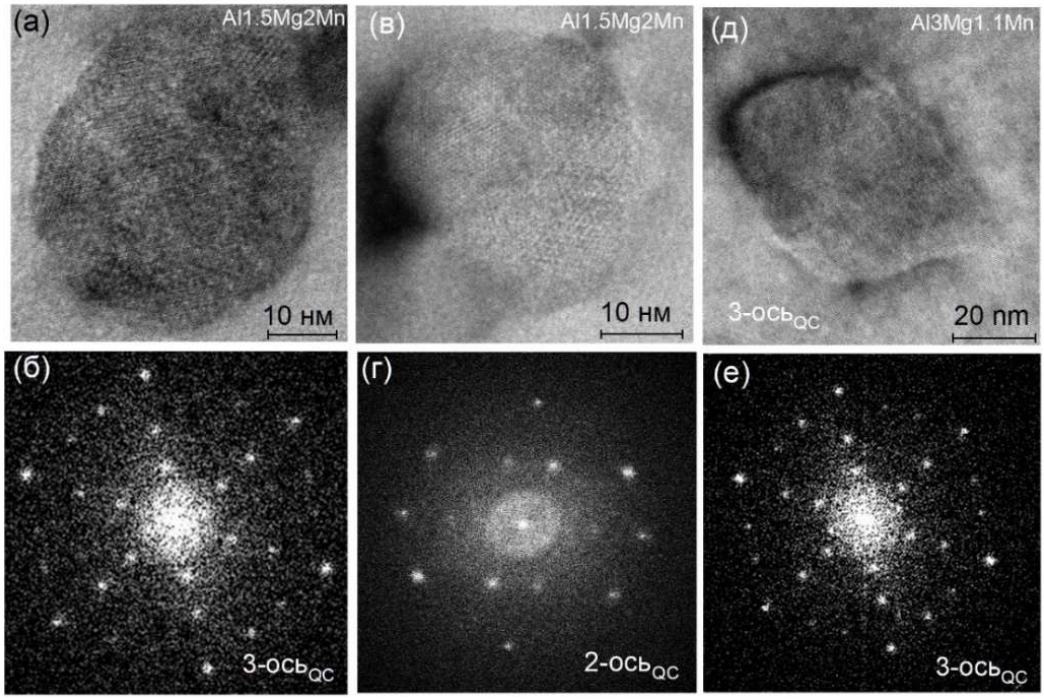


Рисунок 2.5 - (а,в,д) Изображения в высоком разрешении и (б,г,е) их Фурье преобразования в сплавах системы Al-(1.5-3)Mg-(1.1-2)Mn после 8 часов отжига при 350 °C [88]

Увеличение времени выдержки до 24-48 ч при 350-360 °C приводит к формированию, в дополнение к I-фазе, вытянутых пластинчатых частиц длиной 70-250 нм и шириной 20-40 нм (рис.2.6). В сплавах с 1.5-3% Mg равноосные выделения укрупняются до 42±4 нм за 48 ч отжига. Легирование хромом и железом (сплавы Al-(4.7-5.8)%Mg-0.6%Fe-0.9%Ni/1%Ce-0.6%Mn-0.15%Cr-0.1%Zr) стабилизирует размер частиц, сохраняя 36±2 нм после 24 -48 ч при 360 °C (рис. 2.6) [88]. Анализ Фурье (рис. 2.7, 2.8) выявляет сосуществование I-фазы и кубической $Al_{12}Mn$, что предполагает два возможных сценария: переход метастабильной I-фазы в стабильную кристаллическую форму либо зарождение $Al_{12}Mn$ на поверхности частиц I-фазы.

Отжиг 8 часов при температурах 380-400 °C и двухступенчатый отжиг 8-24 часа при 350 °C и 3-4 часа при 400 °C обеспечивают близкие параметры выделений. Число пластинчатых выделений, которые формируются в свободных от дислокаций участках, увеличивается с ростом температуры, но дифракционная картина идентична. После данных режимов обработки средний размер равноосных дисперсоидов составляет (44-48)±3 нм. Длина пластинчатых выделений 90-400 нм, а ширина 20-40 нм [67,88,109].

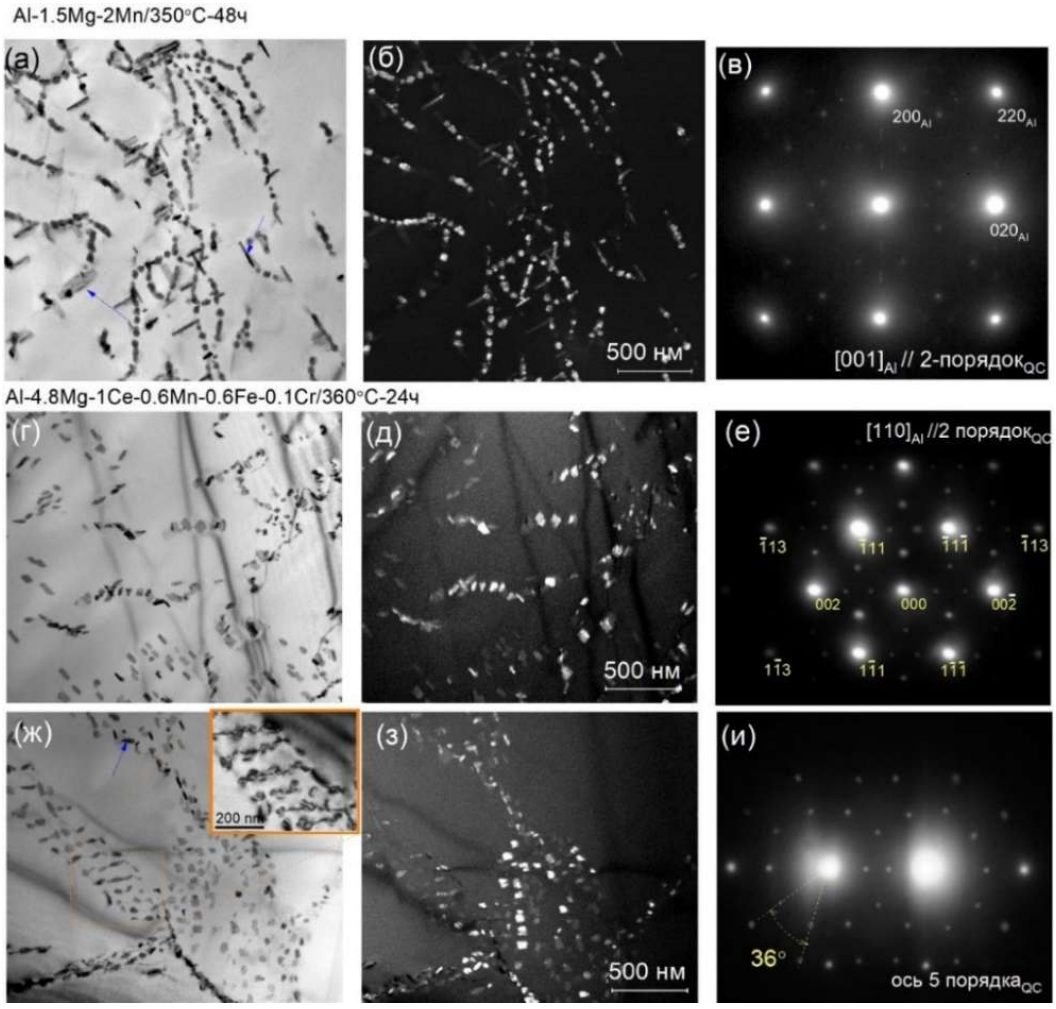


Рисунок 2.6 - Дисперсоиды после 24 часов отжига при 360 °C в сплавах (а-в) Al-Mg-Mn и (г-и) Al-Mg-Mn-Fe-Ce-Cr [73]

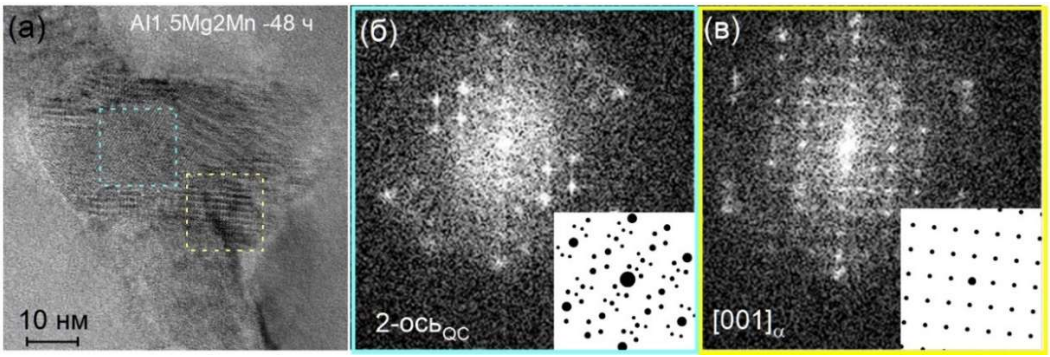


Рисунок 2.7 – (а) ПЭМ изображение дисперсоидов после 48 часов отжига при 350 °C в сплаве Al-1.5Mg-2Mn и (б,в) соответствующие Фурье преобразования выделенных цветом на рисунке (а) участков [88]

Ввиду дисперсности частиц ориентироваться на данные ЭДА для определения стехиометрических соотношений фаз нельзя, но качественно определить состав можно. Концентрация Mn в дисперсных частицах после отжига при 350-360 °C ~4–5 ат %. ЭДА более 50 частиц в сплавах с разным содержанием магния не выявил повышенного уровня Mg в I-фазе. Соотношение Al:Mn в частицах в тройных сплавах составляет ~24:1, что в два раза ниже значения, соответствующего стехиометрическому составу метастабильной фазы $Al_{12}Mn$, которую считают наиболее близкой по стехиометрии к I-фазе.

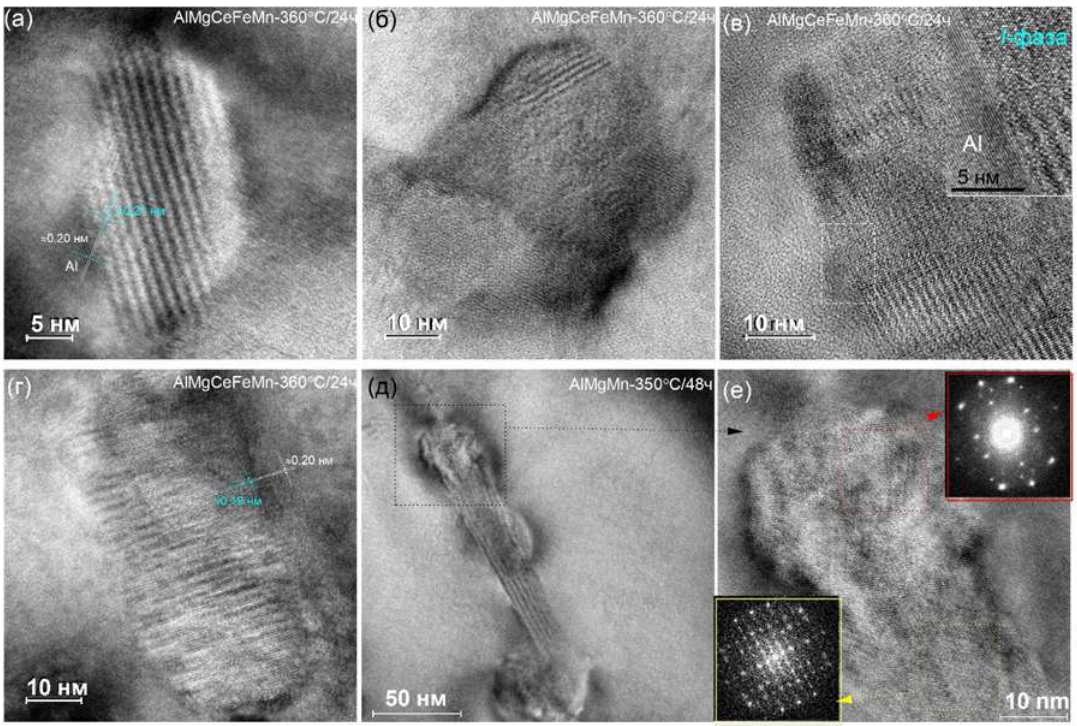


Рисунок 2.8 - ПЭМ изображения высокого разрешения дисперсоидов (а-г) сплава Al-4.8Mg-1Ce-0.6Fe-0.6Mn-0.1Cr [73] после 24 часов отжига при 360 °C и (д,е) сплава Al-3Mg-1.2Mn-0.25Zr [86] после 48 часов отжига при 350 °C врезки на (е) Фурье преобразования выделенных участков

В присутствии Cr, Fe, примеси Si в магналиях данные элементы растворяются в I-фазе и других Mn-содержащих фазах, их концентрация в частицах выше, чем в сплаве. Частицы I-фазы в сплавах с хромом и железом кроме алюминия Al, содержат 4-5 ат % Mn, 1.4-1.9 ат % Fe, 0.4-0.6 ат % Cr (рис. 2.9).

После низкотемпературной гомогенизации, 8 часов при 350-360 °C, в участках без частиц вторых фаз в сплавах с 0.5-0.6 ат % Mn (1-1.2 мас %) остается до 0.3-0.4 ат % Mn в растворе после 24 часовой выдержки при 360 °C в сплавах с Cr и Fe, при 0.3 ат % (0.6-0.7 мас %) Mn в растворе всего 0.15-0.2 ат % Mn. Ce и Ni в многокомпонентных магналиях в области дисперсоидов не обнаружены, что логично ввиду малой растворимости элементов в алюминии при неравновесной кристаллизации. В сплавах с Cr и Fe плотность распределения частиц выше, несмотря на меньшее содержание марганца. Логично предположить, что Cr и Fe, замещая атомы Mn в выделениях, способны повысить их долю. Концентрация Zr в областях частиц, при его наличии в сплавах, не превышает 0.04 ат %, т.е. близка или ниже его содержания в сплавах и твердом растворе (до 0.09 ат %/0.1-0.3 мас % в зависимости от сплава), что скорее следствие захвата электронным пучком окружающей частицу матричной фазы, чем растворения циркония в фазе с Mn.

После термомеханической обработки, включающей отжиг слитка при 350-360 °C (8 ч), горячую прокатку (при 360 °C), холодную прокатку с обжатием ~80 % и 1 час отжига при 250°C [86], I-фаза сохраняет размеры и структурный тип, о чем говорят морфология

частиц (рис.2.10а,б,г,д) и их изображения в высоком разрешении.

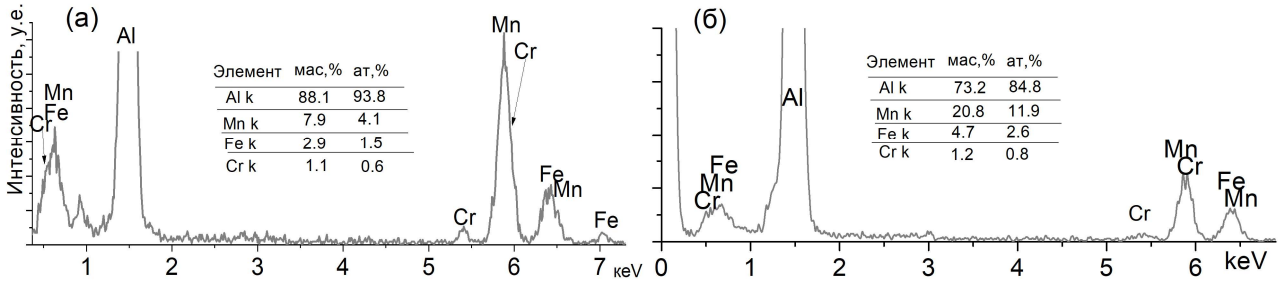


Рисунок 2.9 - ЭДА области выделений (а) I-фаза после отжига при 360 °С (б) Al_6Mn фаза после двухступенчатого отжига при 360 °С и 500 °С [73]

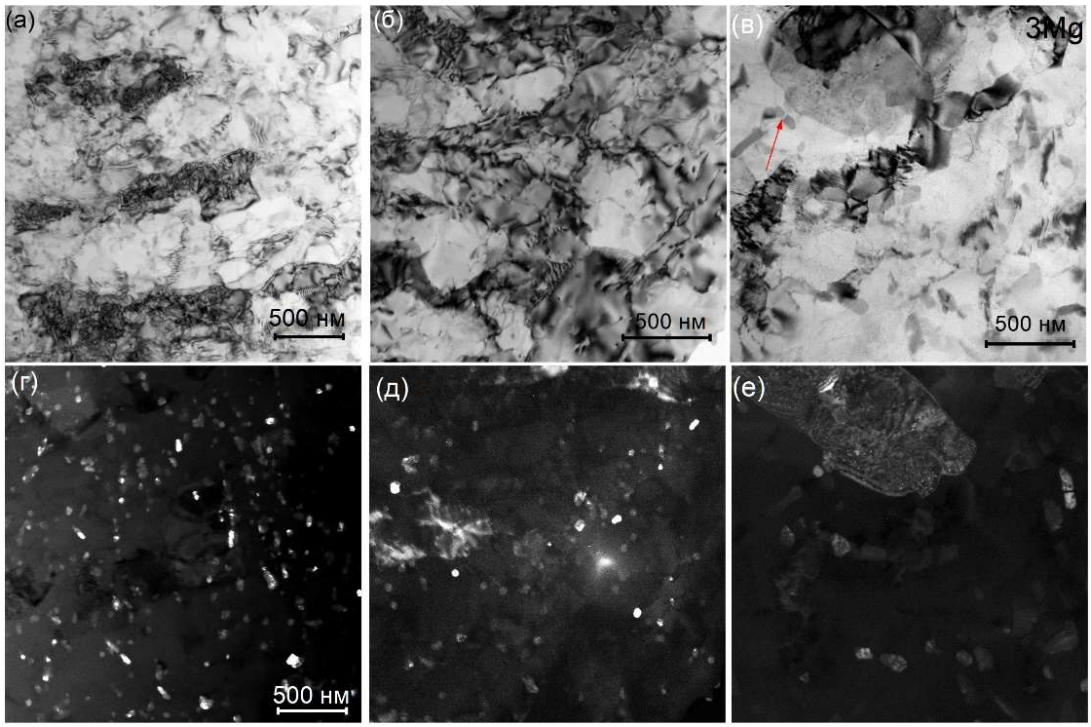


Рисунок 2.10 - ПЭМ изображения частицы I-фазы в сплавах с (а,г) 5 % Mg [96] и (б,в,д,е) 3 % Mg [86] с 1.2 % Mn после термомеханической обработки, включающей гомогенизационный отжиг при (а-б,г-д) 360 °С, 8-16 ч и (в,е) в две ступени при 360 °С, 32 ч и 400 °С, 4 ч, горячую прокатку при 350 °С на 75-78 %, холодную прокатку на 83-85 % и отжиг при 250 °С, 1 час

Фурье преобразования полученных изображений демонстрируют типичную для I-фазы дифракционную картину с осью симметрии второго порядка (рис.2.11). Дисперсоиды сохраняют после ТМО средний размер (28–36)±5 нм.

Высокотемпературный отжиг слитков при типичных для магналиев температурах 460-480 °С (3-8 ч) ожидаемо приводит к выделению частиц равновесной фазы Al_6Mn пластинчатой морфологии с продольным средним размером 150±30 нм (рразмах 40-800 нм). Чем выше температура, тем больше средний размер и доля крупной фракции частиц (рис.2.12-2.14) [52,74,96]. Морфология и микроэлектронограммы подтверждают фазу Al_6Mn. Плотность распределения частиц в матрице значительно возрастает, по сравнению с низкими температурами, так как они выделяются в свободных от дислокаций участках.

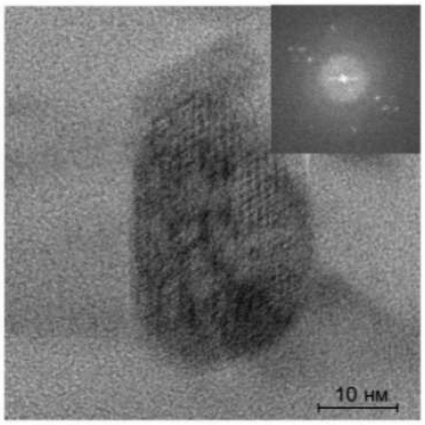


Рисунок 2.11 - Изображение в высоком разрешении ПЭМ частицы I фазы после термомеханической обработки, включающей гомогенизационный отжиг при 360 °С, 8 ч [96]

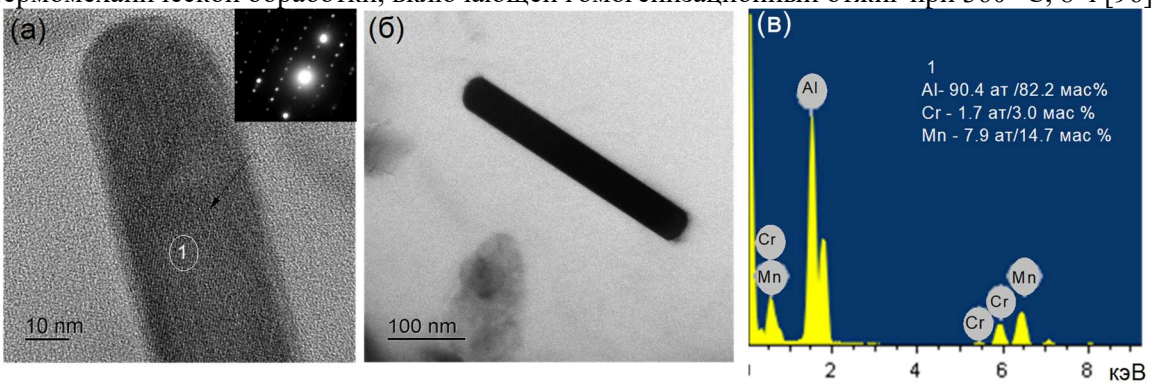


Рисунок 2.12 – (а,б) Изображения частиц после отжига при 460 °С и (в) данные ЭДА в сплаве Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr [47]

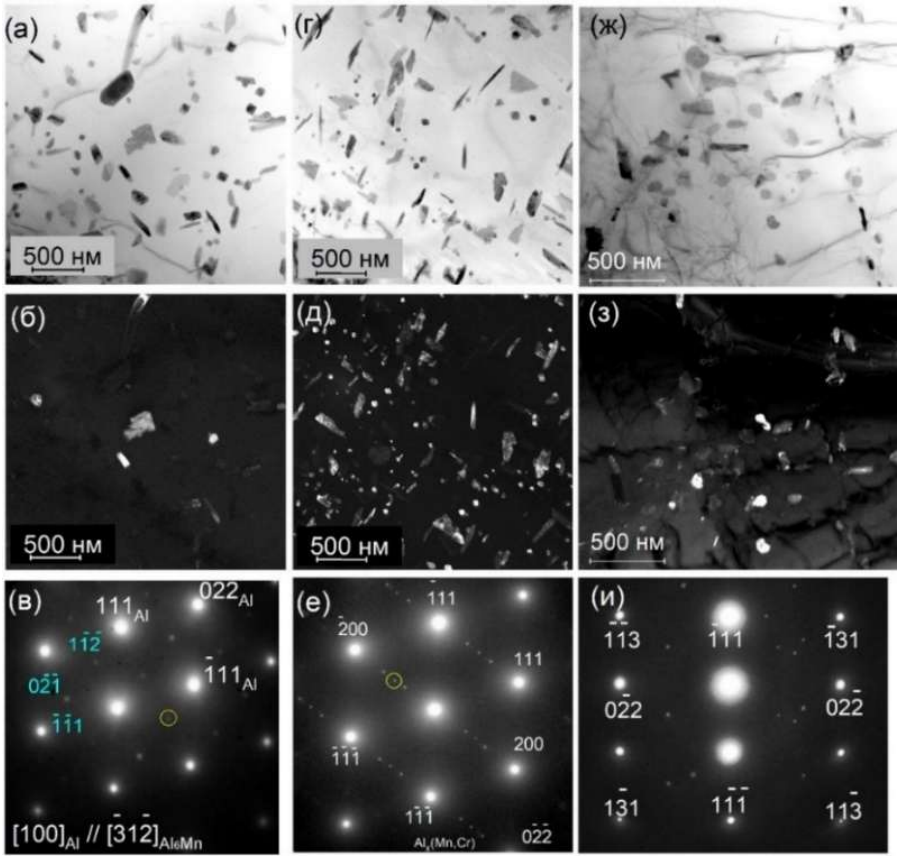


Рисунок 2.13 - ПЭМ-изображения структуры сплавов (а-в) Al-2Mn-1.5Mg [88] после 8 ч отжига при 450 °С, (г-д) Al-3Mg-1.2Mn-0.26Zr [47] (к-м) после отжига при 460 °С в течение 8 ч , (ж-и) Al-4.8Mg-1Ce-0.6Fe-0.6Mn-0.1Cr [73] после двухступенчатой обработки 24 ч при 360 °С и 3 ч при 500 °С; (а,г,ж) светлое поле; (б,д,з) темное поле; (в,е,и) электронограммы

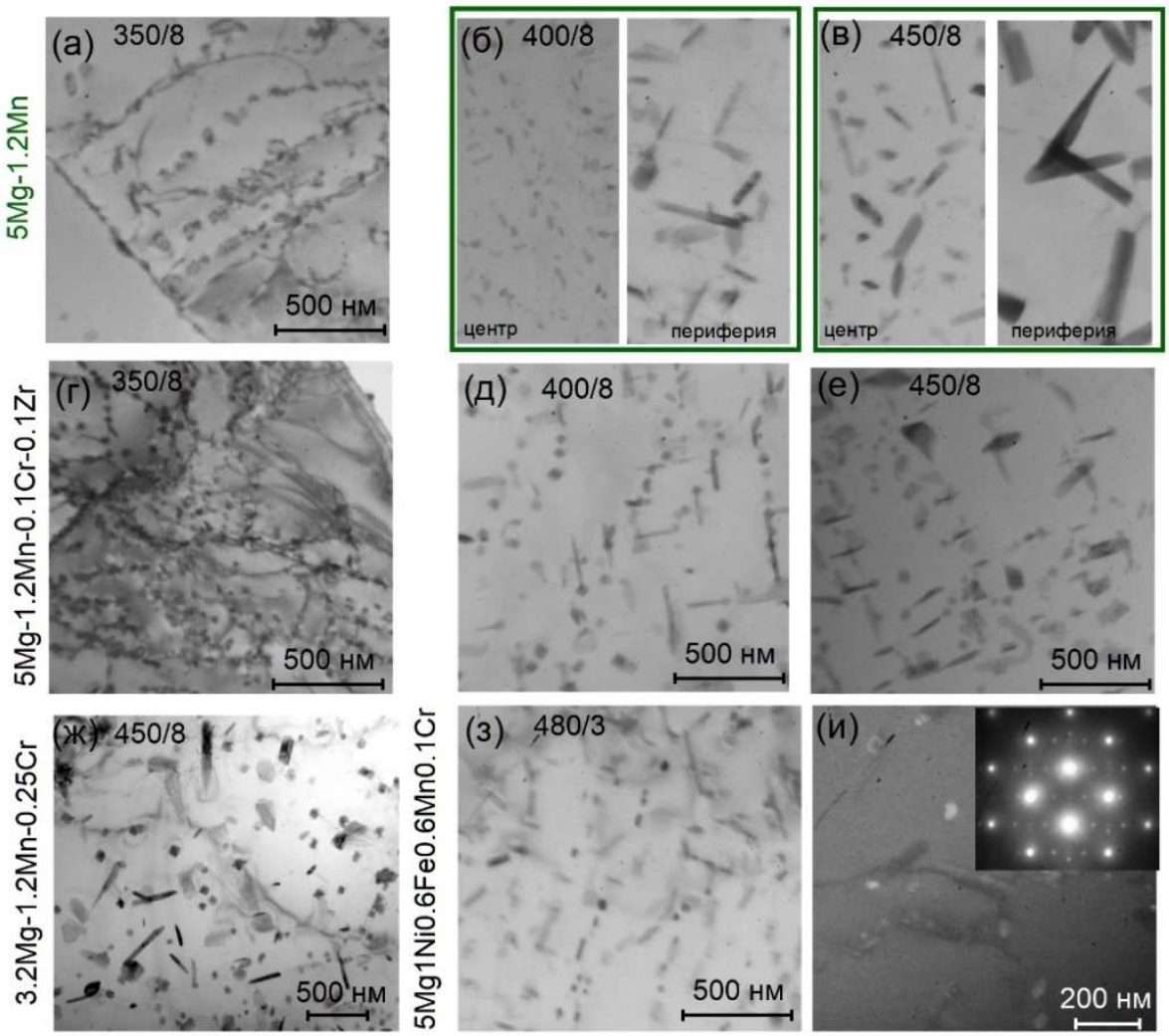


Рисунок 2.14 - Сравнение морфологии дисперсоидов в ПЭМ в зависимости от химического состава и режима отжига слитка сплавов (данные указаны на рисунках)

В сплавах с железом Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.15Cr и Al-(4.8-5.8)%Mg-0.6Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr после отжига при 350-360 °С и 480-500 °С на второй ступени, согласно данным ПЭМ формируется смесь I, $Al_{12}Mn$ и Al_6Mn, (рис.2.12ж,з,и).

Размеры частиц Mn-содержащих фаз и их морфология не зависят от содержания циркония, но зависят от содержания хрома, особенно существенно при температурах 440-480 °С. Для анализа влияния хрома, который растворяется в фазах в исследуемых сплавах, необходимо уделить внимание сравнению морфологии выделений и распределению по сечению дендритной ячейки для сплавов без хрома, с 0.1 % Cr и 0.25 % Cr (рис. 2.14 а,г). При 350-360 °С на дислокациях выделяется I-фаза, характер распределения определяется преимущественно дислокационной структурой сплава. При 1-1.2Mn и 3-5Mg средний размер частиц после 8 часов выдержки при 350 °С в сплавах без хрома и при 0.1 % Cr отличается незначительно, составляя (28-35)±5 нм [96]. В сплавах с добавками Fe и Cr I-фаза имеет близкий средний размер (34-36)±3 нм и после более длительной 24 часовой выдержки при 360 °С [73].

Сравнивая сплавы с повышенным содержанием хрома до 0.25 % и сплав близкого состава без Cr после 8 часов отжига при 380 °C, наблюдаем аналогичную смесь дисперсоидов I-фазы и $Al_{12}Mn$ (рис.2.15). В сплаве с 0.25 % Cr кроме дисперсоидов на дислокациях, наблюдали повышенную плотность распределения частиц равноосной морфологии в областях свободных от дислокаций (рис.2.15а), а в сплаве без хрома I-фаза образуется только на дислокациях аналогично низкотемпературной обработке, $Al_{12}Mn$ на частицах I-фазы (рис.2.15б-г).

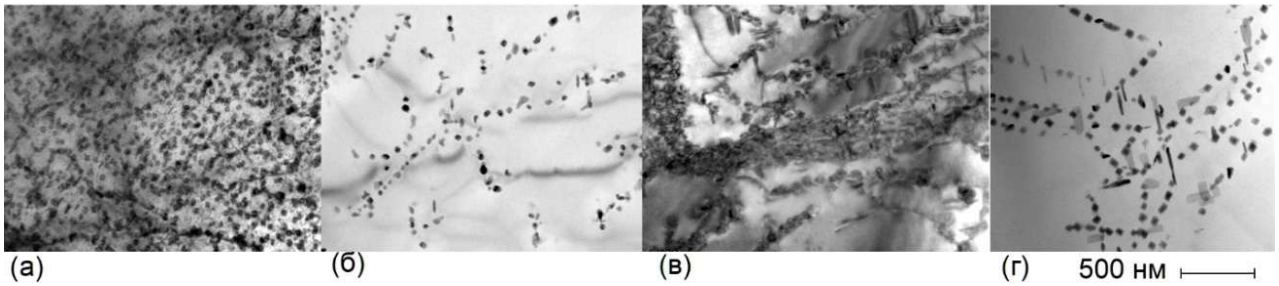


Рисунок 2.15 - (а) Сплавы Al-3%Mg-1.2%Mn-0.25%Cr, (б) Al-3%Mg-1.2%Mn и (в, г) Al-3%Mg-1.2%Mn-0.25%Zr после 8 часов отжига при 380 °C

Интенсивность рентгеновских линий от I-фазы в сплавах с хромом действительно больше после данного режима отжига, чем в сплаве без хрома (рис.2.3а), что косвенно подтверждает рост объемной доли частиц. Их средний размер несколько отличался, 41±3 нм в сплавах с хромом против 46±2 нм в сплавах без хрома.

При 400-460 °C (рис.2.14б,в) в магналиях с 1-1.2Mn без хрома распределение частиц по размерам и морфологии неоднородное. В центре дендритных ячеек образуются компактные частицы с КФ>0.6, на периферии грубые пластинчатые с КФ<0.5. Добавка 0.1-0.25 % Cr повышает однородность распределения частиц по размерам и их дисперсность. В сплавах Al-(3-5)%Mg-1.2%Mn и Al-(3-5)%Mg-1.2%Mn-0.1%Cr [96], средний размер частиц (для вытянутых продольный размер) после отжига при 400 °C составляет 91±4 нм против 105±5 нм, при 440–480 °C 125±10 нм против 87±4 нм. Уменьшается длина пластинчатых выделений с (300-320)±20 до (210-240)±20 нм и их толщина с 65 до 50 нм, и средний размер фракции равноосных частиц уменьшается с 67±5 до 50±5 нм.

Равноосные выделения могут частично принадлежать ε-$Al_{18}Mg_3Cr_2$ фазе (которая должна выделяться по данным ThermoCalc в сплавах с повышенным содержанием хрома). Несмотря на то, что рентгенографически при концентрациях магния 6.8 % и ниже данная фаза не была обнаружена даже при 0.25 % Cr, а формировалась только при 8-10 % Mg (рис.2.3б), ее частицы выявлялись методом ПЭМ-ЭДА (рис.2.16).

В сплавах Al-(4.8-4.9)%Mg-(0.9-1)%Ni-(0.6-0.7)%Fe-(0.6-0.7)%Mn-(0.12-0.15)%Cr-(0.1Zr) после двухступенчатого отжига слитка (360 °C, 24 ч и 480 °C, 6 ч) и последующей ТМО с нагревом до температуры сверхпластической деформации 540 °C дисперсоиды

имеют размеры до 100 нм и представлены двумя фазами. Первый тип доминирует и содержит марганец, хром и железо и, вероятно, принадлежит $Al_6(Mn,Cr,Fe)$, решетка которой не отличается от Al_6Mn [116]. Дисперсоиды второго типа содержат повышенное количество магния, хром и марганец в близких атомных концентрациях, т.е. принадлежат, вероятно, фазе $Al_{18}Mg_3(Cr,Mn)_2$. После ТМО обнаружены выделения Al_3Zr. При этом ε-фаза выявлена при содержании в растворе в литом состоянии всего ~0.4 % Mn, и 0.15 % Cr, при >0.6 % Mn в растворе ε-фаза обнаружена при >0.2 % Cr .

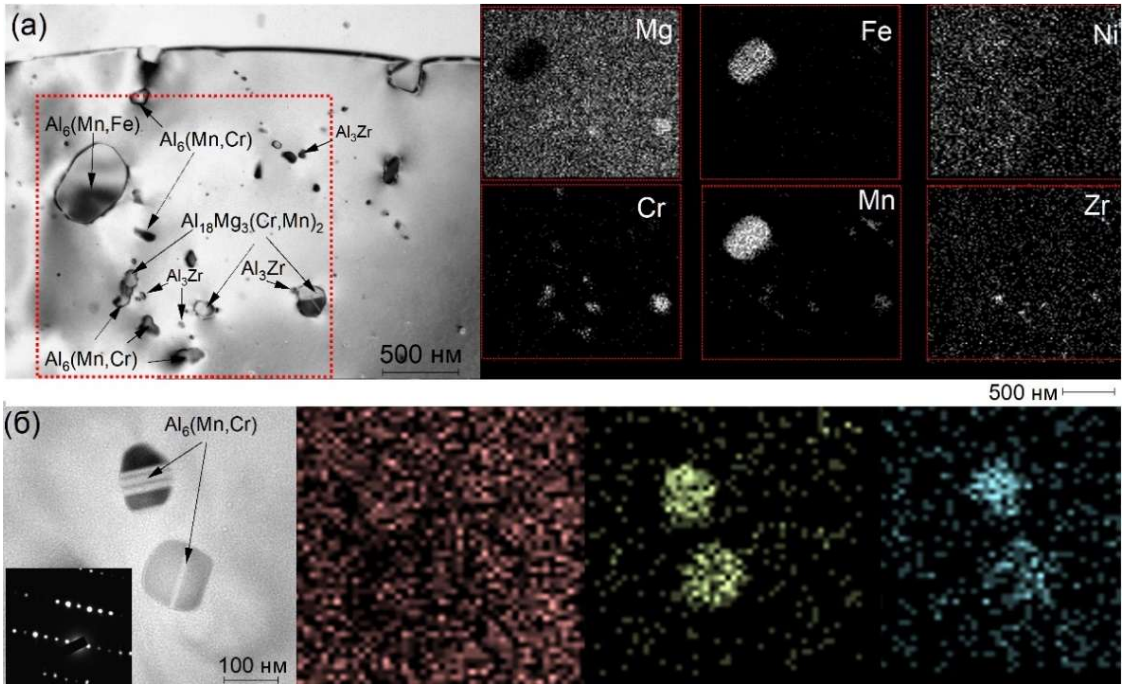


Рисунок 2.16 – (а) Микроструктура и карты распределения элементов на выделенном участке (б) частицы $Al_6(Mn,Cr)$ с ЭДА картами Mg, Mn, Cr в сплаве Al-4.9Mg-1Ni-0.6Fe-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr после отжига при 360 °C 24 ч и 480 °C 6 часов, горячей, холодной прокатки и 15 минут отжига 540 °C [116]

Пластинчатые частицы при деформации интенсивно делятся (рис.2.17). Возможна как их фрагментация, по механизму цементита в сталях, которая наблюдается при горячей прокатке, так и механическое дробление, в основном при холодной деформации.

Добавка (0.1-0.25)% хрома обеспечивает более гомогенное распределение Mn-содержащих дисперсоидов по сечению дендритной ячейкии более интенсивное измельчение частиц при термомеханической обработке [40,52]. Результаты согласуются с более поздними исследованиями аналогичных сплавов [229]. Различия в плотности распределения и размере частиц в сплавах без хрома и с хромом хорошо видны в СЭМ (рис. 2.17а,д) и ПЭМ (рис. 2.17б-г,е-з). В сплавах без хрома средний размер частиц после ТМО достигает 75-90 нм и вытянутая форма пластин большей частью сохраняется. В сплавах с хромом средний размер частиц составляет 45-50 нм, а их форма округлая с КФ=0.82-0.91 [40,52]. Использование ВИК при 350 °C, как и прокатка, обеспечивает

уменьшение среднего размера частиц дисперсоидов. С увеличением накопленной деформации происходит фрагментация частиц и их продольный размер уменьшается до (53-61)±5 нм после деформации ∑e=12-14, что несколько больше, чем при прокатке [74].

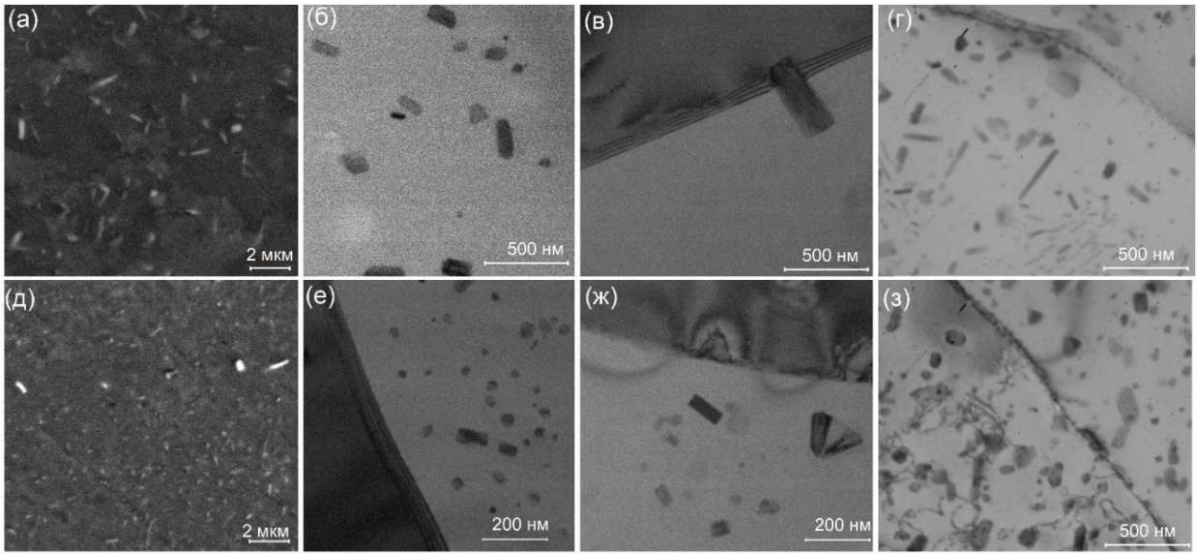


Рисунок 2.17 - Дисперсоиды в сплавах (а,б,в) Al-4.9Mg-0.7Mn [45], (д,е,ж) Al-4.9Mg-0.7Mn-0.2Cr [45], (г) Al -5Mg-1.2Mn и (з) Al -5Mg-1.2Mn-0.1Cr после прокатки и 20 мин отжига при 545±5 °C

Параметры дисперсоидов зависят от содержания магния (рис.2.18). При концентрациях Mg выше 6.5 % характерной особенностью микроструктуры становится формирование крупных (сотни нм) агломератов, состоящих из множества округлых частиц с двойниками, которые сосуществуют с дисперсными выделениями 15-80 нм [52]. Объемная доля таких агломератов растет с повышением Mg, причем этот эффект проявляется независимо от содержания Cr. Электронограммы от агломерата частиц представлены большим набором рассеянных рефлексов, идентифицировать принадлежность которых не удалось. ЭДА агломератов частиц выявляет повышенную концентрацию магния, марганца и хрома. Сопоставляя данные РФА и ЭДА можно полагать, что с увеличением содержания магния доля Al_6Mn уменьшается, а формируется фаза $Al_{18}Mg_3(Mn,Cr)_2$, в сплавах без хрома $Al_{18}Mg_3Mn_2$, которая при выделении из раствора агломерируется (т.е. сила Зинера ввиду формирования таких скоплений частиц при повышенном содержании Mg будет снижаться).

Дисперсоиды в высокопрочных сплавах с Cr без Mn (типа AA7475) имеют компактные размеры после ТМО (рис.2.19, 2.20). Средний размер дисперсоидов (43-51)±4 нм в сплавах Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr, Al-4Zn-4Mg-(1Cu)-0.26Cr, Al-4Zn-4Mg-(1Cu)-3Ni-0.26Cr. Существенных различий в их параметрах после отжига нет. По данным ЭДА формируется фаза с магнием (9-10 ат%) и хромом (12-13 ат%). Кроме указанных элементов, в данной фазе обнаружен цинк (до 11 ат%), т.е. с концентрацией в два раза больше, чем в среднем в сплаве (рис.2.20). Совокупность данных говорит о формировании

ε-$Al_{18}Mg_3Cr_2$, в которой растворяется цинк, что должно обеспечивать высокую плотность распределения дисперсоидов в высокопрочных сплавах с цинком.

Добавка никеля слабо влияет на состав дисперсоидов, однако некоторые дисперсоиды обнаружены на межфазной границе с Al_3Ni кристаллизационного происхождения, т.е. фаза *ε*, вероятно, может зарождаться гетерогенно (рис.2.21, рис.1.18).

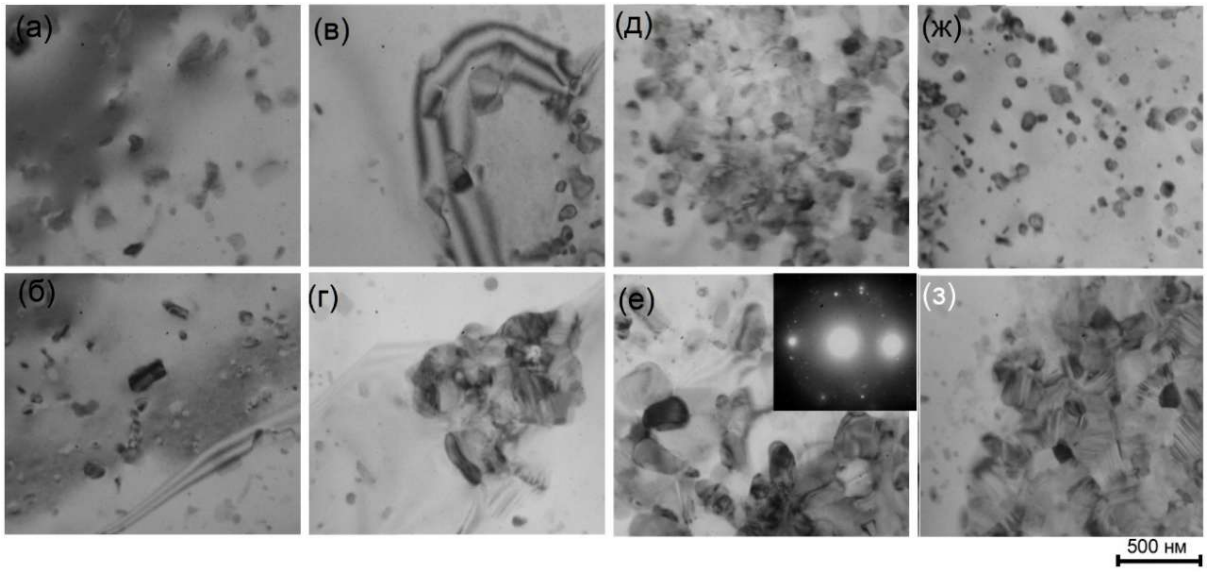


Рисунок 2.18 - ПЭМ структура сплавов с разным содержанием магния Al-%Mg-0.7%Mn-0.2%Cr (а,б) 4.9%Mg (в,г) 6.8%Mg, (д,е) 8.5%Mg, (ж,з) 10%Mg после 6 часов отжига слитка при 430 °С и последующей ТМО [52]

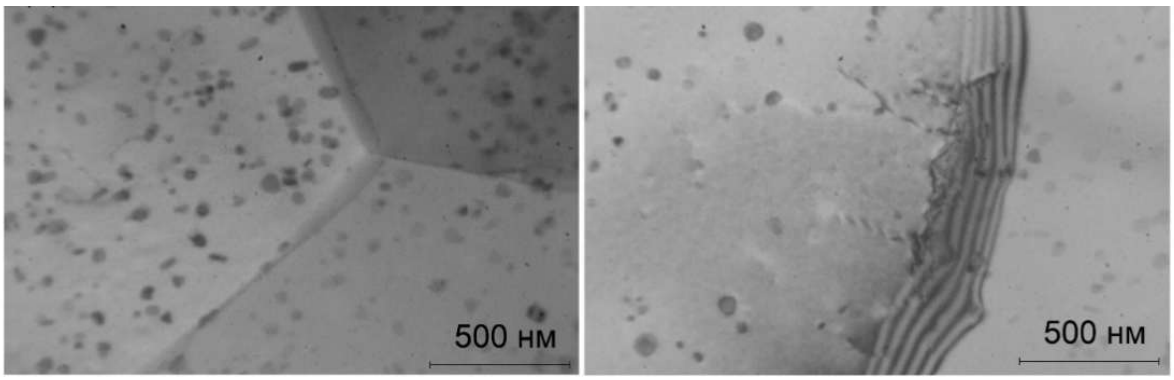


Рисунок 2.19 – Частицы дисперсоидов в листах сплава Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr (AA7475) после рекристаллизационного отжига листа при температуре 480 °С в разных участках [63]

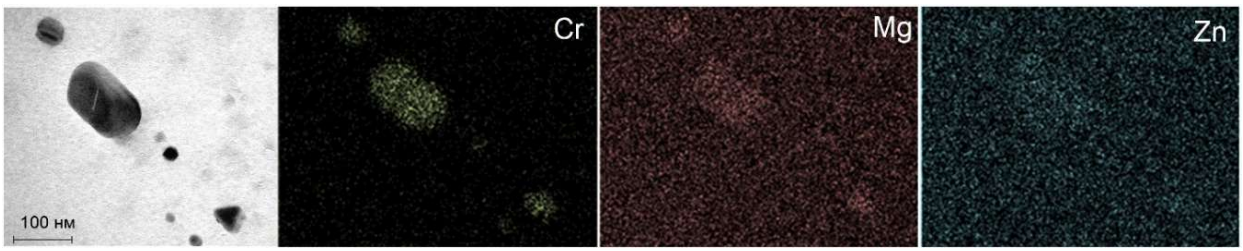


Рисунок 2.20 - Карты распределения элементов в области дисперсоидов в сплаве Al-4Zn-4Mg-0.28Cr после рекристаллизационного отжига ТМО листа при температуре 480 °С [99]

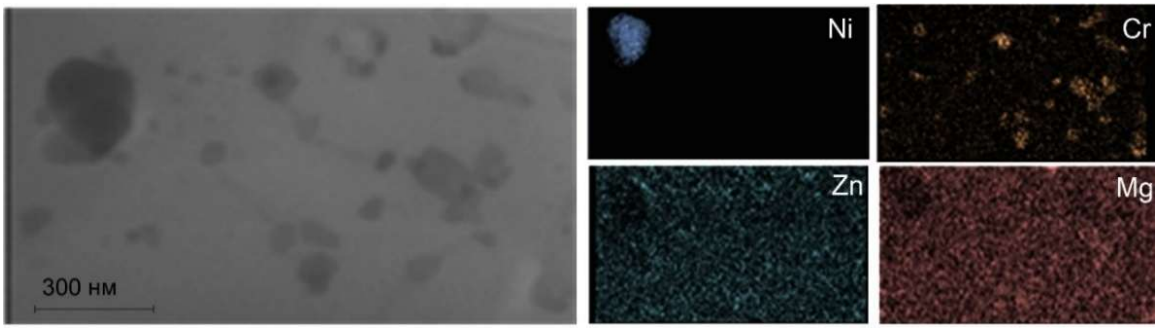


Рисунок 2.21 - Карты распределения элементов в сплаве Al-4Zn-4Mg-3Ni-0.28Cr [99]

2.2.3 Условия выделения дисперсоидов I-фазы

Параметры дисперсоидов определяет в первую очередь температура отжига, второй важный фактор – химический состав сплава. Квазикристаллические нанодисперсоиды формируются при 350-360 °С. Увеличение температуры до 380-400 °С (или выдержки до 48 ч при 350 °С) дает смесь I-фазы и $Al_{12}Mn$, а при 430-480 °С преобладает равновесная орторомбическая фаза Al_6Mn [67,73,86,88]. В сложнолегированных сплавах с Fe и Cr смесь неравновесных фаз, включая I-фазу, сохраняется даже после 3 ч выдержки на второй ступени отжига при 470-500 °С, однако стабильная фаза формируется в дополнение к ним.

Квазикристаллические фазы, описанные в литературе, имеют в основном кристаллизационное происхождение и формируются при ускоренной кристаллизации. При этом первичные и вторичные частицы в сплавах Al могут иметь одинаковые параметры решетки и стехиометрию. Несмотря на теоретическую возможность существования тройной фазы типа $Al_{18}Mg_3Mn_2$ с квазикристаллической структурой, ЭДА исследуемых сплавов разного состава не выявляет повышенной концентрации атомов магния в области дисперсоидов, а обнаруживает только Al и Mn в тройных сплавах, и дополнительно Cr и Fe в многокомпонентных сплавах, которые способны растворяться в I-фазе, как и в других марганцовистых фазах, замещая марганец и обеспечивая рост доли частиц.

Для определения влияния магния на формирование I-фазы провели анализ параметров частиц после отжига в сплаве-сравнения Al-2%Mn. В двойном сплаве после 8 ч отжига при 350 °С обнаружены единичные линзообразные выделения продольных размеров ~50-100 нм на границах зерен с участками икосаэдрической структуры и 12-14 ат.% Mn (ось симметрии второго порядка). В теле зерен частиц не наблюдали [88]. Повышение времени или температуры приводит к выделению пластин Al_6Mn.

Присутствие в сплавах магния оказывает определяющее влияние на плотность распределения дисперсных частиц I-фазы при термообработке слитков. Природа влияния магния до конца не ясна, но на основании проведенных экспериментов и известных из литературы данных можно сделать обоснованные предположения. Магний не локализуется в области частиц, не влияет на тип и химический состав квазикристаллических выделений,

поэтому его эффект должен быть косвенным. С одной стороны, Mg снижает равновесную растворимость Mn, что будет ускорять образование вторичной Mn-содержащей фазы и приводить к росту доли частиц. С другой стороны, особенностью I-фазы в магналиях является ее образование на дислокациях. Дислокации способны компенсировать упругую энергию решетки матричной фазы при образовании зародыша, что может являться одной из причин предпочтительного образования на дислокациях зародышей второй фазы. Диффузионная подвижность атомов Mn в области низких температур в теле зерен недостаточна для образования зародышей новой фазы больше критического размера, и выделение идет там, где выше скорость диффузии, т.е. по дислокационным трубкам. Гетерогенный механизм становится определяющим при низкой температуре, когда объемная диффузия идет медленно. При прочих равных, Mg увеличивает плотность дислокаций в литом состоянии [153]. Известно, что Mg снижает энергию дефекта упаковки алюминия (по другим данным может образовывать атмосферы на дислокациях), дислокации становятся менее подвижны, что снижает склонность сплавов к возврату (как будет показано в Главе 3). Повышение концентрации вакансий за счет формирования кластеров с атомами Mg [230,231] и рост плотности дислокаций при температурах отжига в его присутствии обеспечивают дополнительные диффузионные пути для атомов Mn. Кроме того, в ГП прослойке дефекта упаковки в растянутых дислокациях в ГЦК решетке, которые опять же формируются в присутствии атомов Mg (атмосфер Сузуки) [232], возможна сегрегация Mn, что обеспечивает повышение локальной концентрации элемента, необходимое для достижения минимального размера критического зародыша I-фазы. Действие совокупности факторов или какой-то из них в большей степени должно способствовать формированию повышенной плотности выделений I-фазы во время низкотемпературного отжига в сплавах с Mn и Mg.

Ввиду малого размера 20-40 нм I-фаза обеспечивает повышение температуры начала рекристализации и прирост прочностных свойств при температурах до 400 °C [47,86], когда частицы сохраняют стабильность размеров. Перспективы применения отжига к сплавам с магнием и марганцем существуют в контексте использования ИПД, когда воздействие температуры и деформации может привести к высокой плотности выделения I-фазы, а ИПД обеспечит УМЗ структуру, что может служить предметом дальнейших исследований и разработок. В сложнолегированных сплавах с железом и хромом I-фаза отличается достаточной плотностью распределения в матрице, дисперсностью и стабильностью при повышенных температурах до 480-500 °C, т.е. может потенциально сдерживать рост зерен в статических и динамических условиях, что важно при разработке сплавов для СПФ.

2.3 Распад пересыщенного цирконием и редкоземельными металлами алюминиевого твердого раствора

2.3.1 Анализ зависимости твердости от времени отжига слитка

В магналиях с цирконием при 350-360 °С упрочнение происходит крайне медленно: ощутимый прирост твердости регистрируется после отжигов более 30 часов, а пик значений обеспечивается выдержкой 100-200 часов, что нереально с точки зрения промышленного использования (рис. 2.22). Сравнивая сплавы Al-3%Mg-0.25%Zr и Al-3%Mg-0.18%Zr-0.12%Sc с равным содержанием магния, можно заключить, что добавка скандия, который в данном случае частично заменяет цирконий, существенно ускоряет распад, максимум твердости наблюдаем после 2-4 часов отжига, при этом по максимальным значениям твердости сплавы не отличаются [78]. Иными словами, при близкой суммарной атомной концентрации элементов, Zr способен обеспечить тот же эффект без Sc, но после длительной гомогенизации.

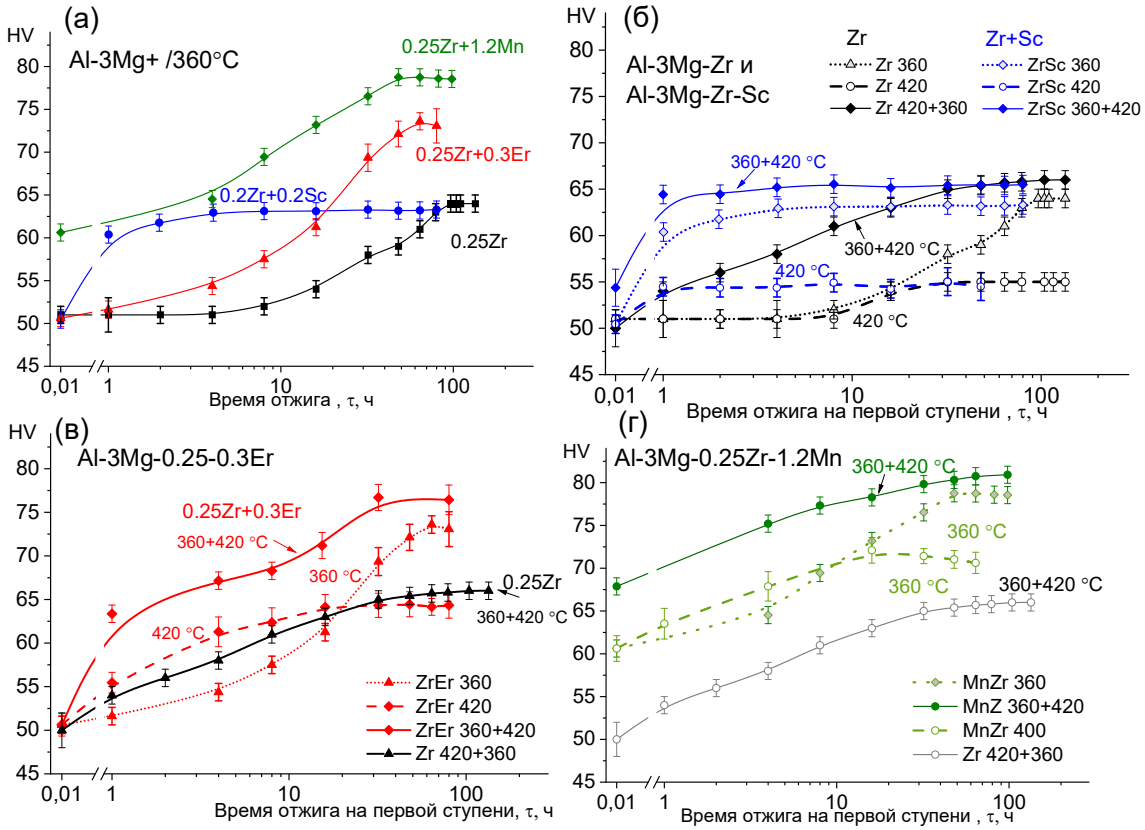


Рисунок 2.22 - Зависимости твердости от времени отжига слитка для сплавов с (2.8-3.3)Mg, марганцем, цирконием, скандием и эрбием (а) отжиг при 360 °С для сплавов разных составов (ПМ указаны на графиках), сравнение сплавов (б) с Zr и Sc с Zr совместно (в) с Zr и Er с Zr совместно, (г) с Zr и Mn с Zr совместно после отжига при 360 и 420 °С и двухступенчатого отжига 360 °С и 420 °С (4ч) в зависимости от времени отжига на первой ступени [47,60,78,86]

Малая добавка Er в сплавы с Zr также интенсифицирует распад, но эффект менее значителен, чем от Sc. Максимальный уровень твердости достигается после 48 часов отжига. Введение эрбия обеспечивает прирост абсолютных значений твердости, что с

учетом равной твердости в литом состоянии объяснимо ростом параметра *f/d*. Аналогично прирост значений твердости после отжига наблюдаем при совместном легировании Mn и Zr (рис. 2.22г), очевидно, ввиду роста *f/d* при образовании нескольких типов дисперсоидов.

Хотя нагрев до 420 °С (рис. 2.22б,г) стимулирует распад пересыщенного раствора Zr в алюминии, прирост твердости во всех Zr-содержащих сплавах уменьшается, а в сплавах только с Zr или совместно Zr со Sc становится наименьшим. Использование двухступенчатых режимов, вторая ступень которых проводится при температурах 420–460 °С, позволяет не только дополнительно повысить максимум твердости, но и в 2–3 раза сократить суммарную длительность обработки, необходимую для достижения максимальной твердости. Наименьшие различия между одно- и двухступенчатыми режимами показали скандий-содержащие сплавы: прирост твердости при двухступенчатом режиме небольшой, для практически полного распада пересыщенного Sc и Zr раствора хватает 1 ч при 350 °С и 1 ч при 420 °С.

Если в магналиях Al_3Mg_2 растворяется при нагреве до температуры отжига и не оказывает существенного влияния на эволюцию твердости, то в остальных сплавах изменения твердости трудно трактовать однозначно (рис.2.23) ввиду конкурирования процессов растворения/выделения частиц вторых фаз T, Mg_2Si, Q, S образованных основными легирующими элементами (являющихся фазами-упрочнителями в термически упрочняемых сплавах) и переходными металлами. При 350–360 °С наблюдали разупрочнение по сравнению с литым состоянием первые 4 часа отжига в сплавах только с цирконием (или с цирконием и частично замененным скандием при 0.1%Sc). Аналогично вели себя сплавы-сравнения (черные кривые на рис. 2.23б,в) без дисперсоидообразующих элементов, т.е. разупрочнение связано с процессами растворения частиц упрочняющих фаз. В авиалях с РЗМ (Sc,Er,Y) при 0.2Sc разупрочнение при отжиге незначительно, так как компенсируется ускоренным распадом твердого раствора образованием $L1_2$ фазы. При снижении содержания кремния, т.е. уменьшении доли фазы Mg_2Si, с растворением которой связано разупрочнение начальных этапах, прирост твердости наиболее выражен, и наблюдается уже после 30 минут отжига при 360 °С с небольшим разупрочнением после 32 часов выдержки при данной температуре.

В сплавах Al-(4-7)Zn-(2-4)Mg-(0.8-1)Cu-3Ni и Al-(1.2-2)Mg-(0.5-0.7)Si-(0.8-1)Cu с той же концентрацией циркония 0.25-0.28%, что и в Al-3Mg-0.25Zr, значимый рост твердости обнаружен после 16-32 часов отжига при 360±10 °С (рис. 2.23а,в). При 420 °С максимум значений твердости достигается при меньших временах выдержки при близких значениях твердости, а при 450 °С, вероятно ввиду растворения частиц неравновесных фаз и связанного с этим твердорастворного упрочнения твердость повышается.

Двухступенчатый отжиг, как и в магналиях, обеспечивает большие значения твердости, чем одноступенчатые режимы (пунктирная и сплошная красные кривые на рис.2.23а). Максимальный уровень твердости и, вероятно, более полный распад твердого раствора с наиболее дисперсными частицами достигнут после двухступенчатого отжига при 360±10 °С более 4 часов и 450 °С, 3-4 ч. Дополнительная 3-4 часовая выдержка при 480-500 °С, целесообразная с точки зрения формирования сферических частиц Ni-содержащих фаз (см. главу 1), для отожженных по режиму 360+450 °С образцов (использование 3 ступеней отжига) снизила твердость незначительно на ~3-5 HV. Сравнивая кривые в сплавах Al-Mg-Zr и Al-Zn-Mg-Cu-Zr при близком содержании Zr, можно предположить, что присутствие Zn и Cu ускоряет распад пересыщенного Zr твердого раствора. Это можно объяснить растворением элементов в $L1_2$ фазе согласно [210].

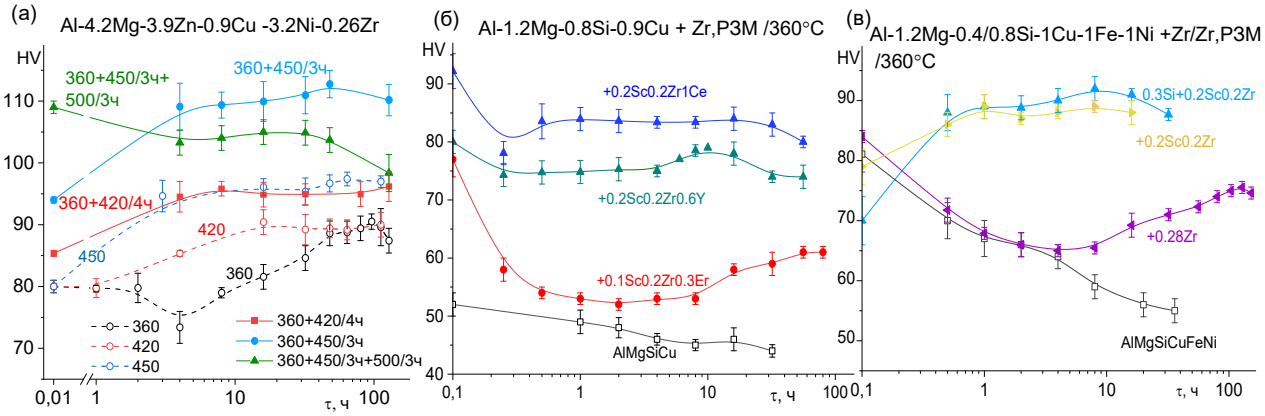


Рисунок 2.23 - Зависимости твердости от времени отжига слитка (а) для сплава Al-4.2Mg-3.9Zn-0.9Cu -3.2Ni-0.28Zr при использовании 1, 2 или 3 ступеней отжига (режимы указаны на графиках) и (б,в) для сплавов Al-Mg-Si-Cu с дополнительными легирующими элементами, отжиг при 360 °С (составы указаны на графиках), время отжига по оси *x* обозначает время отжига на 1й ступени)

Таким образом, применение двухступенчатой обработки должно быть эффективным для сокращения суммарного времени отжига и выделения дисперсоидов для всех исследованных Zr-содержащих сплавов, особенно без Sc. Судя по кинетике изменения твердости вторая ступень отжига при 460-480 °С, необходимая с точки зрения процессов фрагментации и сфероидизации эвтектик (см. Главу 1), не должна существенно уменьшать *f/d*, а в ряде сплавов увеличивает этот параметр.

2.3.2 Анализ параметров дисперсоидов $L1_2$-фазы

Одноступенчатый отжиг. Данные анализа твердости и ПЭМ согласуются. После отжига **350–360 °С** менее 32 ч обнаружены только признаки прерывистого распада: веерообразные выделения Al_3Zr фазы шириной до 10 нм с утолщениями до 32 нм на границе зерна с типичными для $L1_2$-фазы картинами микродифракции в разных осях зоны алюминия (рис. 2.24,2.25) [60]. Прерывистый распад, контролируемый ЗГ диффузией, в

малолегированных сплавах с 0.2-0.26%Zr ранее не обнаруживали.

Если после 2-16 ч отжига формируются только веерообразные колонии, являющиеся продуктом прерывистого распада, то после 32 часов выдержки кроме таковых, обнаружены участки непрерывного распада - локальные области в центре дендритных ячеек с равноосными включениями $L1_2$-фазы, имеющие крайне малый размер до 3 нм (рис.2.25), которые послужили причиной начала упрочнения.

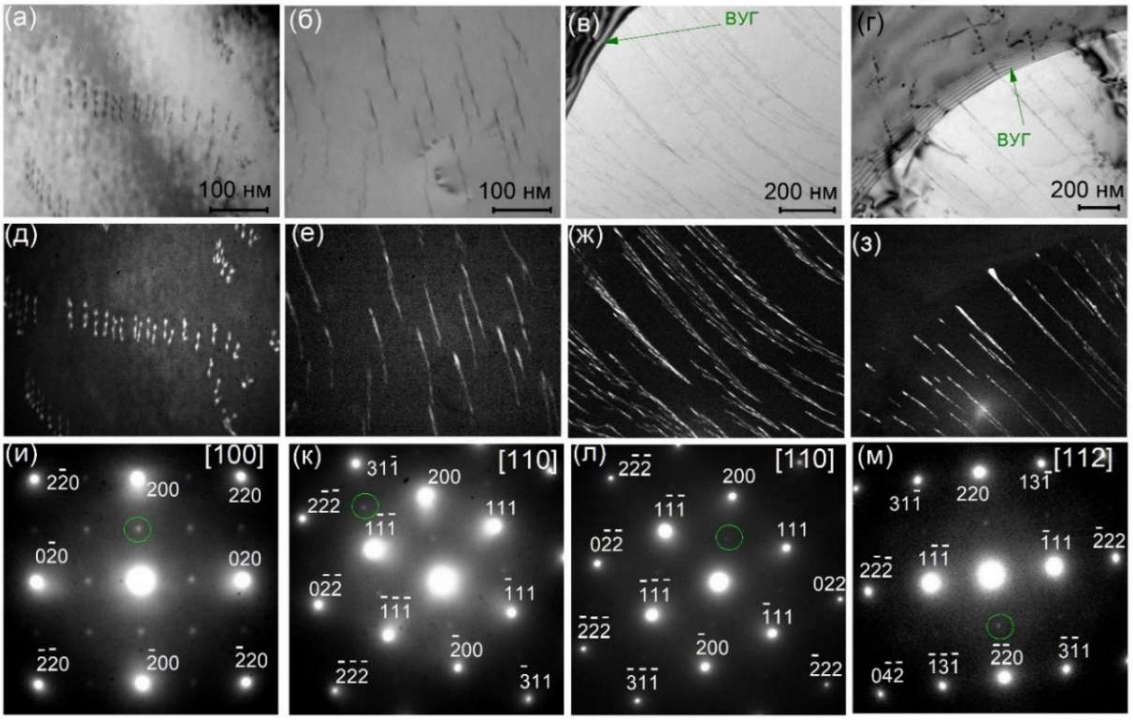


Рисунок 2.24 – ПЭМ изображения структуры сплава (а-в,д-ж,и-л) Al-3Mg-0.25Zr [60] и (г,з,м) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.27Zr после (а,д,и,г,з,м) 8 ч, (б,е,к,в,ж,л,) 32 ч отжига при 360 °С; (а, б, в, г) светлое поле, (д, е, ж, з) темное поле тех же участков и (и, к, л, м) соответствующие электронограммы; выделен рефлекс $L1_2$-фазы которому соответствует темнопольное отражение

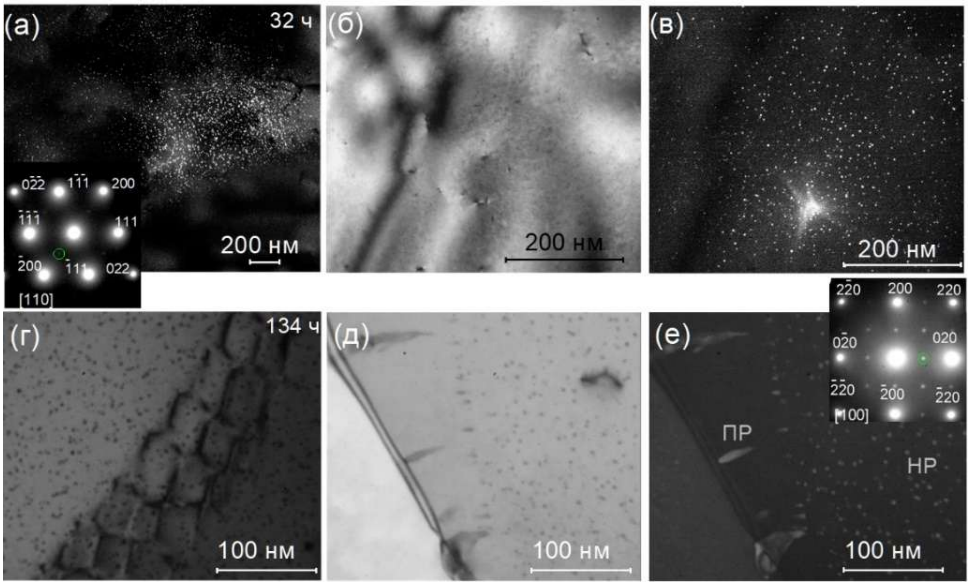


Рисунок 2.25 - Выделения Al_3Zr $L1_2$-фазы после (а-в) 32 ч и (г-е) 134 ч выдержки при 360 °С; (а, в,е), темное поле, (б,г,д) светлое поле (а,е) на электронограммах во врезках отмечены рефлексы темнопольных изображений [60]

После 134 часов выдержки, что соответствует максимальным значениям твердости, размер дисперсоидов составил 6.9±0.2 нм и однородность их распределения в матрице значительно увеличилась (рис.2.25 г-е). Зоны свободные от выделений фиксировались вблизи границ зерен в областях прерывистого распада (рис.2.25 д) [60]. От веерообразных скоплений сохранились только фрагменты на границах зерен размерами до 80 нм с $L1_2$ структурой (рис.2.25 д,е).

Дополнительное легирование Er и Sc обеспечивает реализацию непрерывного распада за более короткое время, после 4-8 часов при 350-360 °C. Плотность распределения $L1_2$-фазы с РЗМ в теле дендритов, образованных путем непрерывного распада, значительно выше, чем в сплавах Al-Mg-Zr и распределены они по сечению ячеек равномерно, за исключением приграничных участков (рис.2.26).

Ширина зон прерывистого распада вблизи границ зерен уменьшается с нескольких микрометров в сплавах Al-Mg-Zr до 0.2-0.7 мкм при дополнительном легировании Er, и до 0.1–0.2 мкм при легировании Sc. Похожая структура в Al-Mg-Zr формируется после длительной 134 часов выдержки. Средний размер дисперсоидов после 4-32 часов выдержки составил (6.9-7)±0.3 нм в сплавах с 0.25-0.3Er, и 8.7±0.5 нм при 0.2Sc. Таким образом, при близких режимах отжига Er не влияет на средний размер $L1_2$ дисперсоидов, а Sc приводит к их незначительному росту.

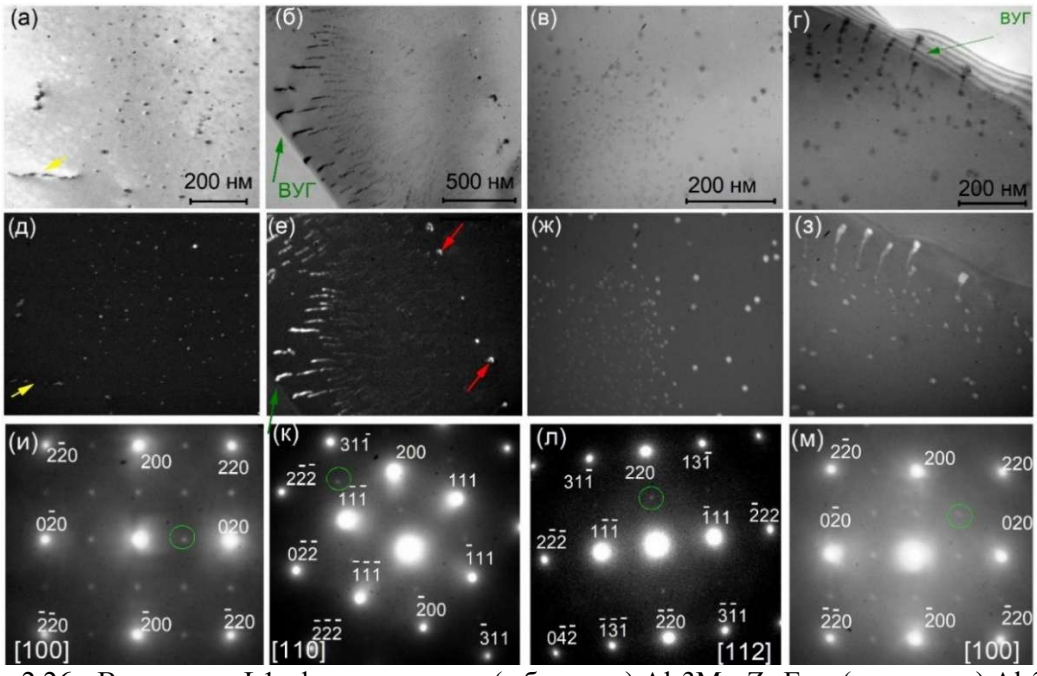


Рисунок 2.26 - Выделения $L1_2$-фазы в сплавах (а,б,д,е,и,к) Al-3Mg-Zr-Er и (в,г,ж,з,л,м) Al-3Mg-Zr-Sc после 8 часов отжига слитков при температуре 360 °C [66,78]

В сплавах с Zr, совместно Zr и Er или Zr и Sc, после 4-32 ч отжига при более высоких температурах **420-430 °C** обнаружены равноосные дисперсоиды в теле дендрита и

веерообразные выделения у ГЗ (рис. 2.27). Широкие колонии прерывистого распада в сплаве Al-Mg-Zr сохраняют упорядоченную $L1_2$ структуру после отжига более 100 часов при 420 °C. При детальном исследовании строения веерообразных колоний, обнаружено, что вытянутые частицы состоят из отдельных фрагментов, демонстрирующих контраст Эшби Брауна у поперечных границ, т.е. это цепочки частиц размерами 10-40 нм (рис.2.28).

При отжиге магналиев с цирконием при 420–430 °C наблюдается закономерное укрупнение дисперсоидов, скорость которого существенно зависит от добавок РЗМ. В сплавах с Zr средний размер частиц Al_3Zr возрастает с 9.0±0.3 нм (после 4–8 ч) до 18±1 нм (после 130–134 ч). Введение Er и особенно Sc ускоряет коагуляцию: частицы увеличиваются с 10.1±0.5 нм до 20±1 нм за 32 ч выдержки в сплаве с Er и с 12±1 нм до 27±2 нм при увеличении времени с 1 до 12 ч в сплавах со Sc (рис. 2.29).

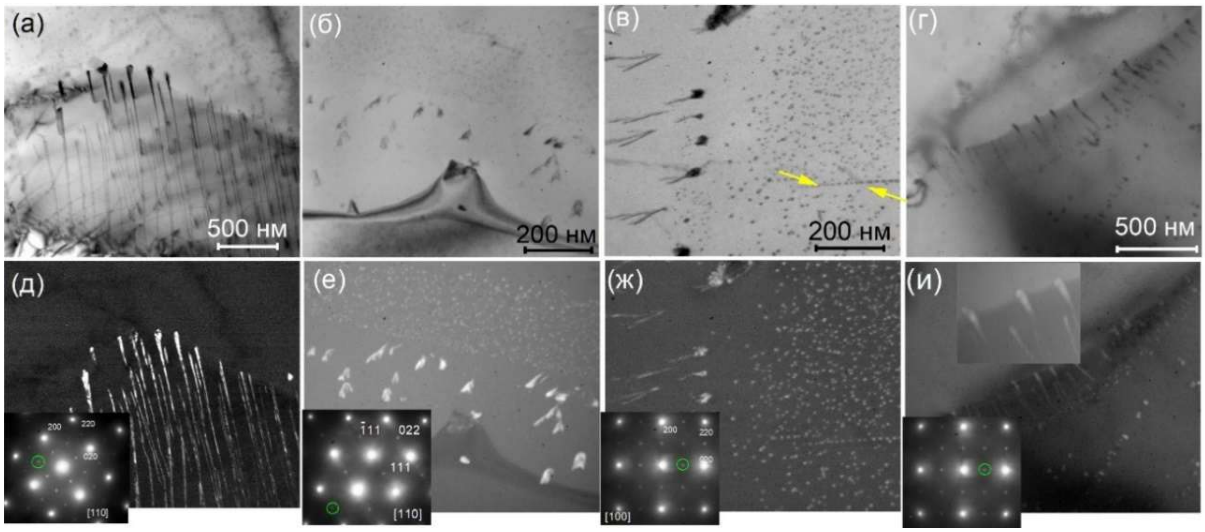


Рисунок 2.27 - Выделения $L1_2$-фазы в сплаве Al-3Mg-0.25Zr, Al-4.9Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.25Zr, Al-3Mg-0.25Zr-0.3Er, Al-3Mg-0.2Zr-0.1Sc после 8 часов отжига слитков при температуре 420 °C (а-г) светлое поле, (д-и) темное поле с электронограммой во врезке

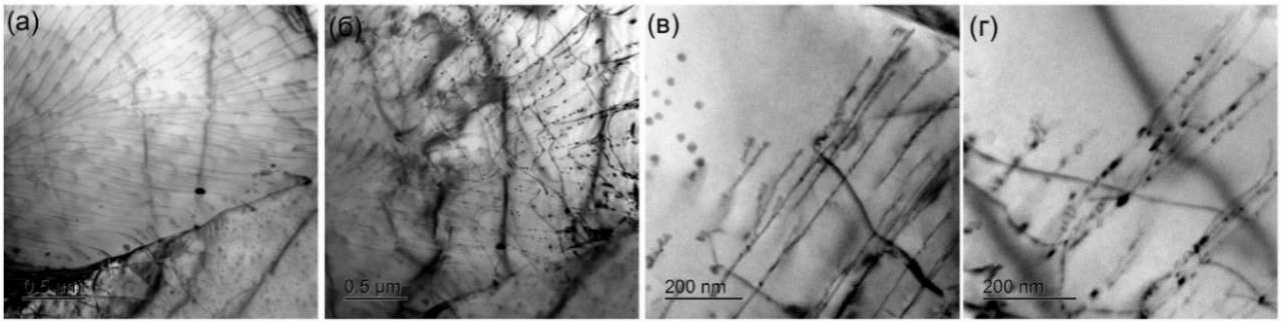


Рисунок 2.28 - Колонии прерывистого распада в сплаве Al-3Mg-0.25Zr после отжига 32 ч при 420 °C, демонстрирующие контраст Эшби-Брауна

В сплавах типа авиаль с 0.15-0.2%Zr и 0.1–0.2%Sc непрерывный распад ускоряется по сравнению с магналиями ввиду присутствия Si. После 8 часов выдержки при ~350-360 °C плотность и однородность распределения дисперсных частиц среднего размера 7.5±0.5 нм высокая. При этом добавки Fe, Ni или Ce на параметры частиц не влияют. Высокая

плотность дисперсоидов при малом их размере обусловлена присутствием, вероятно, как Sc, так и быстро диффундирующего в алюминии Si. Si и Cu растворяются в $L1_2$-фазе, замещая Al. Формируются сложные по составу $L1_2$ $(Al,Cu,Si)_3(Sc,Zr)$ выделения [176,213].

При повышении температуры отжига до 480 °C рост $L1_2$ дисперсоидов в авиалях со Sc также существенный. Средний размер достигает 33±3 нм и 19±1 нм для крупной фракции частиц на периферии дендритной ячейки и мелкой в дислокационных стенках, соответственно (рис. 2.29г-е). Дисперсоиды сохраняют $L1_2$ структурный тип после высокотемпературного отжига, однако в теле частиц присутствуют антифазные границы, что говорит о начале трансформации кубической $L1_2$ в тетрагональную $D0_{23}$ фазу.

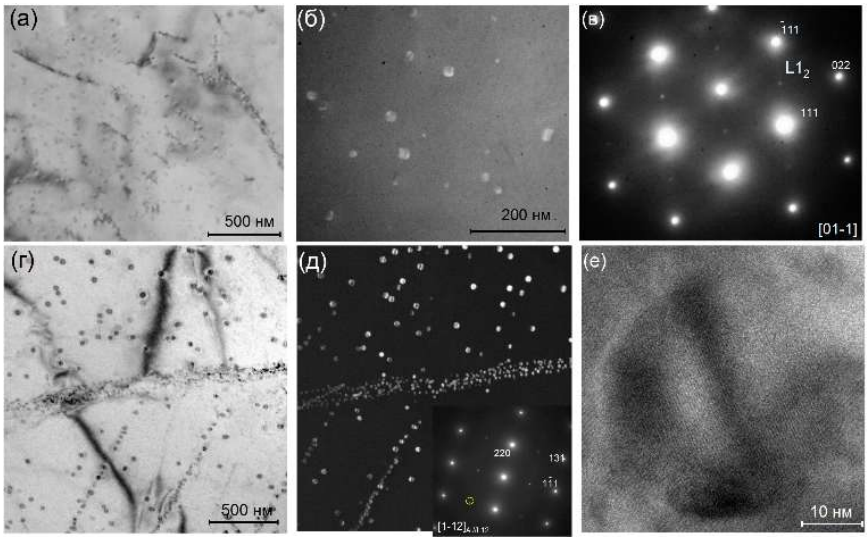


Рисунок 2.29 - Выделения $L1_2$-фазы в сплаве (а-в) Al-4.9Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc [61] после 24 ч отжига слитков при 430 °C и (г-е) Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-4Ce с 0.2Zr и 0.1Sc после 4 ч отжига слитков при 480 °C [95], (а) светлое поле, (б) темное поле с электронограммами во врезках (е) изображения $L1_2$-фазы в высоком разрешении

Двухступенчатый отжиг на максимальную твердость. Двухступенчатый отжиг (360 °C, 32 ч + 420 °C, 8–16 ч) формирует в магналиях с Zr (0.25-0.28%) (рис. 2.30 а,б,е,ж) и Zr+Er (0.25%Zr, 0.25-0.3%Er) (рис. 2.30в-д,и-л) высокую плотность $L1_2$ выделений размером 6.0±0.3 нм и 7.0±0.4 нм соответственно. Эти значения сопоставимы с результатами низкотемпературной обработки и существенно меньше, чем при одноступенчатом отжиге при 420 °C. ПЭМ-ЭДА (точки 1-4 на рис. 2.31) подтверждает распад твердого раствора: Zr и Er концентрируются в компактных и веерообразных скоплениях частиц, тогда как в твердом растворе не обнаруживаются.

Карты распределения элементов в области частиц обнаруживают повышенное содержание Zr и Er, т.е. фазу $Al_3(Er,Zr)$ и отсутствие локализации Mg в фазе в сплаве с 5%Mg (рис. 2.31г). Согласно точечному анализу, содержание магния в 1.5–2 раза ниже в области частиц, чем его содержание в сплавах. В отличие от частиц фаз кристаллизационного происхождения, где были обнаружены частицы с Er и Mg (Глава 1),

вторично выделяется $L1_2$-фаза, в которой Mg практически не растворяется.

Отметим, что в сплаве Al-3Mg-1.2Mn-(0.25-0.28)Zr, Zr оставался преимущественно в растворе после одноступенчатого отжига при 380-460 °C (8 ч), не обнаружена Al_3Zr фаза, за исключением единичных частиц на межфазных границах с Mn-содержащими выделениями в результате гетерогенного зарождения, что согласуется с [233].

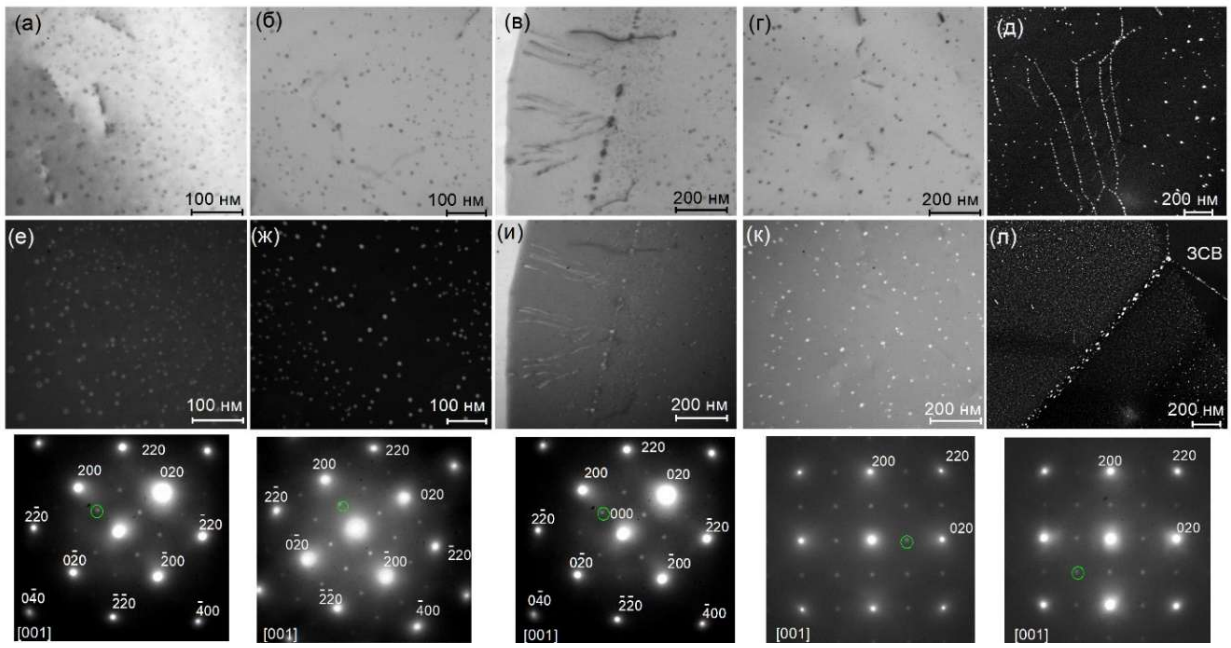


Рисунок 2.30 - ПЭМ изображения микроструктур сплавов (а,б,е,ж) Al-3Mg-0.25Zr и (в-д,и-л) Al-3Mg 0.25Zr-0.3Er после (а,е,в-д,и-л) двухступенчатого отжига по режиму 360 °C (32 ч) и 420 °C (16 ч), (б,ж) 360 °C (32 ч) и 470 °C (8 ч); (а-д) светлое (е-л) темное поле с соответствующими микроэлектронограммами

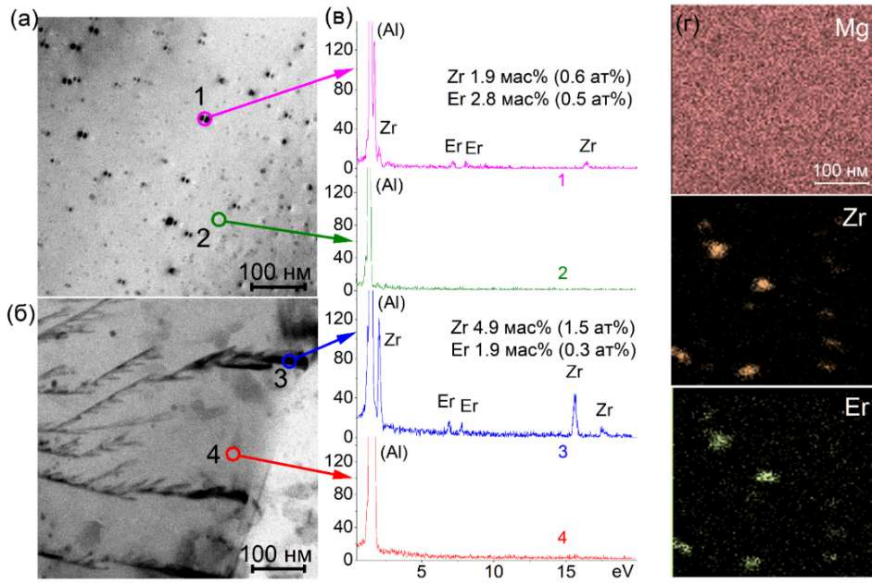


Рисунок 2.31 - Данные ЭДА анализа (а) равноосных и (б) веерообразных выделений, (г) карты распределения легирующих элементов в области крупной фракции частиц в сплавах Al-3Mg-0.3Er-0.25Zr и Al-5Mg-0.3Er-0.25Zr [66,91]

В магналиях с 0.1-0.2 %Sc при содержании 0.18-0.21 %Zr (рис.2.32в,г,ж,з) средний размер дисперсоидов составляет (11-12)±1 нм после 2-4 ч отжига 360 °C на первой ступени при достаточно высокой плотности распределения, и эти значения слабо меняются после

дополнительных выдержек до 8 ч при 420-430 °С [78].

Если в сплавах с матричной структурой высокотемпературная гомогенизация не требуется, и температуры 420-430 °С достаточно для устранения дендритной ликвации Mg, то для сплавов с псевдоматричным типом структуры необходим высокотемпературный отжиг для сфероидизации эвтектик. При 0.1-0.2Sc и 0.1-0.2Zr после отжига на второй ступени при 470±10 °С дисперсоиды имеют малый размер (12-14)±1 нм, а при 500 °С средний размер увеличивается до 20±2 нм, что снизит сдерживающую силу Зинера.

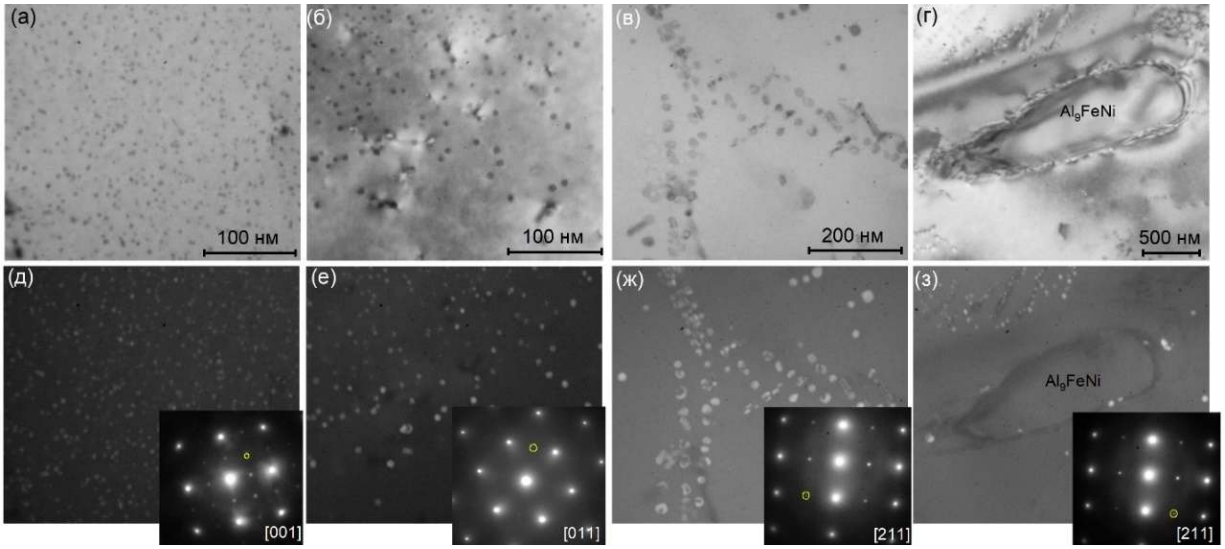


Рисунок 2.32 - Микроструктуры сплавов (а,д) Al-4.8Mg-0.9Ni-0.9Fe-0.25Zr (б-г,е-з) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc после двухступенчатого отжига с первой ступенью при 360 °С (24 ч) и второй ступенью при (а,б,д,е) 430 °С, 3 ч или (в-г,ж-з) 470 °С, 3 ч [61]

Карты распределения элементов в сплавах с 0.1Sc и 0.2Zr вне зависимости от режима отжига обнаружили симметрично расположенные участки, обогащенные Sc и Zr, принадлежащие $L1_2$-фазе $Al_3(Sc,Zr)$ (рис.2.33).

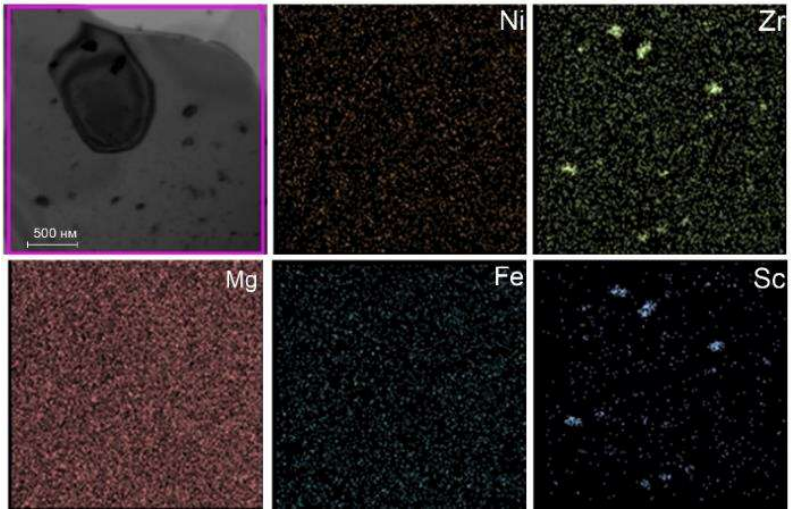


Рисунок 2.33 - ЭДА карты распределения элементов для сплава Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc в области крупной фракции частиц $L1_2$ -фазы после высокотемпературной ступени отжига при 460 °С (элементы указаны на рисунках)

Mg и других элементов в магналиях с Fe и Ni, Fe и Ce в $L1_2$-фазе не обнаружили, т.е.,

вероятно, данные элементы не оказывали на распад существенного влияния. Незначительное количество $L1_2$-фазы выделяется на межфазной границе (Al)/Al_9FeNi (рис.2.32г,з) [57,61].

$L1_2$ выделения в Al-Mg-Zn-Cu сплавах с 0.1Sc и 0.2Zr также сохраняют структурный тип и средний размер 11±1 нм после высокотемпературного отжига и термомеханической обработки (рис.2.34) [50]. Концентрация Zn в областях дисперсоидов в 1.5-1.8 раза больше, чем в матрице, а магния, наоборот, в 1.2-1.3 раза меньше (рис.2.35). Растворение Zn в данной фазе согласуется с литературой (абсолютные значения не информативны, так как анализ только с области частиц используемой методикой сделать невозможно, алюминий и магний попадают в сигнал из матрицы). Параметры дисперсоидов не зависят от наличия в сплавах эвтектикообразующих Ni и Fe, элементы не обнаружены в $L1_2$-фазе. $L1_2$-фаза на межфазных границах Al_3Ni и Al_9FeNi приводит к формированию зон свободных от выделений вокруг частиц (рис.2.36).

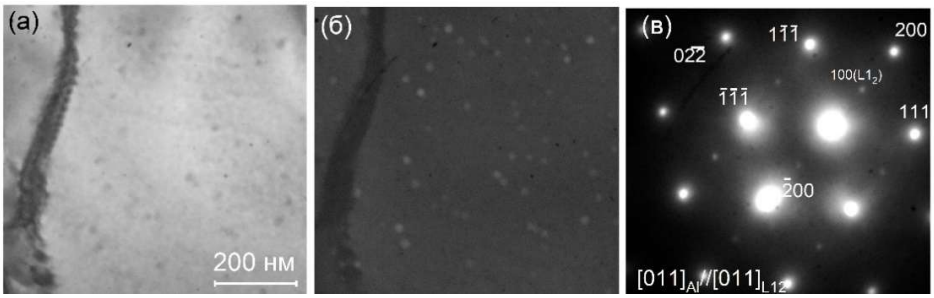


Рисунок 2.34 - Дисперсоиды фазы $L1_2$ Al_3Zr в сплаве Al-4Mg-4Zn-3.2Ni-1Cu при 0.25Zr после двухступенчатого отжига 450°C, 3 ч и 500°C, 3 ч

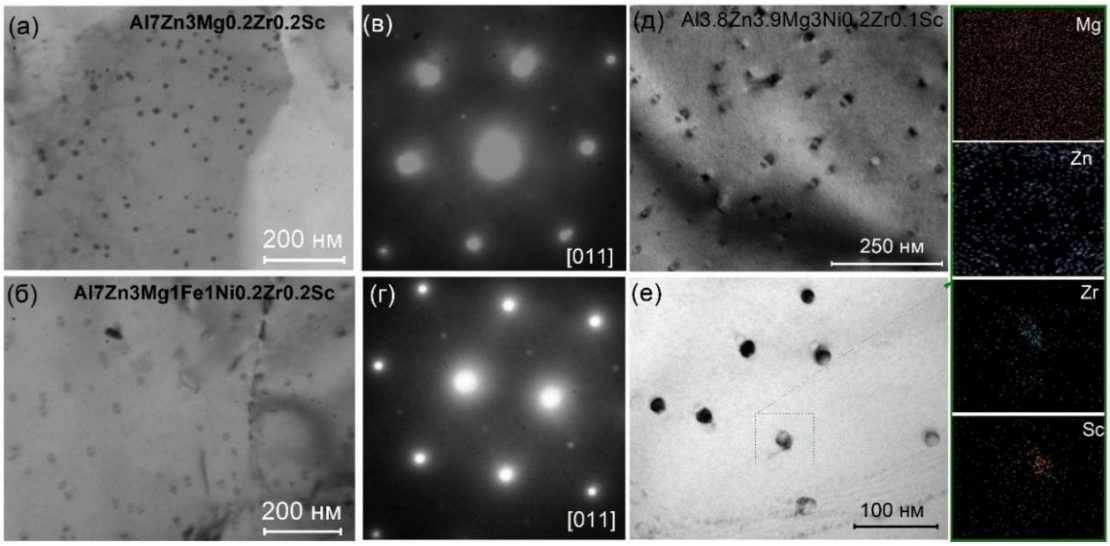


Рисунок 2.35 - ПЭМ структуры сплавов системы Al-Zn-Mg (составы указаны на рисунках) и карты распределения элементов в $L1_2$-фазе (на микродифрактограммах ось зоны Al <110>)

Размеры дисперсоидов в высокопрочных сплавах на основе системы Al-Zn-Mg-Cu с 0.2-0.3Zr в качестве основного дисперсоидообразующего элемента отличаются несущественно после двух - (450 °C, 3 ч + 500 °C, 3 ч) и трехступенчатых (360 °C,

8 ч + 450 °С, 3 ч + 500 °С, 3 ч) обработок, последний режим дает более однородное распределение дисперсоидов. Средний размер (9-10)±2 нм и $L1_2$ тип Al_3Zr сохраняется .

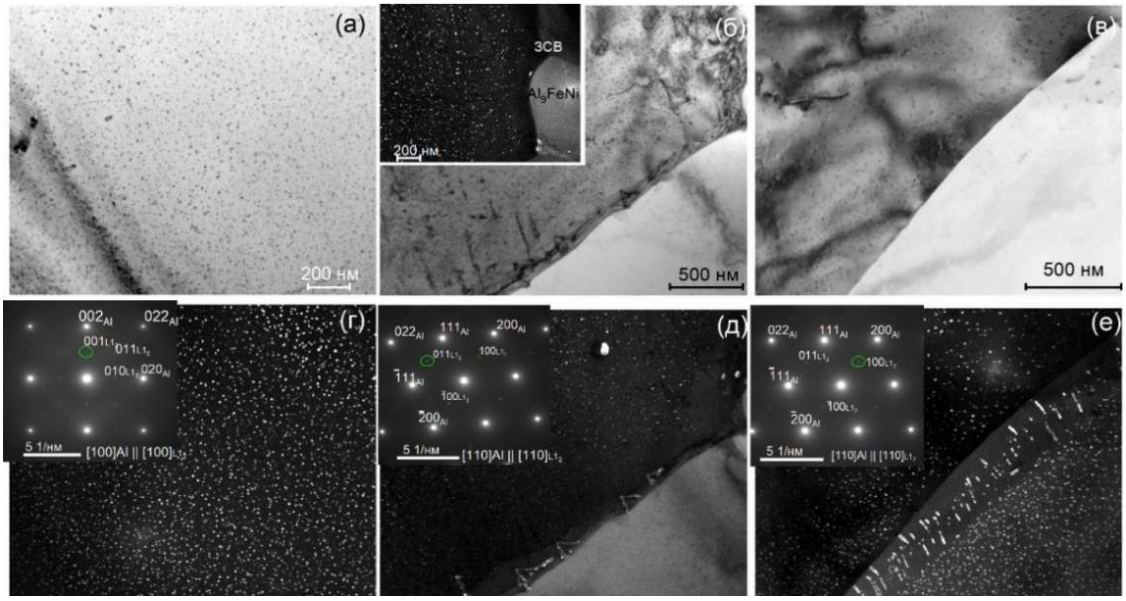


Рисунок 2.36 – ПЭМ изображения (а, г) Al-1.2Mg-0.8Si-0.9Ni-0.9Fe-0.2Zr-0.2Sc (б-д) Al-1.2Mg-0.1Si-0.9Ni-0.9Fe-0.2Zr-0.2Sc и (в-е) Al-1.2Mg-0.8Si-0.5Y-0.2Zr-0.2Sc сплавов в светлом поле и соответствующие области в темном поле в выделенном рефлексе на электронограмме (врезки). Отжиг 350 °С, 24 ч и 480 °С, 3 ч

В авиалях с 0.2Sc и 0.2Zr, в присутствии 0.3-0.8%Si и 0.8-1%Cu, выше плотность распределения частиц в матрице и меньше размер, по сравнению с прочими сплавами при использовании повышенной температуры на второй ступени (рис.2.37).

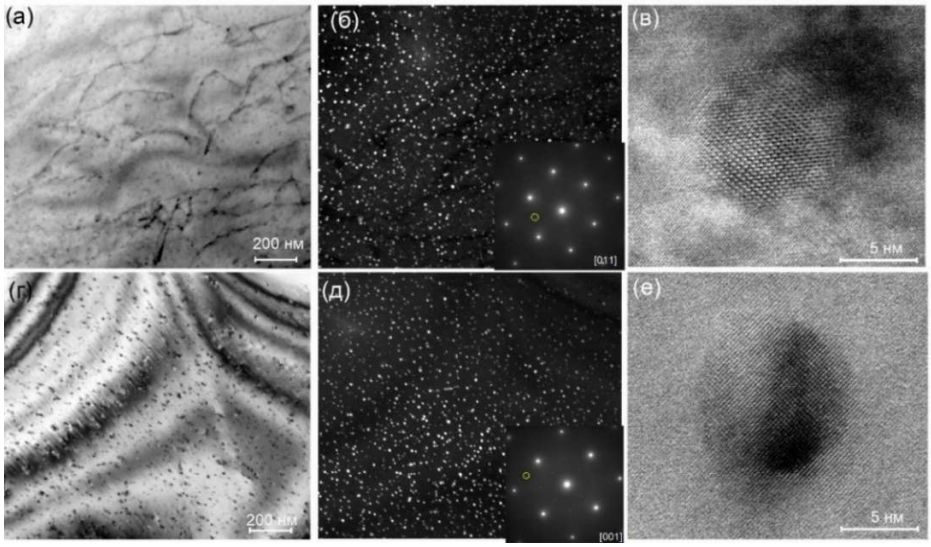


Рисунок 2.37 - ПЭМ изображения микроструктур сплавов (а-в) Al-1.2Mg-0.8Si-0.2Zr-0.1Sc (г-е) Al-1.2Mg-0.8Si-0.2Zr-0.05Sc и (в,е) картины высокого разрешения области $L1_2$ -фазы, (а,г) светлое поле и (б-д) соответствующие области в темном поле в рефлексе выделенном на электронограммах (врезки, б Al <110>, д Al<100>). Отжиг 350 °С, 24 ч и 480 °С, 3 ч

При температуре 480 °С, необходимой для фрагментации частиц кристаллизационного происхождения размер $L1_2$ дисперсоидов 9-13 нм (средний 12±1 нм). От содержания кремния в интервале 0.1-0.8 % при выбранном режиме обработки

параметры дисперсоидов не зависели несмотря на его растворение в $L1_2$-фазе и высокий коэффициент диффузии в алюминии, что может не только ускорять образование зародышей, но и их рост. При этом прерывистый распад идет и в сплавах с Si (рис.2.36).

Средний размер 12±1 нм, структурный тип и когерентность матрице сохраняются и при уменьшении содержания Sc в авиалях до 0.05-0.1 % при 0.18-0.22%Zr. Частицы во всех сплавах после двухступенчатого отжига слитка когерентны матрице, о чем говорит характерный контраст Эшби-Брауна в светлом поле ПЭМ, сверхструктурные рефлексы $L1_2$-фазы на микроэлектронограммах и сопряженность плоскостей на межфазных границах (рис.2.37 в,г и рис. 2.38).

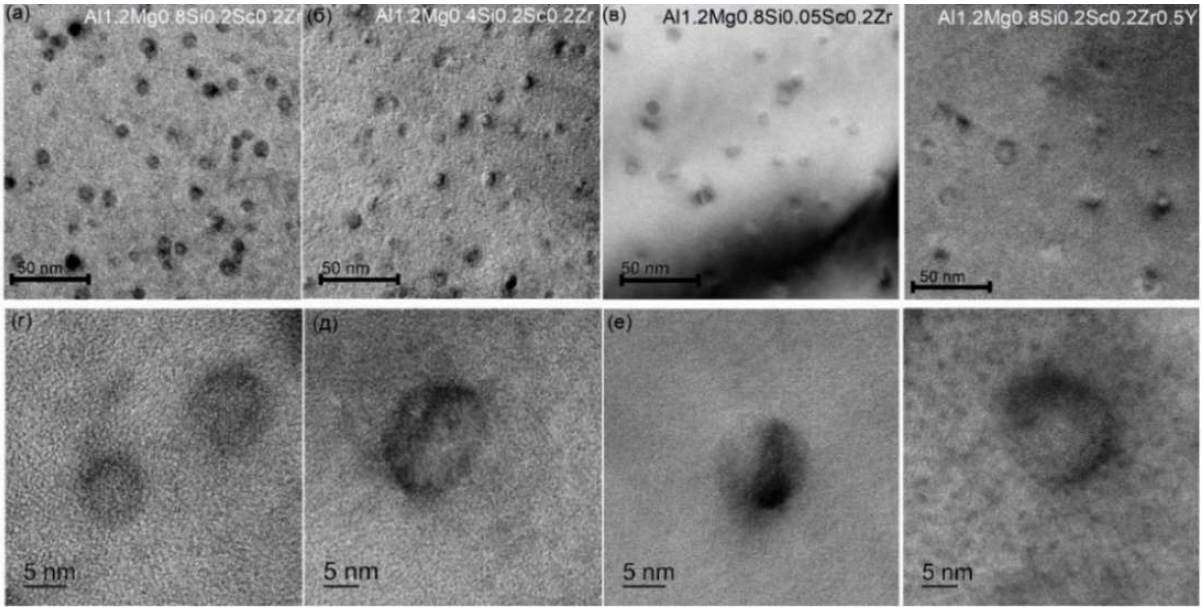


Рисунок 2.38 - Изображения в высоком разрешении ПЭМ (а,г) Al-1.2Mg-0.8Si-0.2Zr-0.2Sc-Fe-Ni (б,д) Al-1.2Mg-0.4Si-0.2Zr-0.2Sc-Fe-Ni, (в,е) Al-1.2Mg-0.8Si-0.2Zr-0.05Sc-Fe-Ni (в-е) Al-1.2Mg-0.8Si-0.5Y-0.2Zr-0.2Sc [90,108]

Дополнительное легирование авиалей Y не приводит к изменению размеров частиц, средний размер аналогичен сплавам без иттрия, 12±1 нм (рис.2.38). При этом плотность распределения частиц снижается, ввиду снижения содержания скандия и циркония в твердом растворе после кристаллизации. Скандий растворяется в Y-содержащих фазах кристаллизационного происхождения [90], а цирконий выделяется при кристаллизации в присутствии Y в составе первичных частиц $Al_3(Zr,Sc)$ (Глава 1). В результате плотность распределения дисперсоидов в сплаве с 0.2Sc-0.2Zr-0.5Y близка к сплаву 0.05Sc-0.25Zr. При повышении с 0.5 до 1 %Y эффект усиливается.

В сплавах Al-3.5Cu-1.3Mg-1Ni-1Fe типа АК4-1 дополнительно легированных Zr и Zr совместно со Sc после двухступенчатого отжига при 450 °С (3 ч) и 500 °С (3 ч) размер частиц $L1_2$ -фазы составил 13±2 и 14±2 нм соответственно.

Термомеханическая обработка. Структурный тип сохраняется, размер и плотность распределения в алюминиевой матрице $L1_2$ -фазы, выделившейся в процессе

двухступенчатого отжига с высокотемпературной второй ступенью 450–500 °С, существенно не меняются после термомеханической обработки, прокатки или ВИК (рис.2.39).

Изменений не выявили после нагрева до температуры сверхпластической деформации (до $0.87T_{пл}$), так как в подавляющем большинстве случаев она не превышала температуру отжига слитка. Средний размер дисперсоидов после ТМО по выбранным режимам составлял 9-14 нм в зависимости от сплава и режима обработки. После ТМО дисперсоиды обнаружены на МУГ, ВУГ и дислокациях.

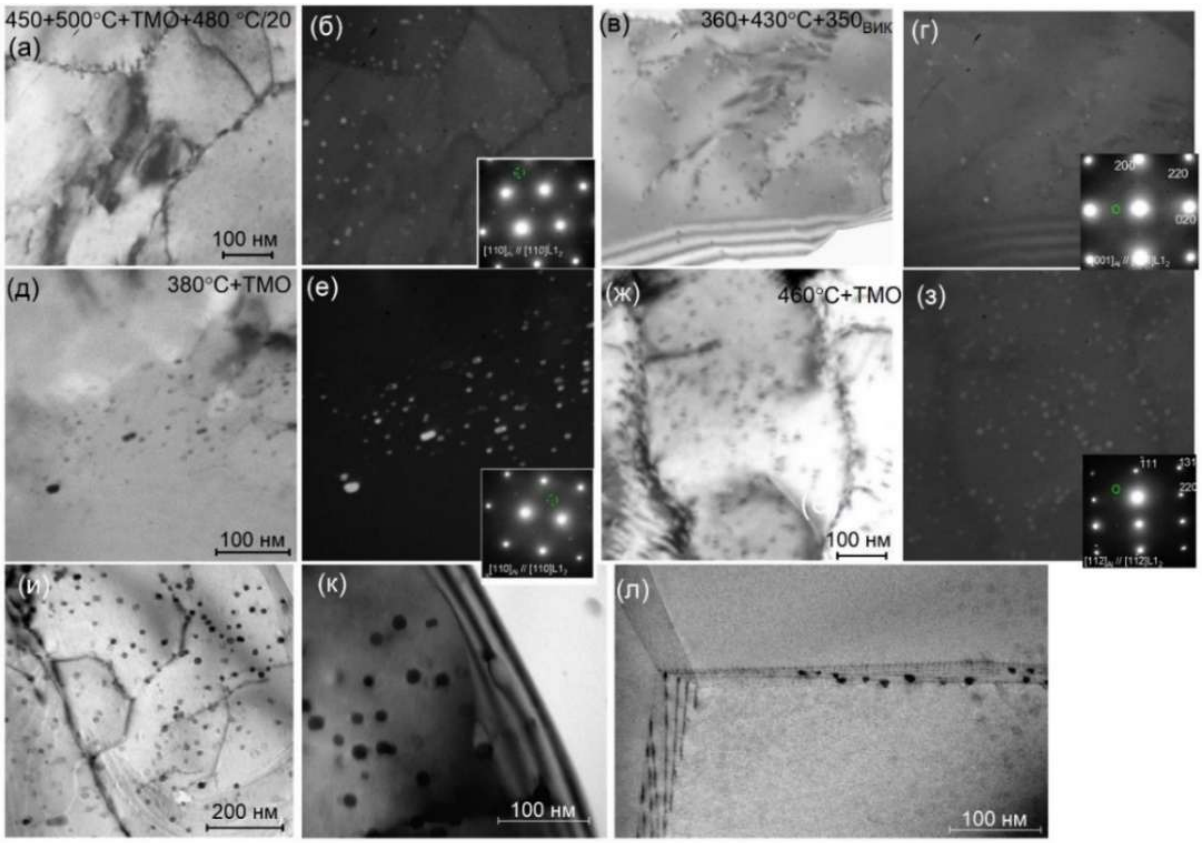


Рисунок 2.39 - Дисперсоиды $L1_2$ -фазы после термомеханической обработки (а,б) Al_3Zr, Al-4Zn-4Mg-3Ni-0.8Cu-0.28Zr, гомогенизация при 450 и 500 °С (по 3 ч), ТМО и отжиг при 480 °С 20 мин (в,г) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc , отжиг при 360 °С, 12 ч и 430 °С, 4 ч, ВИК при 350 °С ∑e=14.4, (д,е) Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc (отжиг при 380 °С, ТМО и отжиг при 400°С, 30 мин)(ж,з) Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc (отжиг при 460 °С, ТМО и отжиг при 400 °С, 30 мин) (и-л) Al-4Zn-4Mg-3Ni-0.2Zr-0.1Sc (отжиг при 360 °С, 12 ч и 470 °С, 3 ч, ТМО и отжиг при 440 °С, 20 мин)

2.3.3 Особенности формирования $L1_2$-фазы в исследуемых сплавах

Признаки прерывистого распада присущи всем Zr-содержащим сплавам независимо от добавок РЗМ. В магналиях с Zr при 350-360 °С в первые 8-10 ч развивается только локальный прерывистый распад, для непрерывного механизма с образованием дисперсных частиц необходима выдержка более 32 ч. Непрерывный распад контролируется более медленной диффузией по телу зерен и требует больших температур или времени выдержки [66]. Добавки Sc (в большей степени) [66] и Er [78] ускоряют непрерывный распад при

данных температурах, повышают однородность и плотность распределения дисперсоидов и сужают зоны прерывистого распада.

Можно сделать вывод, что стадия прерывистого распада, контролируемого скоростью зернограничной диффузии, в изучаемых сплавах с цирконием присутствует всегда в исследуемой области температур, вне зависимости от содержания дополнительных дисперсоидообразующих или прочих элементов. Вблизи границ зерен после двухступенчатого отжига сохраняются участки прерывистого распада шириной менее 300 нм или присутствуют участки с размером частиц в ~1.5-2 раза больше среднего, преимущественно вблизи границ зерен. Во всех сплавах плотность выделений у границ зерен в зонах прерывистого распада и вокруг крупных частиц фаз эвтектического происхождения ниже, и в данных участках формируются зоны свободные от выделений. Образованные при более низких температурах веерообразные колонии трансформируются в цепочки равноосных частиц, за исключением вытянутых грубых выделений вблизи границ зерен. Недостатком использования повышенных температур на первой ступени отжига является сравнительно малая плотность выделений в сплавах только с цирконием, и огрубление частиц в сплавах со скандием и цирконием.

Применение двухступенчатого отжига с низкотемпературной первой ступенью позволяет обеспечить наибольшую плотность выделений при наименьшем их размере, т.е. наибольший параметр *f/d*. Образованные на первой низкотемпературной ступени дисперсоиды имеют повышенную термическую стабильность. В среднем размер дисперсоидов в 2-3 раза больше после одноступенчатого отжига при 450-480 °С, по сравнению с двухступенчатыми режимами при 350-360 °С и 420-500 °С [60,83,95].

Добавки РЗМ оказывают влияние на механизм зарождения $L1_2$-фазы. Фаза $L1_2$ Al_3Zr в исследуемых сплавах зарождается преимущественно гомогенно в теле зерен, при всех температурах отжига на дислокациях не обнаруживали дисперсоидов [95]. Данная особенность фазы $L1_2$ Al_3Zr подтверждается экспериментом с предварительной деформацией слитков сплавов Al-Mg-Zr на 60-90 %, которая не приводит к ускорению непрерывного распада, равноосных частиц после 4 часов выдержки при 360 °С не формируется на дислокациях и стенках из дислокаций, а вблизи границ зерен, число которых в рекристаллизованном состоянии намного выше, обнаруживаются только веерообразные продукты прерывистого распада.

Введение РЗМ (Sc, Er) и повышение температуры отжига в сплавах с данными элементами увеличивает вероятность гетерогенного зарождения. Фаза зарождается на дислокациях с характерным строчечным расположением частиц вдоль линий дислокаций и стенок из дислокаций. Дисперсные выделения фазы $Al_3(Er,Zr)$ выделяются на границах

зерен, в тройных стыках.

Причин гетерогенного зарождения когерентных частиц несколько (1) скорость диффузии легирующих элементов, в том числе РЗМ которые инициируют распад, по дислокационным трубкам, границам зерен и фаз в два раза выше, чем по телу зерен; (2) достаточно крупные атомы РЗМ могут сегрегировать, на границах и дислокациях, обеспечивая критическую концентрацию для образования зародыша фазы; (3) дислокации в сплавах с магнием могут содержать ГП прослойку дефекта упаковки, растворимость в которой атомов легирующего элемента может быть выше.

Выводы по Главе 2

С позиции роста сдерживающей силы Зинера (Pz ~ *f/d*) при температурах сверхпластической деформации проанализирован распад пересыщенного переходными (в том числе редкоземельными) металлами (Mn, Cr, Zr, Sc, Er, Y) твердого раствора в Al сплавах на основе Al-Mg, Al-Mg-Si-Cu, Al-Mg-Zn-Cu. Определены режимы обработки, обеспечивающие формирование дисперсоидов с наибольшим параметром *f/d*, и установлены факторы, влияющие на их тип, размер, морфологию и термическую стабильность.

1. В сплавах на основе системы Al-Mg при температурах 350-380 °C распад пересыщенного Mn твердого раствора идет преимущественно гетерогенно на дислокациях с образованием частично когерентной квазикристаллической I-фазы равноосной формы (средний размер около 30 нм). Магний не растворяется в I-фазе, но увеличивает ее долю, предположительно за счет повышения плотности дислокаций и снижения их подвижности при температуре отжига. Повышение температуры до 400 °C или увеличение выдержки до 48 ч при 350 °C приводит к дополнительному выделению $Al_{12}Mn$ фазы, а при 430-480 °C выделяются пластины стабильной Al_6Mn (продольный размер до 80-800 нм, ширина 30-70 нм).

2. Хром и железо растворяются в Mn-содержащих фазах, замещая марганец, что повышает плотность распределения и термическую стабильность I-фазы. Добавка 0.1-0.25 %Cr обеспечивает уменьшение среднего размера дисперсоидов Al_6Mn фазы после отжига и термомеханической обработки, обеспечивая их более эффективное измельчение при прокатке (с 75-90 до 40-50 нм), а при 0.2-0.25 %Cr (или при содержании марганца в растворе менее 0.4 % Mn при 0.15 % Cr) способствует выделению дисперсоидов ε-$Al_{18}Mg_3Cr_2$ фазы средним размером ~40 нм. В ε-$Al_{18}Mg_3Cr_2$ фазе растворяется цинк, что обеспечивает высокую плотность распределения дисперсоидов в высокопрочных сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu.

3. Повышение содержания магния более 6.5% в сплавах Al-Mg-Mn-(Cr) приводит к выделению фазы ε-$Al_{18}Mg_3(Mn,Cr)_2$ склонной к формированию агломератов в сотни нанометров, доля которых увеличивается при увеличении содержания Mg в сплавах.

4. Выделение $L1_2$ Al_3Zr и $Al_3(Er/Sc,Zr)$ происходит путем прерывистого и непрерывного распада. При этом, непрерывный распад обеспечивается увеличением времени отжига более 30 ч при 360±10 °C или повышением температуры до 420±20 °C в сплавах только с Zr. Введение Er (0.1-0.3 %) и особенно Sc (0.1-0.2 %) ускоряет непрерывный распад, уменьшает ширину зон прерывистого распада, повышает плотность и однородность выделений $L1_2$-фазы после одноступенчатых режимов отжига. При этом, размер дисперсоидов после низкотемпературного отжига (360±10 °C) составляет 7-11 нм, увеличиваясь при легировании Er, и сильнее при легировании Sc. По совокупности факторов Er можно считать эффективным аналогом Sc в сплавах с 0.2-0.25%Zr.

5. Размер и плотность распределения $L1_2$-фазы не зависят от содержания кремния в авиалях в интервале 0.1-0.8 % при 0.2 % Zr и 0.1-0.2 % Sc, что согласуется с эффективными концентрациями 0.1%Sc и до 0.8%Si в сплавах, установленными в Главе 1. Введение Y уменьшает плотность распределения дисперсоидов $L1_2$-фазы из-за формирования первичных кристаллов $Al_3(Sc,Zr)$ и фаз эвтектического происхождения с данными элементами.

6. Отжиг слитка 8-32 ч при 360±10 °C на первой ступени и 2-24 ч 420-500 °C на второй обеспечивает максимальный прирост твердости и наибольшее соотношение *f/d* для $L1_2$-фазы в исследуемых сплавах за более короткое время обработки, одновременно обеспечивая фрагментацию и сфероидизацию эвтектических частиц в псевдоматричных сплавах. После двухступенчатого отжига дисперсоиды сохраняют нанометрический размер 7-14 нм и когерентность алюминиевой матрице, а зоны прерывистого распада сокращаются до ≤300 нм. После термомеханической обработки (прокатка или ВИК при температурах не выше температуры проведения гомогенизационного отжига) параметры $L1_2$ дисперсоидов (размер, структурный тип, когерентность) не меняются.

ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСТРУКТУРЫ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ НА ОСОБЕННОСТИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ЗЕРЕННУЮ СТРУКТУРУ МЕТОДОМ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ

Параметры крупных частиц вторых фаз (эвтектического происхождения, Глава 1) и наноразмерных дисперсоидов (Глава 2), а также содержание легирующих элементов в твердом растворе влияют на кинетику рекристаллизации и размер рекристаллизованного зерна, который в первую очередь определяет сверхпластичное состояние сплавов. Общие принципы рекристаллизации в гетерогенных сплавах известны [140,171]. В данной главе рассмотрим особенности влияния содержания атомов замещения в твердом растворе и параметров частиц разной дисперсности в разрабатываемых сплавах на формирование зеренной структуры при рекристаллизации холоднодеформированных образцов и стабильность зеренной структуры при повышенных температурах.

Информативным структурно-чувствительным методом, позволяющим проводить *in situ* анализ процессов рекристаллизации, изучать взаимодействия точечных и линейных дефектов, процессов релаксации на границах зерен, оценивать стабильность зеренной структуры, является метод механической спектроскопии, основанный на измерении внутреннего трения (ВТ) (тангенс угла отставания tgφ, определяемого как сдвиг по фазе между приложенным циклическим напряжением σ и возникающей деформацией ε в условиях неупругости) и динамического модуля упругости [234,235]. Механическая спектроскопия (МС) изучает частотные, температурные, амплитудные и временные зависимости упругих и неупругих свойств [235,236]. В качестве воздействующего поля используется периодически изменяющееся поле приложенных напряжений, а в качестве отклика – упругая и неупругая деформация материала. К.Зинер [237] основал научную школу изучения явления неупругости, как составляющей физики твердого тела. В России систематическое исследование данного явления продолжилось Б.Н. Финкельштейном в МИСиС. Метод является косвенным и требует поддержки других методов физического материаловедения, поэтому параллельно мы анализировали изменения твердости и микроструктуры, что в совокупности позволило сделать выводы о структуре сплавов и кинетике исследуемых процессов. Метод чувствителен к различным структурным изменениям и позволяет выделять и изучать эффекты неупругого рассеяния механической энергии, обусловленные различными типами дефектов кристаллического строения. Зависимость изменения свойств от времени при релаксации, согласно Р. Кольраушу, определяется уравнением

$$\psi(t) = \exp\left[(-t/\tau)^{1-n}\right], \qquad (3.1)$$

где τ –время релаксации, n – параметр корреляционного взаимодействия, $n \geq 0$, но <1.

Если n=0, то релаксационные процессы протекают независимо, если n>0, то один элементарный акт процесса релаксации инициирует другой.

Для термически активированного нескоррелированного релаксационного процесса (с одним временем релаксации (τ)) n=0 и пик ВТ (Q^{-1}) имеет частотную зависимость, описываемую уравнением Дебая [234]:

$$Q^{-1} = \Delta \cdot \frac{\omega\tau}{1+(\omega\tau)^2}, \qquad (3.2)$$

где $\Delta = (E_н - E_р)/E_н$ – степень релаксации модуля упругости, $E_р$ - релаксированный и $E_н$ - нерелаксированный модуль упругости. При условии

$$\omega \times \tau = 1 \qquad (3.3)$$

(круговая частота $\omega = 2\pi f_m$, f_m – частота при измерении) наблюдается пик ВТ, степень релаксации равна удвоенному максимуму ВТ: $\Delta = 2Q_m^{-1}$, где Q_m^{-1} – высота максимума ВТ. Время релаксации зависит от температуры по закону Аррениуса:

$$\tau = \tau_0 \exp(H/k_BT) \qquad (3.4),$$

где H – средняя или измеренная энергия активации релаксационного процесса, τ_0 – характеристическое время релаксации, k_B - константа Больцмана.

Энергия активации релаксационного процесса (H), приводящего к формированию максимума на кривой ВТ, как и обратный частотный фактор ($\tau_0 = 1/\nu_0$, ν_0 – характеристическая частота) определяется из уравнения Аррениуса (ур. 3.4).

Величина параметра распределения времен релаксации β_τ рассчитывается сглаживанием теоретической кривой с неизвестным β_τ к экспериментальным данным при известной частоте колебаний. Величина β_τ для термически активируемого релаксационного процесса может быть обусловлена распределением по энергии активации (H) и по обратному частотному фактору (τ_0) [238]:

$$\beta_\tau = \left| \beta_{\tau 0} \pm \beta_H/k_BT \right|. \qquad (3.5)$$

Если уширение пика определяется распределением только по частотному фактору ($\beta_{\tau 0}$), то β_τ не зависит от температуры (пик внутреннего трения сдвигается по температурной шкале без изменения уширения при изменении частоты колебаний). Напротив, если релаксационный процесс контролируется распределением по энергиям активации (β_H) процессов, уширение пика зависит от температуры. Детальная информация об использованном методе механической спектроскопии представлена в литературе, наиболее подробно в [235,239].

Исследовали температурные (ТЗВТ), временные (ВЗВТ) и амплитудные (АЗВТ) зависимости внутреннего трения. Измерения ВТ проводили на динамическом механическом анализаторе DMA Q800 TA Instruments в режиме вынужденных изгибных

колебаний на плоских образцах, соответствующих толщине листа (обычно 1 мм) и имеющих размеры длины (30-60) мм и ширины (5-10) мм, закрепленных в конфигурации ‘одинарный кантилевер’ или ‘двойной кантилевер’ (одинарный или двойной рычаг). Температурные зависимости ВТ измеряли со скоростью нагрева от 2 до 5 К/мин при частотах колебаний в диапазоне f_m = 0.3 - 30 Гц и значении амплитуды деформации равном $\varepsilon_0 = 1\times10^{-4}$ ($\varepsilon = \varepsilon_0\cos(\omega t+\varphi)$, где $\omega = 2\pi f_m$ круговая частота колебаний, φ - угол отставания между приложенным напряжением и деформацией; $\operatorname{tg}\varphi \cong Q^{-1}$). Измерения амплитудных зависимостей ВТ проводили при амплитудах деформации ε_0 от 5×10^{-6} до 8×10^{-4} как при комнатной температуре, так и в температурном интервале протекания рекристаллизации. Методы и результаты данной главы опубликованы в серии работ [38,41,45,47,48,81,87,96,97,103,113,116,119].

3.1 Релаксационные эффекты при нагреве холоднодеформированных сплавов, инициированные структурными превращениями

3.1.1 Влияние состава твердого раствора на процессы рекристаллизации

Для исследования влияния Mg на формирование зеренной структуры и процессы рекристаллизации анализировали твердость, микроструктуру (рис.3.1) и сравнивали с данными ТЗВТ при нагреве холоднокатанных на 80 % двойных сплавов с 0.3, 1.5, 3, 5 %Mg (здесь и далее в Главе использованы масс. %). Сплавы с 0.3 и 1.5 % Mg однофазные и представлены твердым раствором на основе алюминия, при 3 и 5 % Mg возможно выделение до 2 и 5 % β фазы (Al_3Mg_2) при охлаждении от температуры сольвуса до комнатной, т.е. сплавы становятся двухфазными [119]. Для сравнения анализировали алюминий 99.99%Al (А99) и сплав-твердый раствор с малой добавкой цинка Al-0.3Zn [48,81].

Чистый Al разупрочняется при температуре ~150 ºС: за 20 минут отжига твердость снижается в два раза (врезка на рис. 3.1а). Однако разупрочнение вызвано полигонизацией - рекристаллизованная структура формируется только при ~300 °С (врезки на рис. 3.1а). Аналогичным образом ведет себя сплав с 0.3Zn.

Рекристаллизация сплавов с Mg протекает в интервале температур 275-300 °С по данным изменения твердости (рис. 3.1) и микроструктурных исследований (рис. 3.1, врезки). Действительно, после прокатки (при комнатной температуре деформацию нужно считать теплой) технический алюминий марки А99 и малолегированный сплав Al-0.3Zn имеют смешанную ячеисто-полигонизованную структуру, с большим числом малоугловых границ (рис. 3.1г). Сплавы с Mg демонстрируют ячеистую дислокационную структуру с повышенной плотностью дислокаций без признаков полигонизации при комнатной

температуре. Чем больше Mg в сплаве, тем меньше размер ячеек и больше плотность дислокаций (рис.3.1д-е), Mg приводит к сдерживанию полигонизации при нагреве, что вызывает снижение температуры начала рекристаллизации [41,48,81].

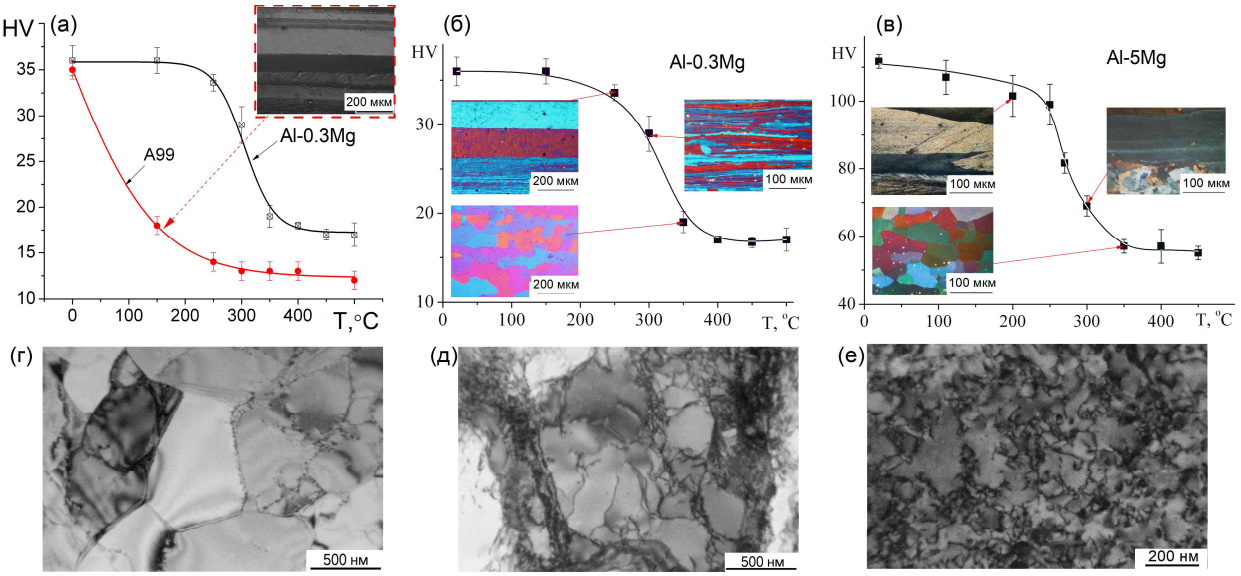


Рисунок 3.1 - Зависимость твердости от времени отжига и ПЭМ структуры после прокатки сплавов (а,г) А99, (б,д) Al-0.3Mg и (в,е) Al-5Mg [48,81]

Экспериментальные значения энергии активации H=0.9-1.1 эВ и характеристического времени релаксации 1×10^{-12}-1×10^{-11} с свидетельствуют о дислокационной природе низкотемпературного фона ВТ.

При нагреве образцов до 400 °С на ТЗВТ формируется асимметричный пикообразный эффект (рис. 3.2), который сопровождается относительным увеличением модуля упругости (эффект Кестера [234], рис.3.2е). При повторном нагреве образцов эффект отсутствует (см. пример для Al-0.3Mg сплава на рис. 3.2б пунктиром)[3]. Снижение фона ВТ и рост модуля упругости взаимосвязаны и обусловлены снижением плотности дислокаций при нагреве деформированных образцов, т.е. рекристаллизацией. Температурное положение максимума пикообразного эффекта P_R не зависит от частоты колебаний, тогда как его высота зависит.

Схема формирования описанного эффекта представлена на рис.3.2 з,и. В деформированном материале уровень фона ВТ повышен вследствие большей плотности дислокаций и концентрации точечных дефектов. Так как низкотемпературный фон контролируется преимущественно подвижностью дислокаций, то он является термически-активированным, т.е. чувствительным к частоте измерений (рис. 3.2д). В связи с более высокой плотностью дислокаций температурная зависимость фона ВТ в деформированном

[3] на кривых ТЗВТ при повторном нагреве формируется термически активируемый пик внутреннего трения, подробно анализируемый в разделе 3.2.

состоянии более резкая (до Т начала рекристаллизации), по сравнению с отожженным состоянием и низкой плотностью дислокаций. При нагреве в температурном интервале рекристаллизации величина ВТ снижается пропорционально увеличению доли рекристаллизованного объема и уменьшению интегральной плотности дислокаций в образце (рис. 3.2з). Формирующийся таким образом пиковый эффект на кривой ТЗВТ можно назвать псевдо-пиком, так как он отражает переход материала из одного состояния в другое, термодинамически более равновесное.

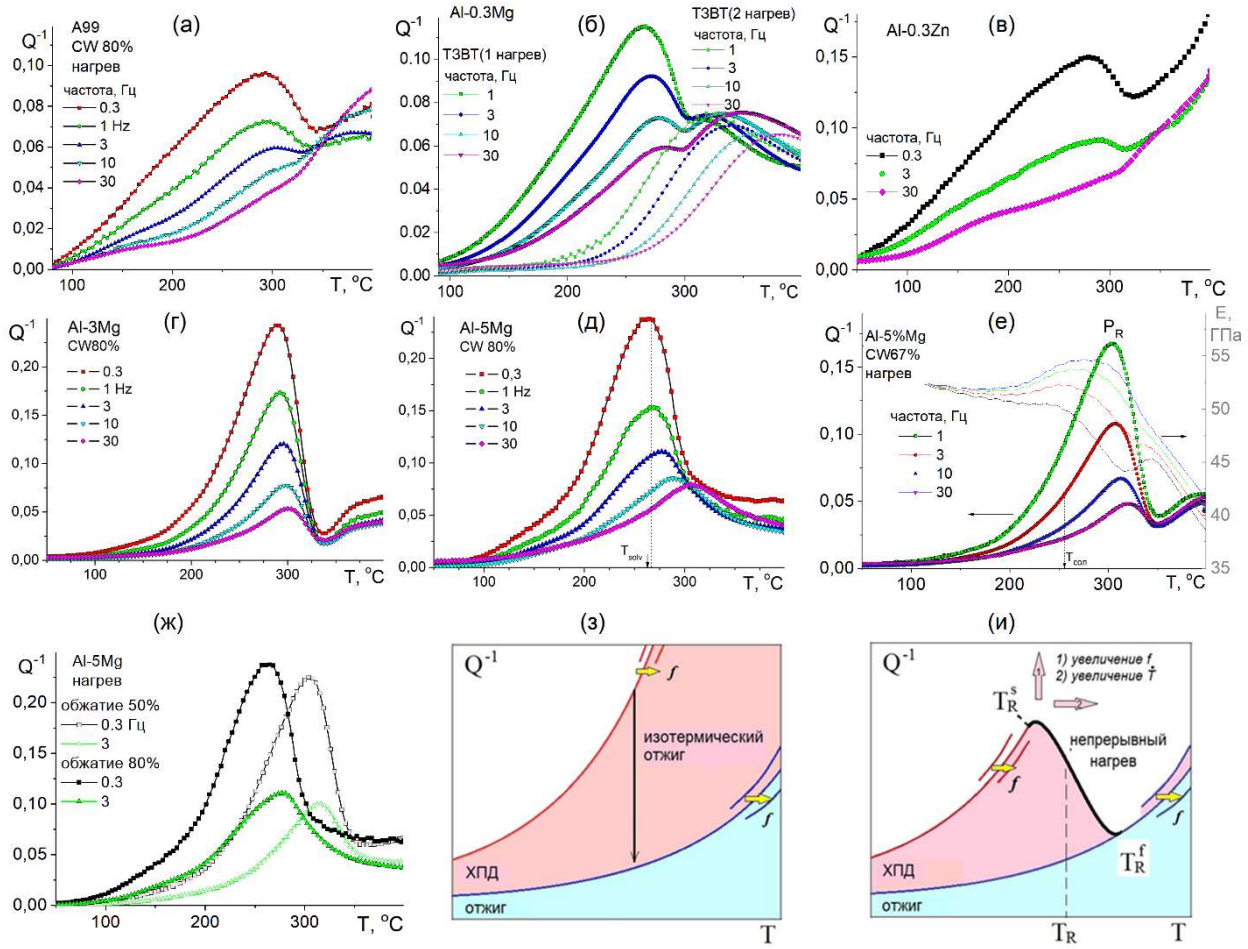


Рисунок 3.2 - Температурные зависимости (а-ж) ВТ и (правая ось на е) модуля упругости для сплавов с (а) А99, (б) Al-0.3Mg, (в) Al-0.3Zn, и (г) Al-3Mg, (д-ж) Al-5Mg, (з,и) схема образования псевдо-пика ВТ [81,119]

Ввиду роста уровня фона с уменьшением частоты вынужденных колебаний, псевдо-пик рекристаллизации имеет максимальные абсолютные значения при низких частотах (при измерении ТЗВТ повышение частоты вынужденных колебаний приводит к смещению фона ВТ в область более высоких температур). Таким образом температура начала псевдо-пика соответствует температуре начала рекристаллизации (то есть моменту, когда снижение фона ВТ за счет протекания рекристаллизации начинает превышать его рост с температурой в отсутствие рекристаллизации). Положение псевдо-пика рекристаллизации зависит от скорости нагрева и степени деформации образца при холодной прокатке, а конец псевдо-

пика соответствует окончанию первичной рекристаллизации и переходу в состояние с плотностью дислокаций отожженного материала. Наибольшая скорость рекристаллизации соответствует экстремуму на первой производной от скорости снижения уровня ВТ при рекристаллизации на кривых ТЗВТ.

С увеличением концентрации Mg с 3 до 5 % для сплавов, прокатанных с одинаковой степенью холодной деформации 80 % (рис.3.2г,д), температура P_R уменьшается с 290 до 275 °С, т.е. магний стимулирует рекристаллизацию. Смещение рекристаллизационного псевдо-пика в сторону повышения температур закономерно происходит с уменьшением степени холодной деформации (рис.3.2д,е,ж), что объясняется снижением стимула рекристаллизации при меньшем наклепе [171].

Так как и уровень ВТ, и твердость сплава контролируются количеством дислокаций и их подвижностью, кинетика снижения твердости (после ступенчатого отжига заданным шагом) (рис. 3.3а) и ВТ (рис. 3.3б) хорошо коррелируют. При этом метод ВТ позволяет анализировать кинетику рекристаллизации при изотермической выдержке в режиме реального времени и непрерывно, т.е. *in situ*, производить анализ на одном образце, кроме того, метод МС менее трудозатратен.

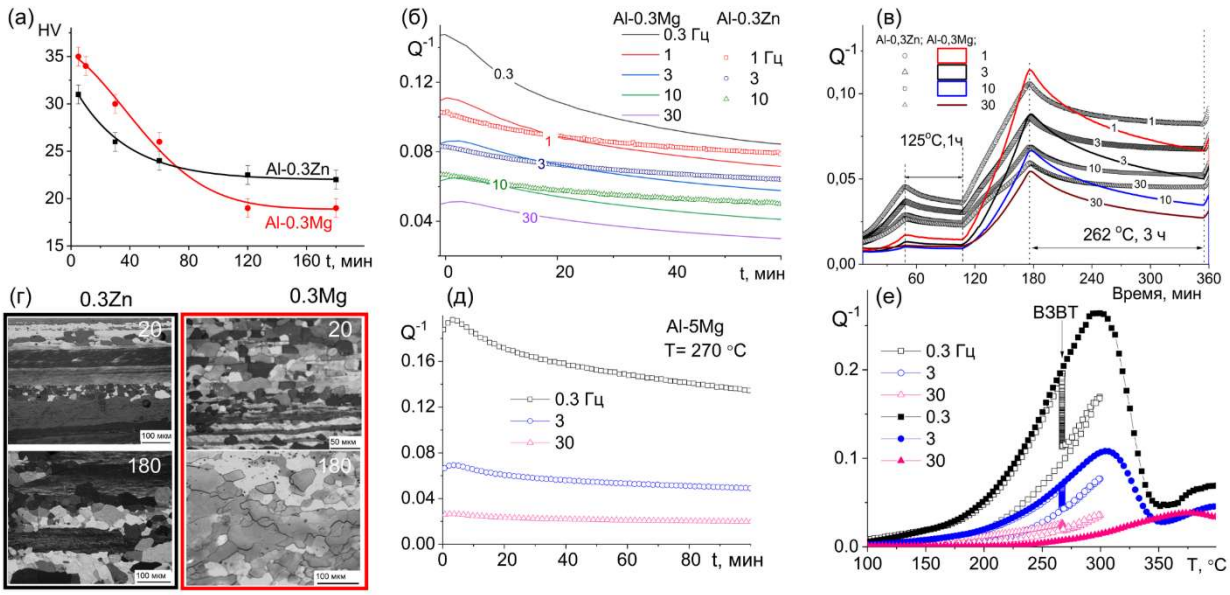


Рисунок 3.3 - Зависимость (а) твердости и (б,в) внутреннего трения от времени выдержки для сплавов с малыми добавками легирующих элементов (а,б,в) Al-0.3Zn и Al-0.3Mg при температуре псевдо-пика рекристаллизации P_R =262 °С и (г) микроструктуры данных сплавов после 20 и 180 минут выдержки [81]; (д) ВЗВТ при температуре 270 °С, ниже псевдо-пика рекристаллизации P_R и (е) ТЗВТ с остановкой для ВЗВТ для сплава Al-5Mg

Уровень ВТ и значения твердости снижаются более резко в сплаве с 0.3Mg по сравнению с 0.3Zn. Меньшая интенсивность разупрочнения в сплаве с Zn связана с предшествующими рекристаллизации процессами полигонизации, которые, как показала ПЭМ, реализуются в Al и сплаве с Zn уже при комнатной температуре. Сопоставим

изменения ВТ с предварительной изотермической выдержкой при 125 °С (60 мин) и без нее (рис.3.3в). Во-первых, относительное снижение уровня ВТ при 125 °С ($\varepsilon_0 = 10^{-4}$) составило 25 % у сплава с Zn по сравнению с 15 % в сплаве с Mg (приведены усредненные значения относительного снижения уровня ВТ по нескольким частотам) (рис. 3.3в). Различие объяснимо развитием полигонизации в сплаве с Zn, что подтверждает анализ дислокационной структуры после 1 часа отжига при 125 ºС: формирование субзеренной структуры в сплаве с Zn и ячеистой в сплаве с Mg. Во-вторых, снижение уровня ВТ при 262 °С (после предварительной выдержки при 125 ºС) в сплаве с Mg значительно больше, чем с Zn: за 180 минут уровень ВТ в сплаве с Mg снизился на 46 % (в среднем по разным частотам) и полностью прошла рекристаллизация уже за 5 минут (рис. 3.3г), в сплаве с Zn на 24 % и частично сохранились вытянутые зерна даже после 180 минут отжига. Таким образом, даже малая добавка Mg стимулирует рекристаллизацию.

Замедление полигонизации в сплаве с Mg по сравнению с Al повышенной чистоты или сплавом с Zn, снижение температуры начала рекристаллизации обусловлены снижением подвижности дислокаций, их закреплением атмосферами атомов Mg при нагреве или снижением энергии дефекта упаковки в присутствии Mg [240] и, соответственно, с сохранением большей плотности дислокаций до начала рекристаллизации [81].

ВТ при температурах ниже псевдо-пика P_R, т.е. в процессе возврата в магналиях (см. пример для сплава Al-5Mg при температуре 270 °С, на рис.3.3д,е) снижается менее интенсивно и заметно это снижение только на малых частотах 0.3-1 Гц, что согласуется с представлениями о малой подвижности дислокаций в сплавах с магнием.

3.1.2 Анализ кинетики рекристаллизации в сплавах с частицами вторых фаз субмикронных и микронных размеров

По данным анализа микроструктуры сплавов разных групп на основе алюминия (Глава 1), морфология частиц Al_3Ni близка к сферической (КФ~0.9) и можно получить структуру с высокой долей (до 9 %) равномерно распределенных частиц размером ~1 мкм, стимулирующих зарождение зерен при рекристаллизации, что делает фазу Al_3Ni благоприятной для формирования микрозеренной структуры и достижения сверхпластичного состояния в сплавах на разных основах. Необходимо отметить, что при этом в твердом растворе Ni мало растворим (до 0.04 мас. %), что делает двойные сплавы системы Al-Ni идеальным объектом для изучения влияния непосредственно частиц вторых фаз на кинетику рекристаллизации [113].

Для получения частиц субмикронных и микронных размеров (>0.1 мкм), модельные

двойные сплавы системы Al-Ni (Al-2Ni, Al-4Ni, Al-6Ni) после литья отжигали при заданных температурах и временах выдержки ((1) 450 °С, 4 ч, (2) 600 °С, 8 ч, и (3) 620 °С, 24 ч) с целью получения холоднодеформированных (на 83 %) образцов с варьируемыми параметрами размера частиц *d* (0.33±0.05 и 1.1±0.1, 2.2±0.1 мкм) и их доли *f* (0.03, 0.07, 0.1) (примеры на рис. 3.4а,б) [114]. Для сравнения анализировали сплав-твердый раствор с 0.04 %Ni, соответствующий точке предельной растворимости на диаграмме Al-Ni (в структуре которого встречаются только единичные включения Al_3Ni).

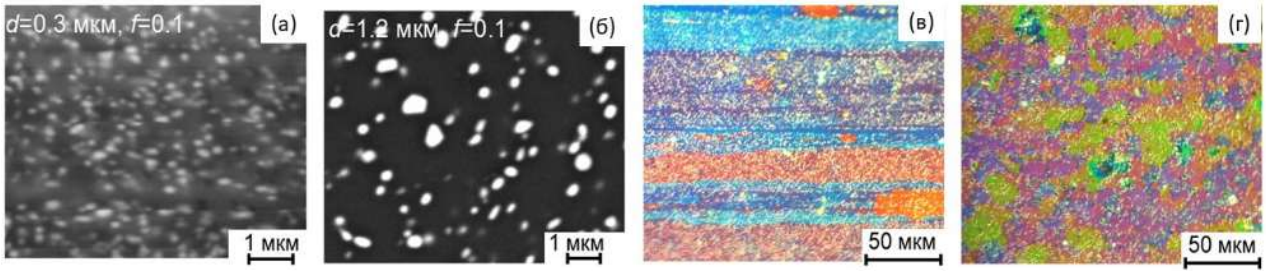


Рисунок 3.4 - Микроструктуры сплава эвтектического состава Al-6Ni после ТМО с обжатием при холодной прокатке 83%, демонстрирующие (а, б) частицы второй фазы Al_3Ni среднего размера 0.3 и 1.2 мкм и (в, г) зеренную структуру после 20 минут отжига при 0.95Тпл

После холодной прокатки 83 % формируется смешанная субзеренно-ячеистая структура в сплавах с малой долей частиц *f*<0.03 (рис.3.5а,в) и субзеренная структура в присутствии частиц с *f*=0.07-0.10 (рис.3.5б,г) [113].

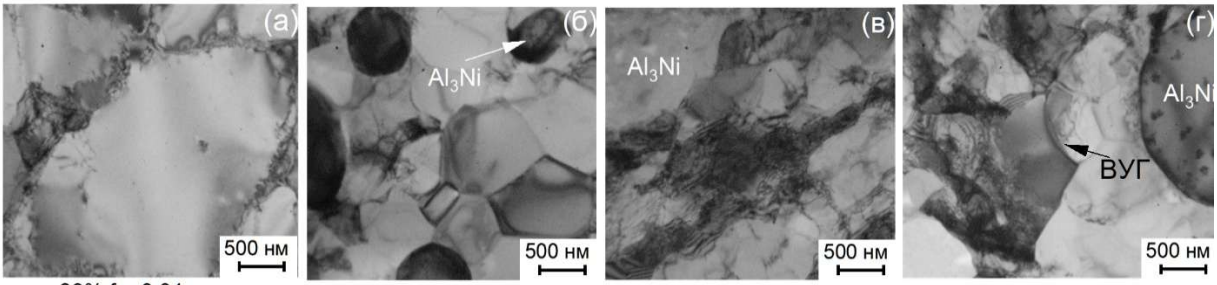


Рисунок 3.5 - Дислокационная структура сплавов системы Al-Ni после деформации 80 % при комнатной температуре; параметры частиц вторых фаз обозначены под изображениями [113]

Сплавы с разными параметрами *d/f* использовали для анализа кинетики рекристаллизации методом ВТ (рис. 3.6). Энергия активации фона ВТ в холоднокатанном состоянии при достижении уровня Q^{-1}=0.025 от 0.89±0.01 до 1.07±0.01 эВ, а $\tau=10^{-14}$-10^{-12} с, что предполагает контролирование процессов релаксации движением дислокаций в стенках – малоподвижных малоугловых границах [241–245].

При нагреве холоднодеформированных образцов с *f*<0.03 частиц d~0.3 мкм и сплавов с крупными частицами d=1.1-2.2 мкм на ТЗВТ наблюдали псевдо-пик P_R с максимумом при температурах 200-300 °С в зависимости от *d/f* (рис. 3.6а,г-е,и). Сплавы с размером частиц ~1.1-2.2 мкм имеют рекристаллизованную структуру после нагрева до 400 °С (рис.3.7). С увеличением объемной доли частиц размером 1.1 мкм, доля ВУГ увеличивается с 45 % для

0.04 % Ni до 70 % для 6 % Ni, а размер зерна уменьшается с 68±22 мкм при 0.04 % Ni до 5.6±0.2 мкм при 6 % Ni (рис.3.7) [113]. При повторном нагреве тех же образцов, т.е. образцов с уже рекристаллизованной структурой, на ТЗВТ, как и в магналиях, псевдо-пика не наблюдали.

При увеличении объемной доли крупных частиц и с увеличением размера частиц при постоянной их доле, положение P_R смещается в сторону более низких температур, т.е. температура начала рекристаллизации уменьшается. Температура P_R-пика снижается с 297, 240, до 210-208 °C в сплавах с 0.04, 2, и 4-6 % Ni, соответственно, благодаря увеличению доли микронных частиц Al_3Ni фазы ~0 до 7-10% (0.07-0.1) (рис.3.6е). Увеличение размера частиц с 1.1 до 2.2 мкм приводит к незначительному снижению температуры P_R.

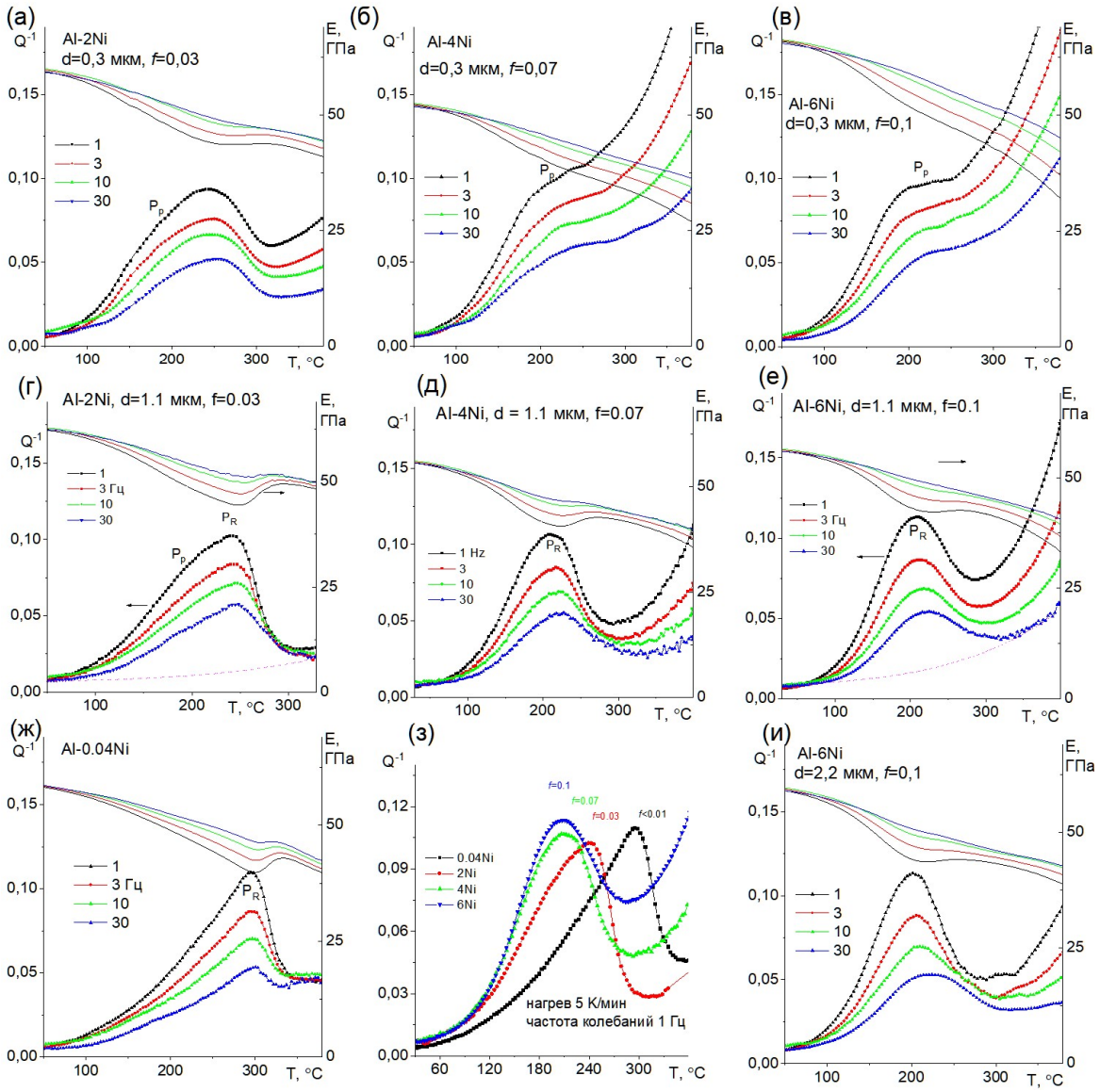


Рисунок 3.6 - Температурные зависимости ВТ (кривые с экспериментальными точками) и модуля упругости (линии) холоднодеформированных на 83 % сплавов (а) Al-2Ni с *f*=0.03, d=0.3 мкм (б) Al-4Ni с *f*=0.07, d=0.3 мкм, (в) Al-6Ni с *f*=0.1, d=0.3 мкм, (г) Al-2Ni с *f*=0.03, d=1.1 мкм, (д) Al-4Ni с *f*=0.07, d=1.1 мкм (е) Al-6Ni с *f*=0.1, d=1.1 мкм, (ж) Al-0.04Ni (*f*<0.01), (з) сравнение сплавов с разной долей частиц вторых фаз при частоте вынужденных колебаний 1 Гц; скорость нагрева 5 К/мин (и) Al-6Ni с *f*=0.1, d=2.2 мкм; частота колебаний (Гц) для (а-ж, и) указана в легенде

Твердость слабо меняется после отжига при 20-150 °С и резко снижается в интервале температур 250-300 °С для сплава без частиц Al-0.04 % Ni и при 150-250 °С для сплавов с частицами Al_3Ni размером 1.1-2.2 мкм (рис.3.8а). Таким образом, по изменению твердости (отжиг 1 час), рекристаллизация начинается при более низких температурах, чем показывает ТЗВТ при непрерывном нагреве со скоростью 5К/мин. Различий в температуре P_R и половинного снижения твердости не наблюдали в магналиях, но они выражены в сплавах Al-Ni с малолегированным твердым раствором и объяснимы высокой склонностью к возврату последних. В результате сплавы Al-Ni, как и чистый Al, более чувствительны к скорости нагрева, чем магналии. В присутствии Mg из-за снижения энергии дефекта упаковки снижается подвижность дислокаций, склонность к полигонизации и чувствительность кинетики рекристаллизации к скорости нагрева.

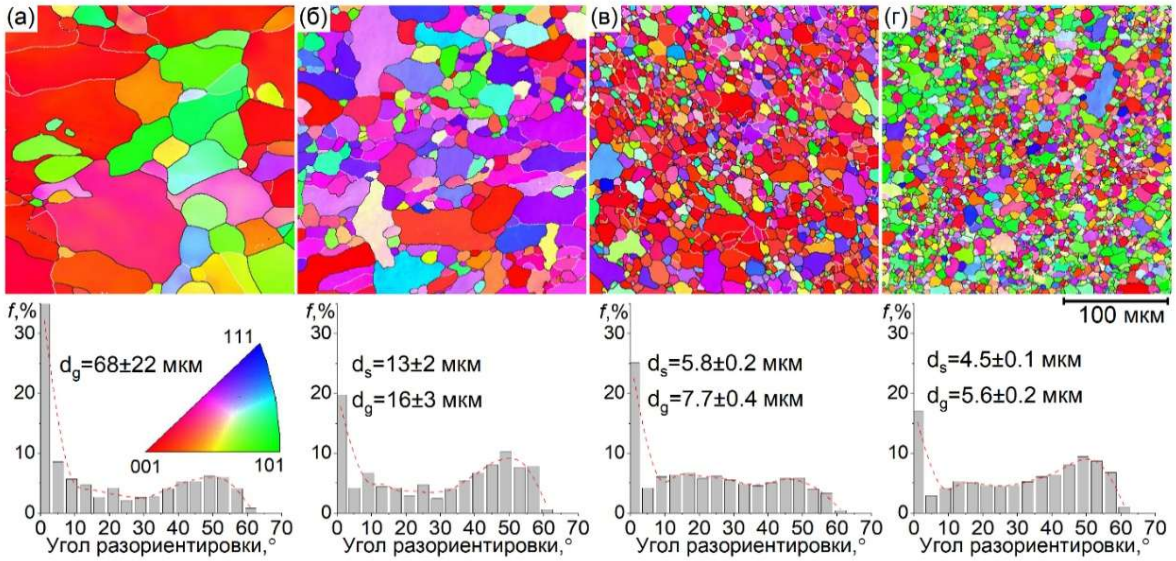


Рисунок 3.7 - ДОЭ карты и соответствующие гистограммы распределения углов разориентировки зерен в сплавах (а) 0.04%Ni, (б) 2%Ni, (в) 4%Ni, (г) 6%Ni, границы субзерен <15° белые, границы зерен ≥15° черные [113]

При сравнительно медленном непрерывном нагреве (скорость 5 К/мин при измерении ТЗВТ) в сплавах Al-Ni активно идет возврат, что снижает термодинамический стимул рекристаллизации, повышает ее температуру, как следует из положения P_R пика. При быстром нагреве тонкого образца при помещении в горячую печь до заданной температуры (время нагрева несколько минут, с учетом нагрева печи) возврат протекает в меньшей степени, размер субзерен меньше, что обеспечивает большую плотность дислокаций и стимул рекристаллизации, снижая температуру ее начала.

При размере частиц 0.3 мкм и их доле 0.07-0.1 не формируется явный псевдо-пик на кривых ТЗВТ, аналогично практически отсутствует эффект восстановления модуля упругости (рис.3.6 б,в). При этом на кривых ТЗВТ есть перегиб при 180-200 °С, который говорит скорее о процессах полигонизации. Абсолютные значения высокотемпературного

фона при среднем размере частиц 0.3 мкм в 1.5-2 раза выше, чем при *d*=1.1 мкм, что говорит о сохранении высокой плотности дислокаций (рис. 3.6). Микроструктурный анализ подтверждает различия: структура остается нерекристаллизованной даже при высокоскоростном нагреве в селитровой ванне, рис. 3.4в, тогда как при d= 1.1–2.2 мкм и f= 0.07-0.1 структура полностью рекристаллизованная после отжига при $0.6T_{пл}$, рис.3.4г.

Полигонизация в сплавах с малой долей *f*=0.03 мелких частиц приводит к некоторому снижению уровня фона при температуре ~150-200 °C (рис.3.6а). В данных сплавах рекристаллизация идет при 250 °C, но процессы полигонизации искажают форму псевдо-пика и делают его сильно асимметричным, как в Al (A99) и Al-0.04Ni. P_R пик имеет более симметричную форму в сплавах с магнием (рис.3.2в-д) и в сплавах с большой долей крупных частиц (рис. 3.6д,е,и), т.е. с ускоренной кинетикой рекристаллизации когда полигонизация подавлена.

Изменение фона ВТ при изотермической выдержке и твердости от времени (измеренной с прерыванием отжига) при температуре 0.98 P_R для сплавов с размером частиц 1.1 мкм (286 °C для *f*~0 (0.04 % Ni), 230 °C для *f*=0.03 (2 % Ni), ~200 °C для *f*=0.07-0.1 (4-6 % Ni)) демонстрируют близкое поведение (рис.3.8а). Твердость и фон внутреннего трения снижаются за первые 20 минут и слабо меняются с увеличением времени выдержки, при этом при рекристаллизации фон ВТ снижается резко, а при возврате (при 200 °C в сплавах с *f*=0.03) слабо (рис.3.8б,в).

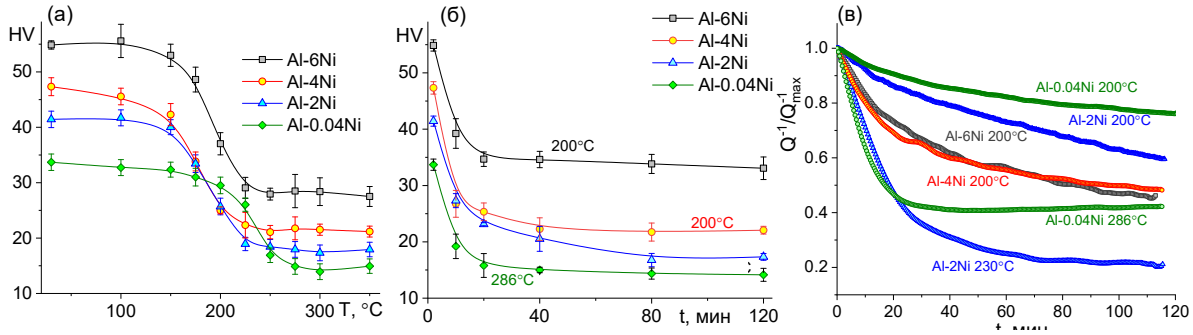


Рисунок 3.8 – (а) Температурные зависимости твердости и (б) зависимость твердости от времени выдержки при температуре 0.98 P_R для сплавов с частицами среднего размера 1.1 мкм [113]

Кинетика ВЗВТ близка при *d*=1.1 и *f*=0.07-0.1 (7-10%), т.е. по данным анализа ВТ доли частиц 7% при указанном размере достаточно для эффективного стимулирования рекристаллизации, что важно с точки зрения конструирования сплавов с эвтектической составляющей. Отметим, в случае повышенной доли крупных частиц 7-10% снижение фона ВТ при рекристаллизации идет с меньшим темпом, чем в сплаве с малой их долей 3%. При этом размер зерна уменьшается при увеличении доли с 7 до 10%, что связано уже с эффектом ограничения роста зерен ввиду увеличения силы Зинера.

По данным ПЭМ вблизи крупных частиц Al_3Ni фазы после холодной прокатки при

любой их доле наблюдали деформационные зоны с повышенной плотностью дислокаций, а также фрагменты, окруженные высокоугловыми границами (рис. 3.5б-г). С уменьшением параметра *d/f* размер субзерен в деформированном состоянии уменьшается с ~500 до 250-300 нм (рис. 3.5). Т.е., кроме того, что частицы субмикронных и микронных размеров стимулируют зарождение и активируют прерывистый механизм рекристаллизации, они способствуют уменьшению размера субзерен, которые становятся «зародышами» при непрерывном механизме рекристаллизации, характерном для Al сплавов [140].

3.1.3 Влияние Mn- и Cr-содержащих дисперсоидов на процессы рекристаллизации

Для анализа влияния параметров дисперсоидов Mn-содержащих фаз на процессы рекристаллизации сравнивали несколько сплавов с матричным типом структуры Al-5Mg-0.6Mn, Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr, Al-5Mg-1.2Mn, Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr и Al-3Mg-1.2Mn-0.26Zr, представленных алюминиевой матрицей, 1-2 % частиц кристаллизационного происхождения фаз Al_6Mn/$Al_6(Mn,Cr)$ и дисперсоидами разного размера.

Как показано в Главе 2, при совместном легировании Mn и Cr средний размер дисперсоидов после ТМО уменьшается, а их объемная доля увеличивается. В сплавах только с Mn средний размер дисперсоидов 70-90 нм, в сплавах с Mn и Cr - 45–50 нм, дисперсоидов *I*-фазы ~30-35 нм.

Для сплавов с 5%Mg проанализируем влияние дисперсоидов Al_6Mn и $Al_6(Mn,Cr)/Al_{18}Mg_2Cr_3$, отличающихся средними размерами ~77 и ~45 нм соответственно. При нагреве двойного сплава-сравнения Al-5Mg и сплавов Al-5Mg-0.6Mn, Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr (рис.3.9), прокатанных при комнатной температуре с одинаковым обжатием ~70 %, на кривой ТЗВТ формируется P_R псевдо-пик. Модуль упругости ожидаемо демонстрирует восстановление при температуре выше температуры псевдо-пика.

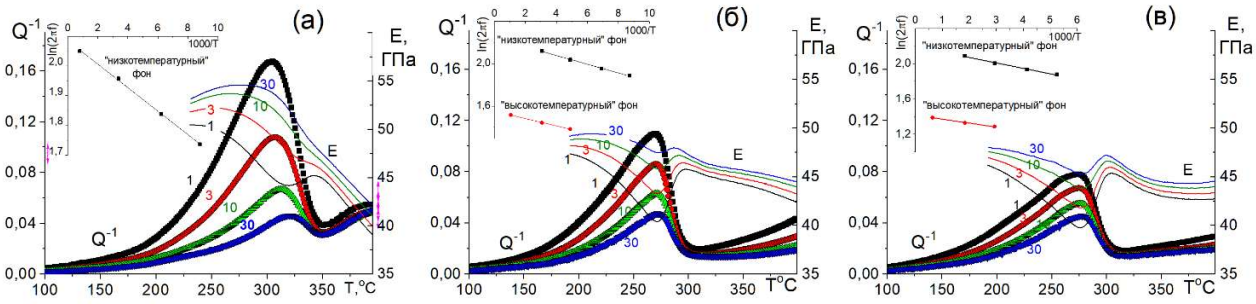


Рисунок 3.9 - Температурные зависимости ВТ и модуля упругости при нагреве до 400 ºС холоднокатаных образцов сплавов (а) Al-5Mg, (б) Al-5Mg -0.6Mn, (в) Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr (скорость нагрева 2 К/мин). Цифры у кривых – частота колебаний в Гц; врезки- Аррениусовские графики для низкотемпературного и высокотемпературного фона ВТ [41]

Температура P_R составляет ~300 °С в двойном сплаве Al-5Mg и ~270 °С в сплавах с

Mn (рис. 3.9а,б). Изменение твердости (рис.3.10а) и микроструктурные исследования (рис.3.11) подтверждают, что при температурах 270-300 ºС начинается интенсивная рекристаллизация. Температура половинного снижения твердости составляет ~285 ºС для двойного сплава и ~265 ºС для сплавов с Mn, что близко к температуре P_R.

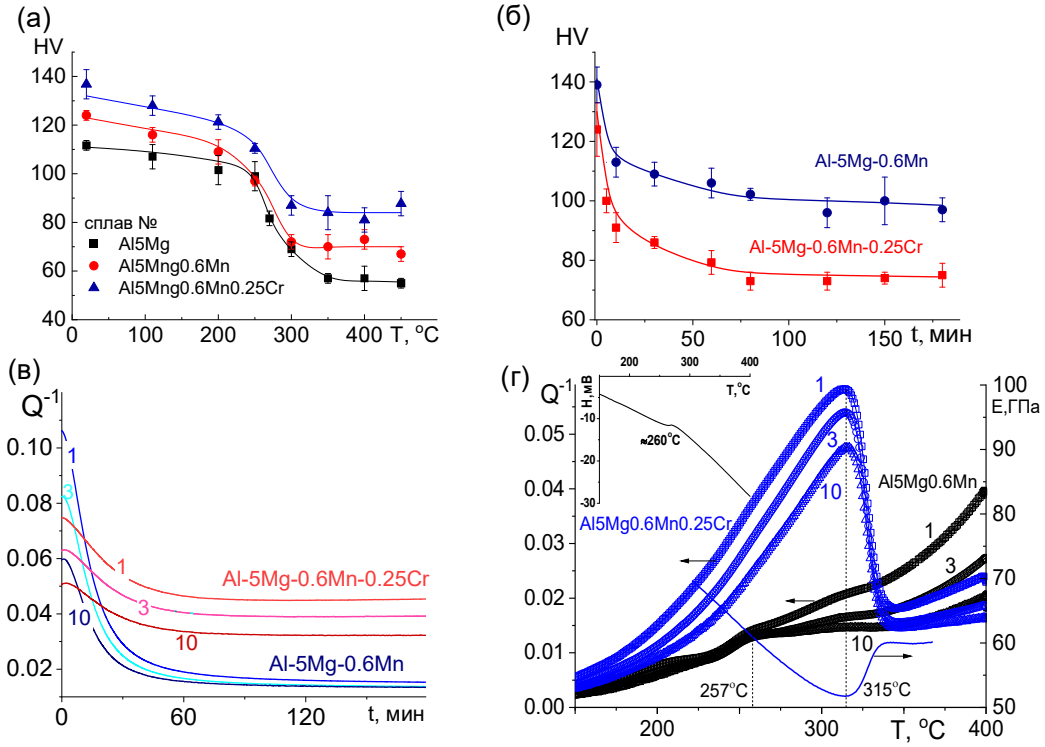


Рисунок 3.10 - Зависимости твердости от (а) температуры и (б) времени отжига при 267 ºС и (в,г) зависимость внутреннего трения от времени отжига (цифрами на кривых указана частота колебаний в Гц) для сплавов Al-5Mg, Al-5Mg-0.6Mn, Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr [41]

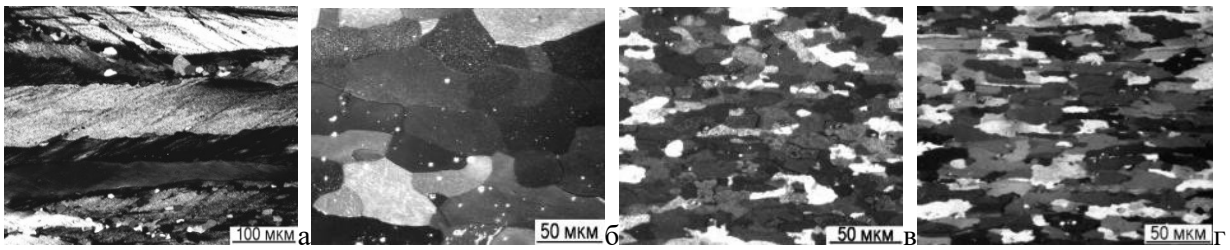


Рисунок 3.11 - Микроструктура сплава (а, б) Al-4.9Mg (в) Al-4.9Mg-0.6Mn и (г) Al-4.9Mg-0.6Mn-0.25Cr после 20 минут отжига при 300 ºС (а, в, г) и 350 ºС (б) [41]

После 20 минут выдержки при 280-300 ºС рекристаллизованные зерна в двойном сплаве обнаружены только в деформационных полосах (рис. 3.11а), сплав полностью рекристаллизуется при 350 ºС (рис. 3.11б). В сплавах с Mn новые зерна наблюдали в областях деформационных полос после 20 минут отжига при 250 ºС, а при температуре 300 ºС сплавы уже имели рекристаллизованную структуру (рис. 3.11в,г). Т.е., легирование Mn снижает температуру начала рекристаллизации по сравнению с двойным сплавом.

Данный эффект Mn – следствие более высокого термодинамического стимула рекристаллизации в присутствии частиц вторых фаз ввиду изменения дислокационной структуры. Во-первых, больше плотность дислокаций после прокатки и нагрева до

температуры начала рекристаллизации в присутствии дисперсоидов, сдерживающих движение дислокаций и дополнительно ограничивающих возврат. В результате увеличивается число зародышей рекристаллизации и температура начала рекристаллизации снижается, что согласуется с [233]. В пользу повышенной стабильности дислокационной структуры говорит уменьшение уровня фона до температуры псевдо-пика с увеличением *f/d* для дисперсоидов (рис.3.9). Во-вторых, кроме дисперсоидов, в сплавах присутствует малая доля (1%) частиц $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ фаз, имеющих кристаллизационное происхождение и размер ~1 мкм, т.е. может работать механизм стимулирования рекристаллизации крупными частицами. Таким образом, в данных сплавах, несмотря на средний размер менее 100 нм, частицы второй фазы обеспечивают снижение температуры начала рекристаллизации, а не сдерживают рекристаллизацию.

Кинетики изменения твердости и фона ВТ для сплавов с Mn (временные зависимости внутреннего трения ВЗВТ) при температуре 267 ºС вблизи максимума псевдо-пика согласуются (рис. 3.10 б,в). Уменьшение ВТ и твердости обусловлено уменьшением плотности дислокаций в сплаве во время изотермического отжига, который приводит к рекристаллизации в течение 1 ч выдержки. В сплаве Al-5Mg без частиц при данной температуре протекает только возврат и фон ВТ меняется значительно слабее (рис.3.3д). В сплаве с марганцем и хромом и меньшим размером дисперсоидов 45 нм значения ВТ снижаются существенно меньше, чем в сплаве только с марганцем и дисперсоидами 77 нм. Эффект объясним сохранением большей плотности дислокаций в присутствии более дисперсных частиц. Действительно после изотермических испытаний, т.е. отжига в течение 3 ч при 267 ºС, на ТЗВТ в сплаве только с Mn P_R-пика не наблюдали, так как сплав рекристаллизовался полностью. В сплаве с Mn и Cr P_R-пик появляется, но при более высокой температуре – 315 ºС (рис.3.10г), вследствие частичной рекристаллизации и снижения термодинамического стимула в результате первого нагрева. Таким образом, ТЗВТ показывает, что введение Cr в сплав Al-Mg-Mn и уменьшение среднего размера дисперсоидов с 80 до 45-50 нм замедляет кинетику рекристаллизации. В процессе 3 часов отжига при 267 ºС сплав Al - 4.9 Mg - 0.6 Mn рекристаллизуется полностью, а сплав Al - 4.9 Mg - 0.6 Mn - 0.25 Cr только частично и при его повторном нагреве температурный порог рекристаллизации повышается на 45 ºС.

Кривые ТЗВТ и кинетика рекристаллизации серии сплавов с 3%Mg и большим содержанием марганца (1.1-1.2 %) также зависят от параметров дисперсоидов. В данных сплавах частицы кристаллизационного происхождения имеют повышенную долю ~2.5%. Как и в прочих сплавах, положение максимума псевдо-пика P_R близко к температуре половинного снижения твердости (рис.3.12).

В сплавах с дисперсоидами размером ~47-80 нм P_R ~300 °C (рис.3.12в,г). Действительно, по данным ДОЭ и ПЭМ при этой температуре формируются зерна, окруженные ВУГ (рис.3.13б,г). При 400 °C сплавы с 3 и 5 %Mg рекристаллизуются полностью (рис.3.14г-е) [96].

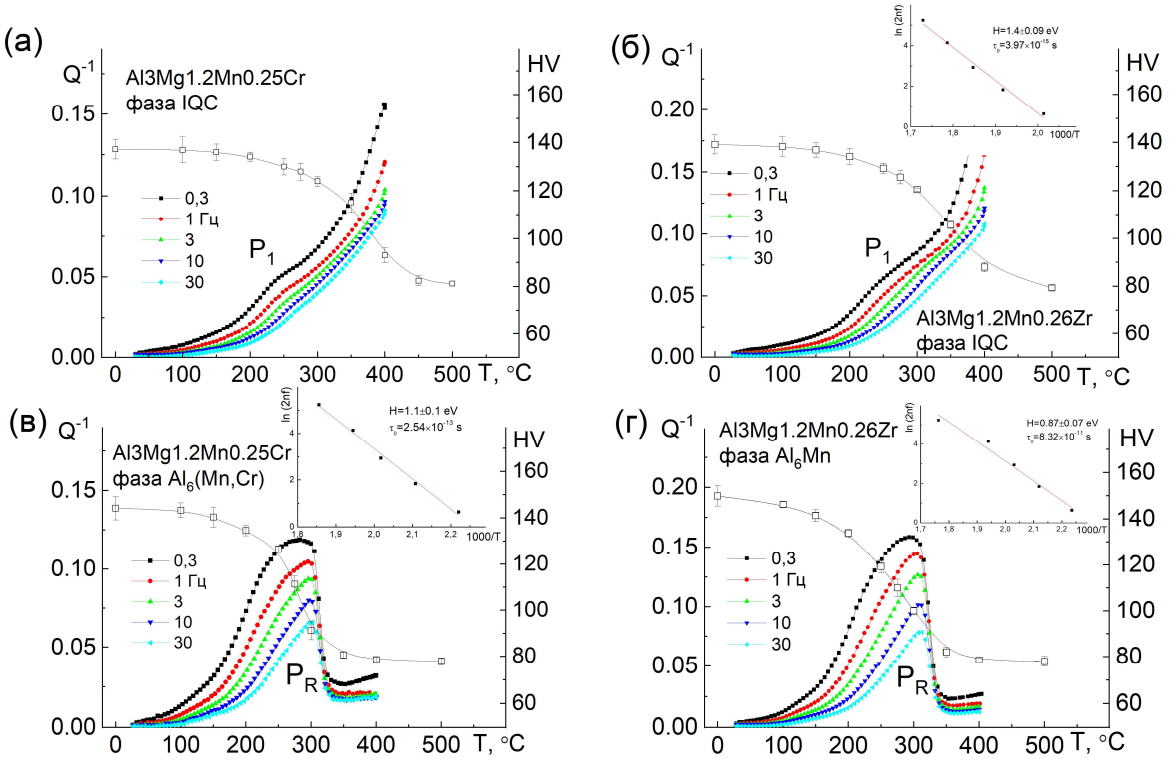


Рисунок 3.12 - ТЗВТ при нагреве со скоростью 3К/мин до 400 °C и зависимости твердости от температуры отжига сплавов (а,в) Al3Mg1.2Mn0.25Cr и (б,г) Al3Mg1.2Mn0.26Zr; врезки графики Аррениуса для низкотемпературного фона ВТ, Р1 пик и P_R псевдо-пик рекристаллизации обозначены у кривых [47]

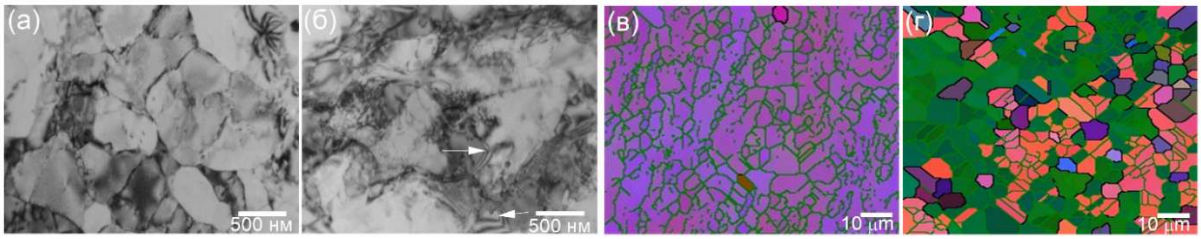


Рисунок 3.13 - (а,б) ПЭМ структура сплава Al3Mg1.2Mn0.26Zr (в, г) ДОЭ карты распределения границ зерен сплава Al3Mg1.2Mn0.25Cr после отжига при 300 °C, 30 мин (а,в) полученных с применением низкотемпературного отжига слитка и дисперсоидами I фазы и (б,г) высокотемпературного отжига слитка и дисперсоидами Al_6Mn/ $Al_6(Mn,Cr)$ фаз; зеленые линии - МУГ <15° , черные ВУГ >15° [47]

В сплавах с I-фазой ~30 нм температура начала рекристаллизации повышается и псевдо-пик не обнаруживается до 400 °C (рис.3.12а,б), что согласуется с данными твердости (черные кривые с выколотыми точками на рис. 3.12). Формируется субзеренная структура без признаков рекристаллизации при 300 °C (рис.3.13а,в) и 400 °C (рис.3.14а-в). Таким образом, легирование Mn способно повысить температуру начала рекристаллизации магналиев в случае формирования дисперсоидов I-фазы с размерами около 30 нм, что важно

с точки зрения прочностных свойств сплавов.

Значения измеренной энергии активации низкотемпературного фона ВТ (в деформированном состоянии) H_b = 0.9-1.1 эВ и характеристического времени релаксации τ_{b0} = 10^{-11}-10^{-13} с для образцов с частицами $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ типичны для движения дислокаций в Al и близки к данным для сплава без дисперсоидов с 3Mg (Таблица 3.1). Для сплавов с I-фазой значения энергии активации выше $H_b \approx 1.5$ эВ и время релаксации короче $\tau_{b0} \approx 10^{-15}$ с. Значения указывают на то, что ввиду формирования стабильных конфигураций МУГ и закрепления дислокаций дисперсными частицами вклад точечных дефектов усиливается, что согласуется с работами Конга [241–245].

Таблица 3.1. Параметры фона внутреннего трения при нагреве

Сплав	Al3Mg1.2Mn0.25Cr		Al3Mg1.2Mn0.26Zr	
Дисперсоиды, нм	30	47	30	70
Эффективная энергия активации низкотемпературного фона ВТ, эВ	1.5±0.2	1.1±0.1	1.4±0.1	0.9±0.1
Характеристическое время релаксации, с	$1\cdot10^{-15}$	$2\cdot10^{-13}$	$4\cdot10^{-15}$	$8\cdot10^{-11}$
Температура максимума псевдо-пика P_R, °C	-	296	-	298
Продольный размер зерна после отжига при 400 °C, 30 минут, L, мкм	н/р	12±1	н/р	14±1
Поперечный размер зерна после отжига при 400 °C, 30 минут, S, мкм		7.4±0.5		6.6±0.5
Фактор формы зерна F		*1.6*		*2.1*

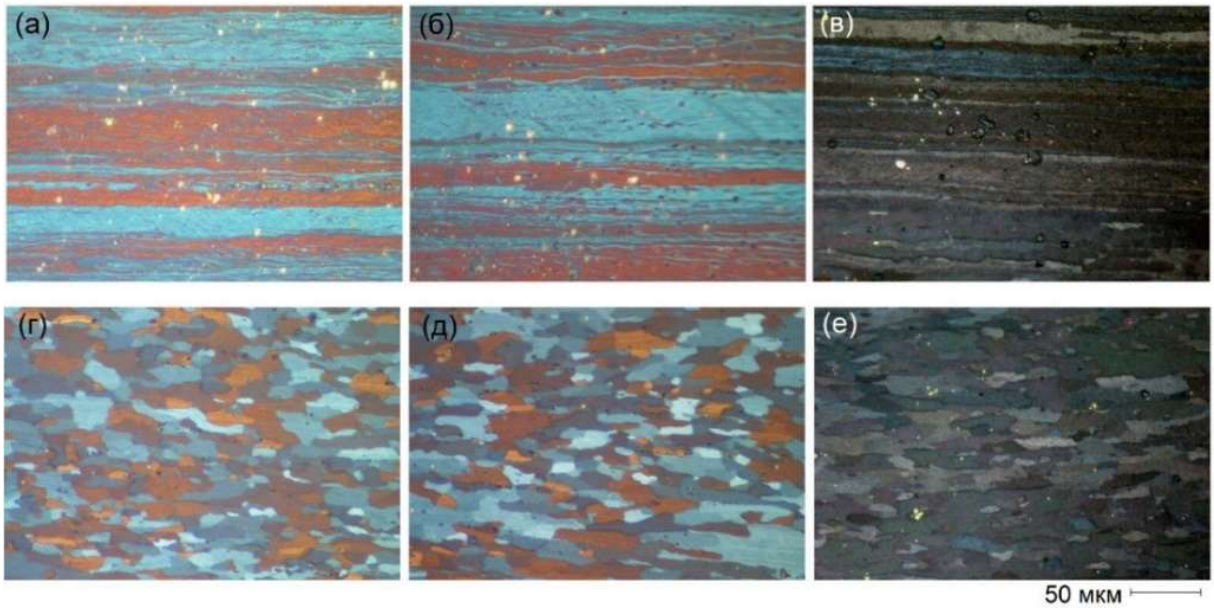


Рисунок 3.14 - Зеренная структура в листах после рекристаллизационного отжига при 400 °C сплавов (а,г) Al3Mg1.2Mn0.25Cr [47], (б,д) Al3Mg1.2Mn0.26Zr [47] (в,е) Al5Mg1.2Mn [96], полученных с предварительным гомогенизационным отжигом в течение 8 часов при (а-в) 350-360 °C и I-фазой и (г-е) после отжига при 450-460 °C с дисперсоидами $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ фаз

В сплаве с дисперсной I фазой размером ~30 нм происходит формирование более гомогенной дислокационной структуры при прокатке [171], а при нагреве формируются стенки дислокаций и малоугловые границы зерен, закрепленные дисперсоидами.

Подвижность дислокаций снижается, а мест формирования зародышей новых зерен недостаточно для начала рекристаллизации, что находит отражение в изменении активационных параметров фона ВТ. Возврат в этом случае, как и в сплавах Al-Ni с малолегированным твердым раствором и 7-10% частиц d=300 нм, снижает стимул рекристаллизации и P_R пик не обнаруживается до 400 °С. В таком случае можно ожидать рекристаллизацию по непрерывному механизму через коалесценцию субзерен при более высоких температурах. Дисперсоиды $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ средним размером 45-77 нм формируют ячеистую дислокационную структуру при прокатке, что снижает температуру начала рекристаллизации и инициирует ее протекание скорее по прерывистому механизму с зарождением зерен в стенках ячеек и вблизи крупных частиц, согласно анализу микроструктуры.

Снижение уровня низкотемпературного фона ВТ ввиду возврата в сплавах с I-фазой позволяет выявить присутствие низкотемпературного термически активируемого пика P1 при 250-300 °С с небольшой степенью релаксации (рис. 3.12 а, б). Исходя из структуры сплавов и температуры проявления, данный эффект имеет скорее всего дислокационную природу [246] и может быть результатом, в том числе, релаксации по малоугловым границам, т.е. стенкам из дислокаций, в присутствии растворенных атомов и дисперсных частиц [245]. Надежно определить параметры данного эффекта невозможно из-за быстрого подъема уровня фона с повышением температуры. Аналогичный пик выявляется в сплавах с Al-Mg-Zr-Sc, имеющих субзеренную структуру в присутствии более дисперсных частиц $L1_2$ -фазы, и в сплавах Al-Ni без магния с частицами 300 нм при их доле 7-10 %. Уровень фона в образцах с высокой плотностью распределения дисперсоидов $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ изначально значительно выше, и P1 пик в них может не выявляться и по этой причине.

3.1.4 Влияние дисперсоидов $L1_2$-фазы на процессы рекристаллизации

В данном подразделе представлены результаты анализа влияния дисперсоидов $L1_2$ фазы на процессы рекристаллизации на примере сплавов Al-3Mg-0.25Zr и Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc [78,87]. Как показано в Главе 2, параметры дисперсоидов $L1_2$-фазы зависят в первую очередь от температурно-временного режима отжига слитка. Образцы для исследования процессов рекристаллизации получали при помощи горячей и последующей холодной прокатки (~70 % обжатия) слитков, предварительно отожженных по различным режимам, а именно [87]:

режим №1 – 8 ч отжиг при 360 °С, в структуре наблюдаются только веерообразные выделения $L1_2$-фазы, результат прерывистого распада в сплаве с цирконием и выделившиеся непрерывно дисперсоиды размером 8 нм в сплаве со скандием и цирконием;

режим №2 – 8 ч при 420 °С, в структуре присутствуют веерообразные выделения и дисперсоиды $L1_2$-фазы размерами 12 нм;

режим №3 – двухступенчатый отжиг 360 °С, 4 ч и 420 °С, 4 ч, в структуре наблюдаются промежуточные (между режимом 4 и 2) значения плотности распределения дисперсоидов $L1_2$-фазы среднего размера 7 нм, образованные в результате непрерывного распада;

режим №4 – двухступенчатый отжиг на максимальную твердость 360 °С, 32 ч и 420 °С, 4 ч, обеспечивающий высокую плотность распределения в матрице дисперсоидов размером 7 нм;

режим №5 – 460 °С, 8 ч, использован для сплава со скандием, наблюдаются частицы $L1_2$-фазы среднего размера 12 нм.

Параметры дисперсоидов в сплавах, обработанных по указанным режимам, описаны подробно с использованием ПЭМ изображений в Главе 2.

Значения эффективной энергии активации H_b и характеристического времени релаксации $\tau_{0(\beta)}$ 10^{-11}-10^{-12} с для фона ВТ в деформированном состоянии (Q^{-1} = 0.0075) предполагают, что фон ВТ определяется подвижностью дислокаций (таблица 3.2).

Таблица 3.2 Рассчитанные параметры релаксационных процессов, формирующих фон внутреннего трения холоднокатаных образцов [87]

Сплав	Al-3Mg-Zr				Al-3Mg-Zr-Sc	
Режим отжига слитка	№1/350 °С (8ч)	№2/420 °С (8ч)	№3/350 + 420 °С (8ч)	№4/(350 °С, 32 ч + 420 С, 4 ч)	№1/350 °С (8ч)	№5/450 °С (8ч)
Изм.ЭА фона ВТ, H_b , эВ (Q^{-1} =0.075)	1.14±0.01	1.13±0.06	1.06±0.01	1.04±0.05	1.07±0.02	1.07±0.01
Время релаксации, $\tau_{0(b)}$, с	4×10^{-12}	4×10^{-12}	2×10^{-11}	2×10^{-11}	2×10^{-11}	2×10^{-11}
P_R,°С	358	358	350	-	-	-

На кривых ТЗВТ сплавов, обработанных по первым двум режимам, обнаружен P_R пик при ~360 °С, твердость при 250-400 °С снижается вдвое (рис.3.15а,б). Выделения $L1_2$-фазы малой плотности распределения, формирующиеся по механизму прерывистого распада твердого раствора на границах зерен, в результате отжига слитка в течение 8 часов при 350-420 °С (режимы №1,2), не сдерживают рекристаллизацию.

Фон ВТ при ~350 °С незначительно снижается в образце, обработанном по режиму №3 (рис. 3.15в) со средней плотностью распределения дисперсных частиц в матрице [87]. Псевдо-пик на кривой ТЗВТ при нагреве образцов с наибольшей плотностью $L1_2$-фазы (Al-Mg-Zr, режим №4, рис.3.15г) и для сплава Al-Mg-Zr-Sc не формируется (рис.3.15д,е), снижение твердости связано с возвратом. Данные анализа ВТ согласуются с анализом зеренной и дислокационной структуры образцов, отожженных при температурах 250 и 400 °С (рис. 3.16,3.17).

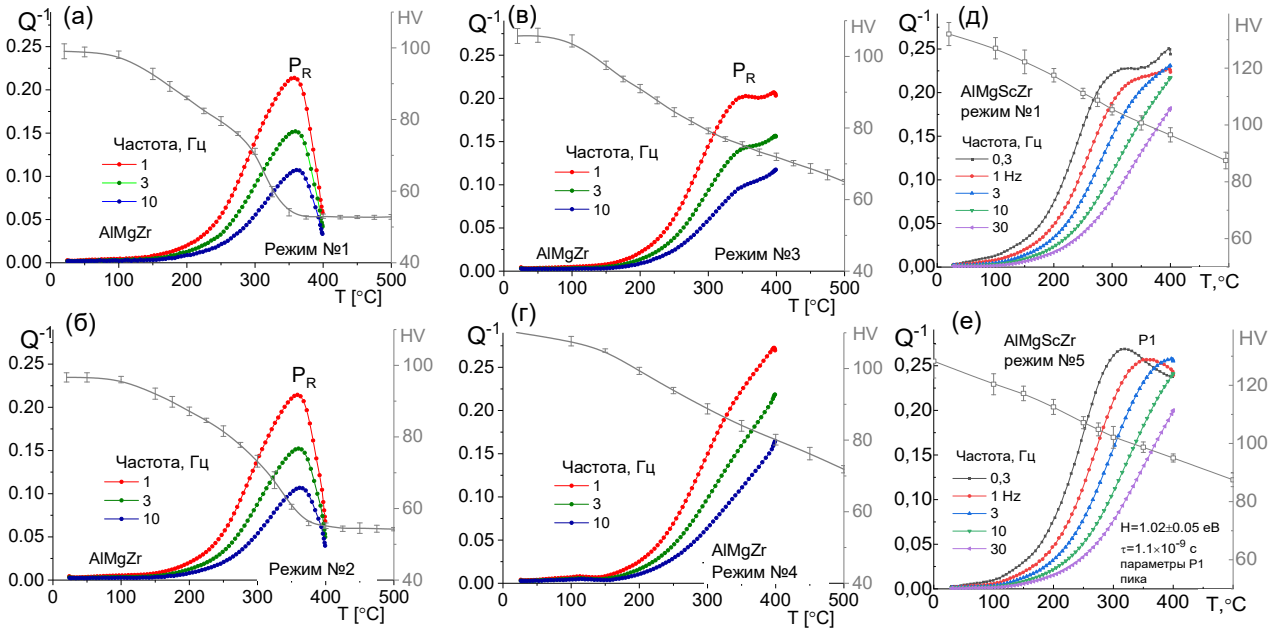


Рисунок 3.15 ТЗВТ при нагреве (левая шкала) и кривые твердости в зависимости от температуры отжига (30 мин, правая шкала) для холоднокатаных образцов сплавов Al-3Mg-0.25Zr обработанных по режимам №1 (а), №2 (б), №3 (в), и №4 (г) [87] и Al-3Mg-0.2Zr-0.1Sc обработанных по режимам №1 (д), №5 (е)

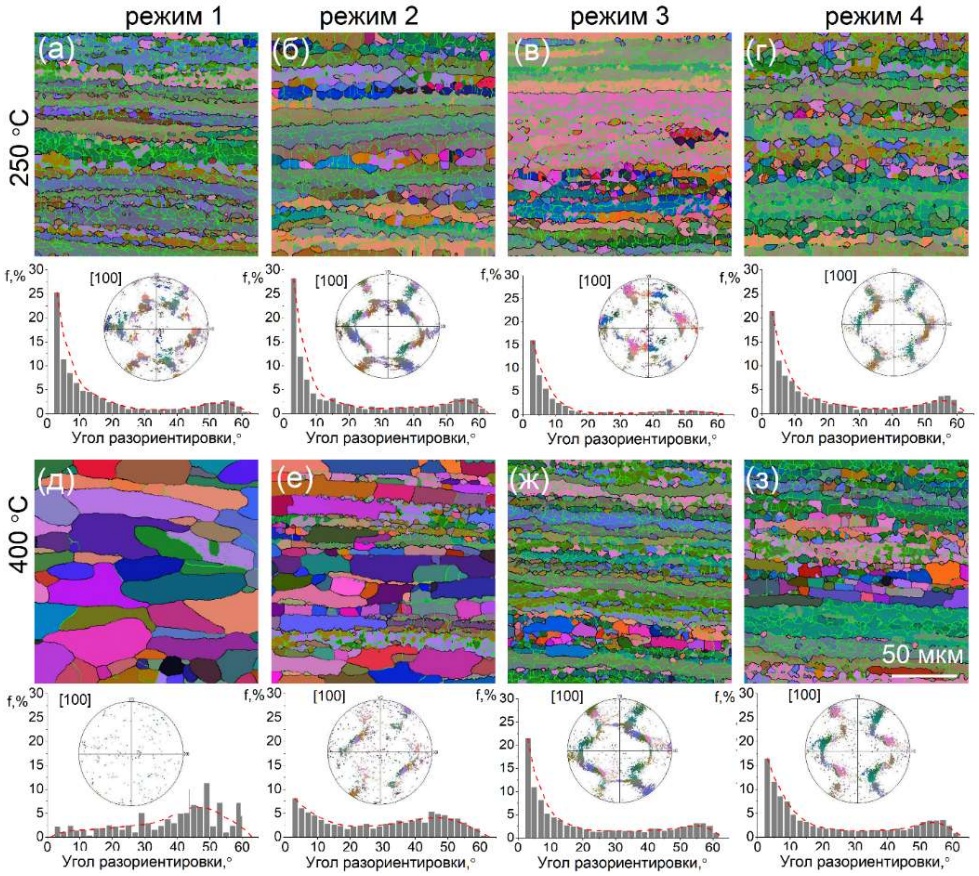


Рисунок 3.16- ДОЭ карты и распределение разориентировок ГЗ образцов сплава Al-3Mg-0.25Zr подвергнутого постдеформационному отжигу 30 минут при (а-г) 250 °C и (д-з) 400 °C с предшествующей гомогенизацией по режимам (а, д) 1, (б, е) 2, (в, ж) 3 и (г, з) 4; черные линии ВУГ, зеленые линии МУГ [87]

При температурах ниже P_R (при 250 °C) сохраняется субзеренная структура во всех сплавах с размером субзерен ~1 мкм (средний угол разориентировки ГЗ 9-10°) (рис.3.16 а-

г). После отжига при 400 °С, в образце с выраженным P_R пиком и веерообразными выделениями (режим №1,2), доля рекристаллизованной структуры 60-90 % (рис. 3.16д,е), тело зерен практически свободно от дислокаций (рис.3.17а,б). Двухступенчатые режимы, благодаря высокой плотности дисперсных частиц, обеспечивают доминирование субзеренной структуры с долей рекристаллизованных зерен <18 % (рис.3.16ж,з, 3.17в,г), что согласуется с отсутствием P_R-пика.

По данным ПЭМ, средний размер субзерен в сплаве Al-3Mg-0.25Zr 0.7±0.2 мкм, в сплаве Al-3Mg-0.2Sc-0.2Zr 0.5±0.2 мкм. При этом в сплаве со скандием размер субзерен слабо зависит от режима обработки (рис.3.17д,е). В сплаве со Sc (рис.3.15д,е) также выявлен термически активируемый пик ВТ Р1, связанный с релаксацией по малоугловым границам, который будет разобран в разделе 3.2.

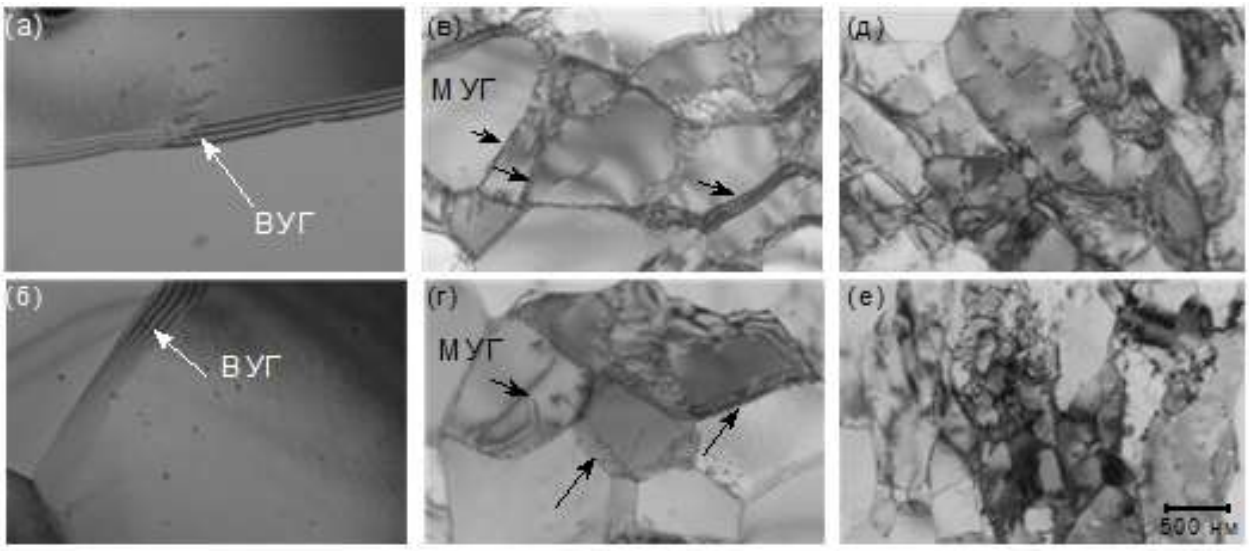


Рисунок 3.17 - ПЭМ структура после постдеформационного отжига при 400 °С 30 мин образцов сплава Al-3Mg-0.25Zr, предварительно отожженных по режимам (а) 1, (б) 2, (в) 3 и (г) 4; белые стрелки на (а) и (б) показывают ВУГ, черные стрелки на (в) и (г) МУГ и дислокационные стенки

3.1.5 Сплавы с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам

Из группы сплавов с псевдоматричным типом структуры сравнивали несколько сплавов, листы которых получены с обжатием при холодной прокатке ~70 %:

(1) сплав Al-4.8Mg-1.4Mn-0.1Cr-0.1Zr с бимодальным распределением по размерам частиц фазы $Al_6(Mn,Cr)$ – 3% (около-микронных частиц и дисперсоидов среднего размера 45±2 нм); Два сплава аналога с близкой долей и размером частиц вторых фаз (2а) Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.1Cr-0.1Zr и (2б) Al4.5Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.1Cr-0.1Zr с 5-6% частиц фаз $Al_{10}Fe_2Ce/Al_{11}Ce_3$ или Al_9FeNi размером 0.8-1.1 мкм и дисперсоидами $Al_6(Mn,Cr)$ d=42 нм (данные сплавы содержали небольшую долю $L1_2$ частиц, d~12 нм); (3) сплав Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc с 6% частиц Al_9FeNi размером около 1 мкм и повышенной плотностью распределения $L1_2$ дисперсоидов с d~10 нм; (4) сплав Al-3.5Cu-1.3Mg-1Fe-1Ni-

0.2Zr с 7% частиц фазы Al_9FeNi размером 1.5±0.2 мкм и дисперсоидами $L1_2$ -фазы d=10-13 нм (типа АК4-1).

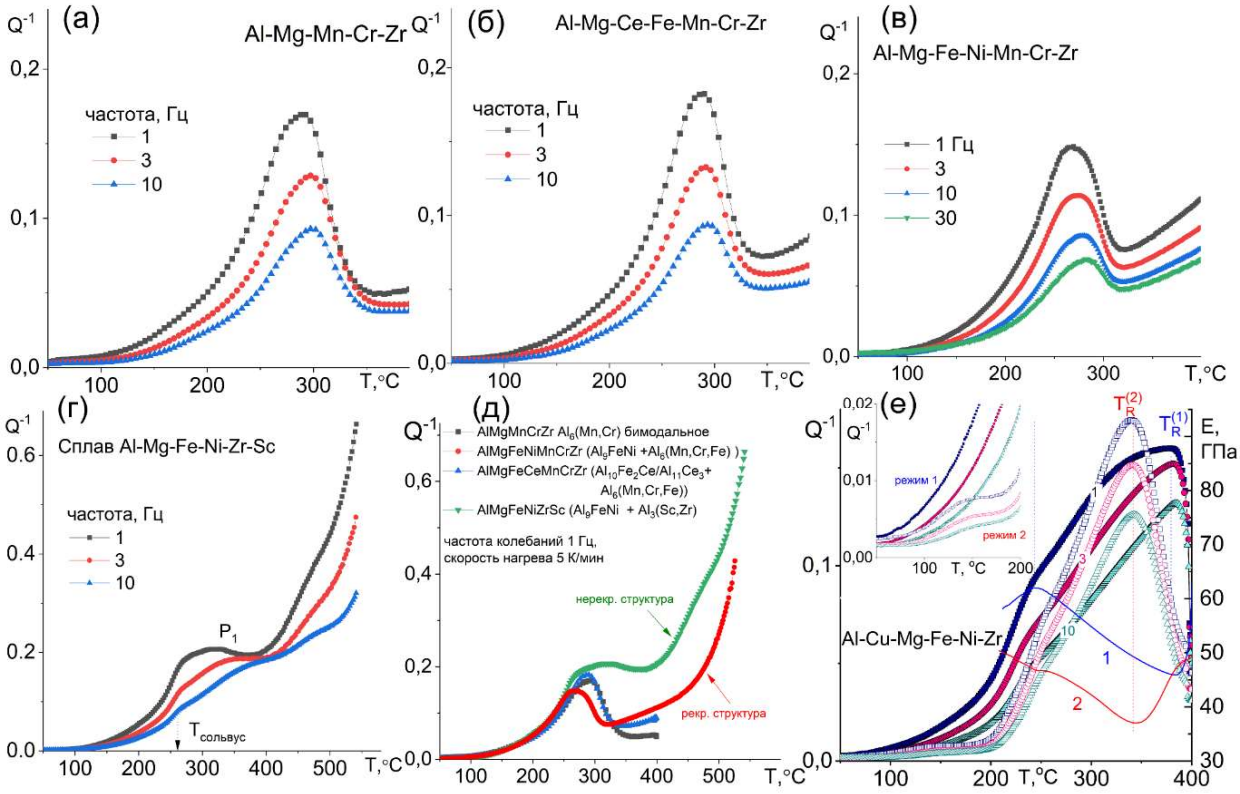


Рисунок 3.18 – Температурные зависимости внутреннего трения холоднодеформированных образцов сплавов (а) Al4.8Mg1.2Mn0.1Cr0.1Zr, (б) Al4.8Mg0.6Fe1Ce0.6Mn0.1Cr0.1Zr [116], (в) Al4.8Mg0.6Fe0.9Ni0.6Mn0.1Cr0.1Zr, (г) Al4.8Mg0.6Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc, (д) сравнение ТЗВТ данных сплавов при частоте 1 Гц, (е)Al-3.5Cu-2Mg-1Fe-1Ni-0.2Zr [38]

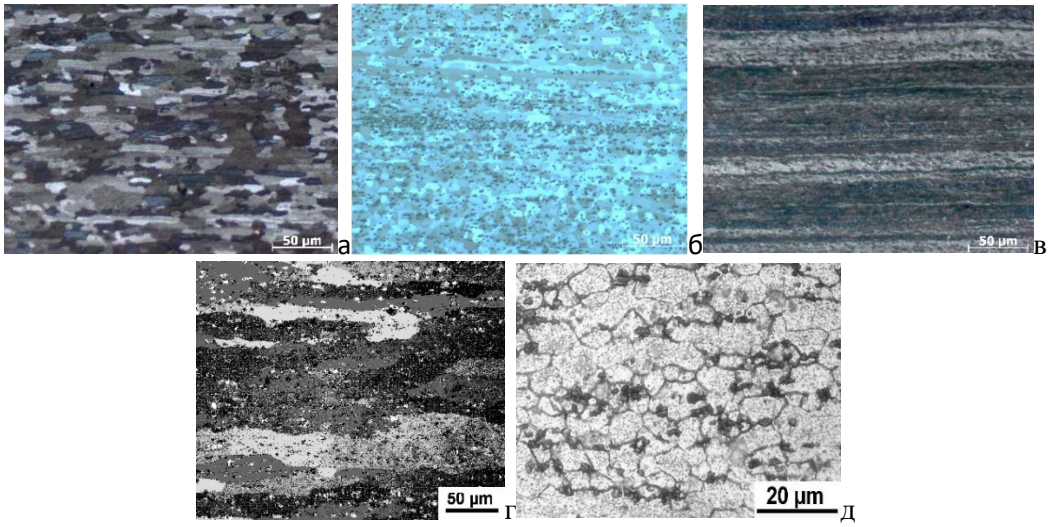


Рисунок 3.19 - Зеренная структура сплавов (а) Al4.8Mg1.2Mn0.1Cr0.1Zr, (б) Al4.8Mg0.6Fe1Ce0.6Mn0.15Cr0.1Zr после 30 минут отжига при 450 °C (в) Al4.8Mg0.6Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc, (г,д) Al3.5Cu1.3Mg1Fe1Ni0.2Zr, полученного по технологии: (г) без и (д) с промежуточным отжигом [38]

Для сплавов с крупными частицами и $Al_6(Mn,Cr)$ дисперсоидами, и малой фракцией $L1_2$-фазы псевдо-пик рекристаллизации наблюдали при 290-310 °C (рис.3.18) после отжига

выше 350 °С в сплавах формировалась практически рекристаллизованная структура (рис. 3.19 а,б). Т.е. наличие наноразмерных дисперсоидов $L1_2$-Al_3Zr фазы повысило температуру начала рекристаллизации по сравнению со сплавами только с $Al_6(Mn,Cr)$ дисперсоидами близкой доли и размеров при той же степени холодной деформации (70 %).

Для сплава Al4.8Mg0.9Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc с крупными частицами Al_9FeNi размером 0.9 мкм и наноразмерными $L1_2$ $Al_3(Sc,Zr)$ дисперсоидами 10 нм фон ВТ сохраняет высокие значения до температуры 540 °С, а структура остается практически нерекристаллизованной (рис.3.18г,3.19в). Различия в поведении сплавов с дисперсоидами размерами ~10 и 45 нм продемонстрированы на рис. 3.18д для одной частоты измерений.

Слабовыраженное снижение фона в сплаве с нерекристаллизованной структурой выявлено при 260-400 °С (рис.3.18г). Данный эффект можно разделить на два. Перегиб при температуре ~260 °С связан с растворением фазы Al_3Mg_2 и соответствует температуре сольвуса фазы в данном сплаве. Аналогичный перегиб был нами обнаружен в двойных сплавах Al-Mg с повышенным содержанием магния [119]. Второй пик - следствие термически активируемого явления релаксации по малоугловым границам (пик Р1), который наблюдали в сплаве Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc с высокой плотностью $Al_3(Sc,Zr)$ дисперсоидов и ряде других. Несмотря на присутствие крупных микронных частиц, благодаря высокой плотности распределения дисперсоидов $L1_2$-фазы $Al_3(Sc,Zr)$, рекристаллизация не проходит, и псевдо-пик рекристаллизации на ТЗВТ не выявляется.

Аналогичную бимодальную структуру имел сплав Al-3.5Cu-1.3Mg-1Fe-1Ni-0.2Zr типа АК4-1 с частицами Al_9FeNi и дисперсоидами $L1_2$ -фазы. ТЗВТ (рис. 3.18е) сравнивали в двух состояниях. В отсутствие промежуточного отжига (режим 1) в структуре сохраняются субмикронные частицы S-фазы (Al_2CuMg) и твердый раствор обеднен основными элементами Cu и Mg, тогда как кратковременный промежуточный отжиг (режим 2) растворяет эти частицы и обогащает матрицу Cu и Mg [38]. При нагреве образцов, полученных по второму режиму до температур ниже 300 °С фон ВТ ниже, чем по первому режиму, ввиду закрепления дислокаций атомами растворенных элементов или выделениями S-фазы, сформировавшихся в результате деформационного старения при холодной прокатке. В данном состоянии наблюдаем пикообразный эффект на ТЗВТ при температуре 150 °С (рис.3.18е, врезка), вероятно связанный с дораспадом твердого раствора. Псевдо-пик рекристаллизации (P_R) в состоянии 1 проявлялся при более высокой температуре, чем в состоянии 2, где стимул рекристаллизации оказался выше.

Состав твердого раствора перед прокаткой существенно влияет на зеренную структуру. Увеличение содержания растворенных атомов Cu и Mg повышает плотность дислокаций при прокатке, снижает температуру начала рекристаллизации, формируя

равноосную структуру с размером зерна 5±1 мкм (рис.3.19д) против грубых зерен с продольным размером 50±10 мкм в случае менее легированного раствора при обработке по режиму 1 (рис.3.19г).

Таким образом, метод ВТ дает дополнительные преимущества при объяснении процессов формирования зеренной структуры, важной с точки зрения достижения целей работы. Их можно обобщить следующим образом:

Исследован и интерпретирован псевдо-пик P_R, связанный с резким снижением плотности дислокаций при рекристаллизации в сплавах с разным составом твердого раствора и параметрами частиц вторых фаз. Предложена схема его формирования, рассмотрены особенности этого эффекта и особенности его проявления в сплавах с разной кинетикой возврата/рекристаллизации.

Рассчитанные по экспериментальным данным активационные параметры фона ВТ в холоднодеформированном состоянии для большинства сплавов типичны для релаксации за счет движения дислокаций [234,247]. Дислокационное происхождение фона ВТ в холоднодеформированном состоянии согласуется с формированием пика P_R за счет уменьшения плотности дислокаций при рекристаллизации. Температуру псевдо-пика P_R можно считать температурой начала рекристаллизации для данной скорости нагрева.

Как показывают результаты анализа температурных и временных зависимостей внутреннего трения и микроструктурного анализа на кинетику рекристаллизации сплавов твердых растворов влияет содержание магния/меди в растворе и степень деформации, а сплавов с частицами различной дисперсности, дополнительно влияет режим предварительной обработки – отжига слитков, который определяет плотность распределения и размер дисперсоидов, а также режимы промежуточных обработок, влияющие на параметры дислокационной структуры.

Вклад в кинетику рекристаллизации вносит твердорастворное упрочнение, наиболее выраженное для Mg и Cu [248]. Создаваемые поля упругих напряжений тормозят движение дислокаций при прокатке, способствуя росту плотности дислокаций и интенсифицируя в дальнейшем рекристаллизацию.

Согласно анализу ТЗВТ, температурному положению P_R и микроструктурному анализу температура начала рекристаллизации снижается с увеличением содержания магния, и дополнительно уменьшается в присутствии Mn-и Cr- содержащих частиц Al_6Mn/ ε-фазы размерами более 45 нм при их доле 0.1.

Малая плотность распределения $L1_2$-Al_3Zr фазы, выделяющейся в магналиях в случае кратковременных одноступенчатых режимов отжига слитков, повышает температуру P_R примерно на 100-110°С – до 350 °С. В присутствии I фазы с d=30 нм и

f~0.05, формирующейся после отжига 350-380 °С или высокой плотности распределения $L1_2$-фазы размерами ~10 нм, формирующейся при использовании двухступенчатых режимов отжига слитков магналиев, а также при *f*>0.07 и d= 300 нм для сплавов с малолегированным твердым раствором, доминирует возврат. В таком случае температура начала рекристаллизации превышает 400 °С, а в случае $L1_2$-фазы P_R не обнаруживается в исследуемом интервале температур ТЗВТ до 550 °С.

Ввиду меньшего уровня фона ВТ - небольшое снижение фона (слабовыраженный псевдо-пик) при нагреве наблюдается при ~200 °С в сплавах с магнием и высокой плотностью распределения дисперсоидов размерами от 10 до 30 нм, активационные параметры низкотемпературного фона ВТ в данном случае предполагают релаксацию по малоугловым границам. В данной температурной области формируется термически активируемый пик ВТ (Р1 пик), эффект можно связать с перестройкой дислокационной структуры и протеканием полигонизации в сплавах.

3.2 Релаксационные эффекты в отожженном состоянии

3.2.1 Влияние содержания магния на зернограничную релаксацию

Граница зерна является ключевым структурным элементом, который обеспечивает сверхпластичное состояние в сплавах. Соответственно, процессы, которые происходят на границах зерен, контролируют сверхпластическую деформацию и важны для понимания природы термической стабильности зеренной структуры, определяющей сверхпластичное состояние.

Нагрев до 400 °С обеспечивает рекристаллизованную структуру с размером зерна 190±10 мкм в А99, уменьшающимся до 43±7 мкм с увеличением содержания магния до 5%. В рекристаллизованном состоянии на ТЗВТ наблюдали термически активированный пик внутреннего трения (обозначен Р2), температурное положение максимума которого смещается с частотой в соответствии с соотношением $\omega\times\tau=1$. В А99 и Al - 0.3 %Mg (рис. 3.20а,б) Р2 пик регистрировался уже при первом нагреве выше температуры P_R.

Сопоставляя со справочными данными [235] значения энергии активации и характеристического времени релаксации (таблица 3.3), можно заключить, что Р2 эффект (рис.3.20) относится к группе эффектов, связанных с зернограничной релаксацией. Эта группа достаточно обширная [119], так как параметры ЗГ релаксации сильно зависят от содержания примесей, наличия частиц второй фазы, размера зерна, в том числе формирования «бамбуковой» структуры и т.д. Энергия активации и время релаксации, измеренные при нагреве и охлаждении для отожженных образцов Al и однофазных сплавов Al-0.3Mg и Al-1.5Mg близки (ТЗВТ на рис.3.20а-в, данные в таблице 3.3). Близкие значения

этих параметров также получены для сплава Al-3Mg, в котором доля второй фазы Al_3Mg_2 небольшая (<2%) и сольвус находится при ~180 °C, т.е. ниже максимума P2 пика для данного сплава (рис.3.20г).

Иная картина наблюдается в сплаве с 5%Mg. При медленном охлаждении в равновесных условиях он может содержать до 5% β-фазы (Al_3Mg_2), а ее сольвус (~260 °C) приходится как раз на область максимума пика P2 при измерениях на низких частотах. Поскольку с повышением частоты пик P2 смещается в сторону более высоких температур, влияние β-фазы наиболее заметно именно при низких частотах. Во время нагрева выделения β-фазы образуются на ГЗ и частично подавляют низкотемпературную ветвь пика, из-за чего он становится асимметричным (рис.3.20е). При охлаждении β-фаза не успевает выделиться и пик P2 имеет более симметричную в координатах «Q^{-1}–1/T», близкую к дебаевской форме (рис.3.20ж).

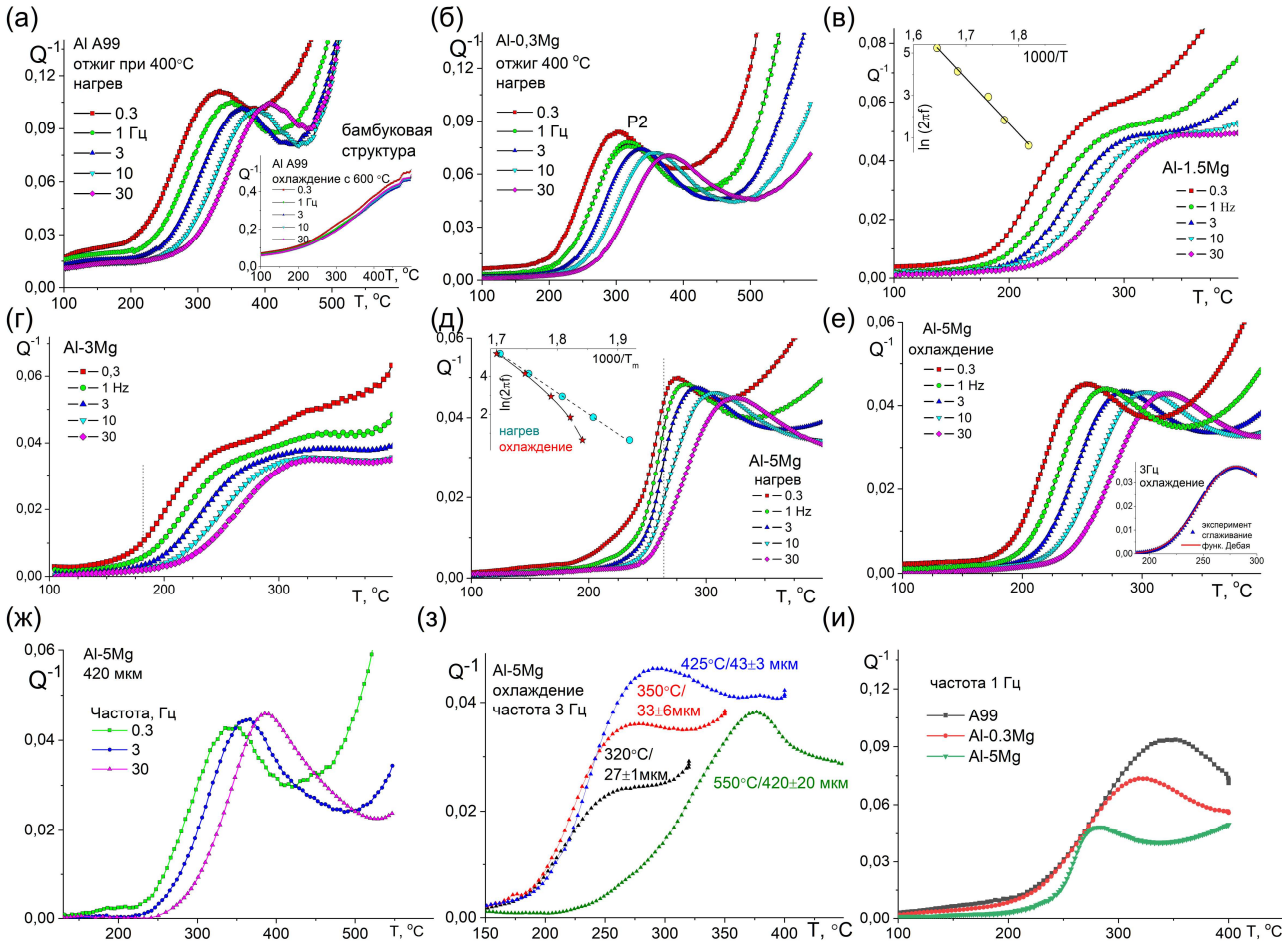


Рисунок 3.20 - ТЗВТ рекристаллизованных образцов (а) Al (A99) и сплавов Al-Mg (б) 0.3%, (в) 1.5% (г) 3% (д-з) 5%Mg (ж,з) сплав с 5%Mg охлажденный с разных температур ТЗВТ с разным размером зерна (размер зерна указан на графиках), (и) сравнение положения ЗГ пика в зависимости от состава сплава при охлаждении с температуры 400 °C [119]

В отожженном чистом алюминии, при охлаждении на ТЗВТ после нагрева до 600 °C пика P2 не наблюдали ввиду формирования «бамбуковой» структуры – размер зерна

достигает толщины листа, границы зерен выходят на поверхность образца и закреплены. Существенно подавляется пик и в магналиях при увеличении размера зерен после высокотемпературных нагревов.

Температура максимума пика закономерно смещается в сторону больших значений с ростом зерна. В Al-5Mg размер зерна увеличивается на порядок - с 43 мкм при 400 °С до 420 мкм при 550 ºС. Максимум ЗГ пика Р2 в данном случае смещается с 270 до 350 °С, при 1 Гц (рис. 3.20з), а его эффективная энергия активации значительно повышается с 1.9 до 2.7 эВ. Время релаксации, оцененное на Аррениусовской зависимости, принимает на порядки меньшее значение - 3×10^{-23} с, фактически лишенное физического смысла, что также может быть связано с ограничением подвижности границ зерен в равновесном состоянии, часть из которых выходит на поверхность образца. Строго говоря, измеренные активационные параметры пика Р2 в двойных сплавах (таблица 3.3) не соответствуют ни дислокационной релаксации, так как полученные значения на порядки меньше характерного времени релаксации $\tau_0 \approx 10^{-11...-15}$ с (что зависит от угла разориентировки), ни значениям энергии активации диффузии атомов Al и Mg, ни чисто ЗГ релаксации в Al, из-за относительно высокой энергии активации около 2 эВ.

Таблица 3.3. Активационные параметры пика Р2 (пика зернограничной релаксации) (200-400 °С) при нагреве/охлаждении отожженных образцов сплавов Al-Mg [119]

Сплав/измерение	Размер зерна, мкм	H, эВ	τ_0, с	β_τ (1 Гц)	$\lvert\beta_{\tau 0}\rvert$	$\lvert\beta_H\rvert$	Q_m^{-1} (1 Гц)	Δ
A99 (99.99Al)	190±10	1.7±0.1	9×10^{-15}	3.60	0.40	0.20	0.070	0.33
Al-0.3Mg								
нагрев	90±10	2.0±0.1	9×10^{-19}	3.83	0.42	0.214	0.056	0.28
охлаждение		2.0±0.1	3×10^{-19}	4.41	7.99	0.612	0.052	0.30
Al-1.5Mg								
нагрев	70±6	2.2±0.1	2×10^{-21}	5.91	5.90	0.574	0.035	0.25
охлаждение		2.2±0.1	3×10^{-21}	5.37	2.37	0.365	0.035	0.23
Al-3Mg								
нагрев	60±8	1.7±0.2	2×10^{-17}	-	-	-	0.035	-
охлаждение		1.7±0.1	4×10^{-17}	-	-	-	0.034	-
Al-5Mg								
Охлаждение	43±7	1.8±0.1	1×10^{-19}	4.35	6.3	0.50	0.035	0.19
Охлаждение*	420±50	2.7±0.3	3×10^{-23}	-	-	-	0.04	-

*охлаждение с температуры 550 °С

Широкое распределение частотного фактора β_τ ($\beta\tau = 3.6–5.9$ при $fm = 1$ Гц) свидетельствует о том, что в процессе релаксации участвуют трансформации как на атомном, так и на дислокационном уровнях: зернограничное скольжение приводит к движению дислокаций вблизи границ зерен, возникают скооперированные перемещения атомов на самой границе, поэтому и пик внутреннего трения также отражает рассеяние энергии за счет совокупности механизмов и процесс релаксации нельзя интерпретировать

в рамках одного простого механизма [249]. Существование отличных от равновесных положений атомов на границах зерен, зернограничных дислокаций и дислокаций различной длины и приводит к появлению широкого спектра времен релаксации.

Точка зрения кооперативного механизма ЗГ релаксации нашла подтверждение в работах Конга [241–245,250]. Согласно развитой им с соавторами теории Нгаи [251,252] о кооперативных атомных процессах, податливость скоррелированного релаксационного процесса на ГЗ описывается растянутой экспонентой, учитывающей взаимодействие между элементарными актами релаксации (ур.3.1). При n=0 элементарные акты процесса релаксации на ГЗ проходят независимо. Если элементарные акты релаксации, например, атомные прыжки на ГЗ или движение дислокаций, формирующих МУГ, зависят один от другого (скоррелированный и кооперативный релаксационный процесс), то значения n лежат в интервале $0<n<1$ и могут быть получены методом компьютерного моделирования экспериментальных данных. В этом случае экспериментальные значения энергии активации и времени релаксации (в уравнениях (3.6, 3.7) со звездочками) связаны с истинными значениями [250]:

$$H^* = (1 - \mathrm{n}) \cdot H \tag{3.6}$$

$$\tau_0^* = t_c^n \cdot \tau_0^{(1-n)}, \tag{3.7}$$

где t_c - 5×10^{-13} с.

Анализируя результаты, полученные методом ВТ в рамках модели Нгаи-Конга по этим параметрам, с независимыми, например, диффузионными данными, можно судить о степени скоррелированности атомных процессов ЗГ релаксации. Параметр корреляции ЗГ релаксации в отожженном состоянии $n \approx 0.45$ (рассчитан Конгом для бикристалла Al) свидетельствует о том, что диффузионные перемещения одних атомов на границе зерна под напряжением вызывают перемещения других атомов (что и приводит к ‘завышенным’ значениям энергии активации) [241,242,244,245,250].

Параметр корреляции ($n \approx 0.45$ для 0.3Mg и $n \approx 0.54$ для 5Mg) позволяет на основе значений активационных параметров, представленных в таблице 3.3, оценить истинные значения энергии активации и частотного фактора зернограничной релаксации. С учетом пересчета по формулам 3.6 и 3.7, получены $H^* \approx 0.9$-1.1 эВ и $\tau_0^* \approx 10^{-13}$-$10^{-15}$с. Рассчитанные значения энергии активации зернограничной релаксации лежат между значениями энергии активации зернограничной релаксации для малоугловых (1.3-1.4 эВ) и высокоугловых (0.9-1.1 эВ) границ зерен в бикристаллах алюминия [245,250]. Время релаксации (τ_0^*) также значительно ближе к теоретическим предсказаниям Зинера и Кê $\tau_0 \approx 10^{-14}$ с для высокоугловых границ зерен [234].

С учетом кооперативного характера перемещения атомов на границах зерен при

приложении внешней нагрузки, энергия активации ЗГ релаксации удовлетворительно согласуется с активационными параметрами ЗГ диффузии Al и Mg в Al [253]. В магналиях следует говорить не о чисто ЗГ релаксации, а о примесной ЗГ релаксации, ввиду присутствия атомов Mg, сегрегирующих непосредственно на границе зерен [254].

Увеличение содержания Mg приводит к изменению взаимосвязанных параметров - уменьшению степени релаксации (Δ снижается с ~0.3 до ~0.23 с увеличением Mg с 0.3 до 1.5 %) и росту ширины пика. Энергия активации растет с увеличением Mg до 1.5 %, т.е. процесс ЗГ релаксации затрудняется. В сплавах с 3-5%Mg ЗГ релаксация, наоборот, облегчается (Н уменьшается), что объяснимо измельчением зерна и ростом удельной поверхности границ зерен.

3.2.2 Влияние частиц дисперсоидов на зернограничную релаксацию

Наличие ЗГ пиков, их высота, температурное положение и активационные параметры зависят от размера зерна, который в том числе определяется параметрами частиц. Дисперсные частицы закрепляют границы зерен и оказывают дополнительное влияние на процесс релаксации, т.е. степень ЗГ релаксации гетерогенных сплавов зависит не только от размера зерна и строения ГЗ, но и от сегрегаций атомов и наличия дисперсных частиц на границах зерен. В магналиях с дисперсоидами и рекристаллизованной структурой пик Р2 (рис.3.21-3.22) имеет максимум при более низких температурах, чем в двойных сплавах Al-Mg.

Если в сплавах Al-3Mg с зерном ~60 мкм Р2 пик проявляется при температурах ~270 °С (1 Гц), то при размере зерна ~30 мкм в сплавах с малой долей $L1_2$-фазы, Р2 пик смещается к 250 °С (рис.3.21 а,б). В сплавах с высокой плотностью распределения дисперсоидов фаз $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ средним размером 45-77 нм и зерном ~8-13 мкм пик расположен при ~170 °С (рис. 3.21 б, в). Высота пика Р2, которая коррелирует со степенью релаксации, тем меньше, чем дисперснее частицы.

Р2 пик после вычитания фона демонстрирует симметричную Дебаевскую форму (врезки на рис. 3.21а,б). Значения измеренной энергии активации в сплаве Al-3Mg-0.25Zr составили H_{p2}~1.7эВ (таблица 3.4), т.е. аналогичны двойному сплаву Al-3Mg. При этом измеренная энергия активации снижается с 1.7 до 1.3-1.5 эВ с уменьшением размера зерна с 30-60 до ~14 мкм.

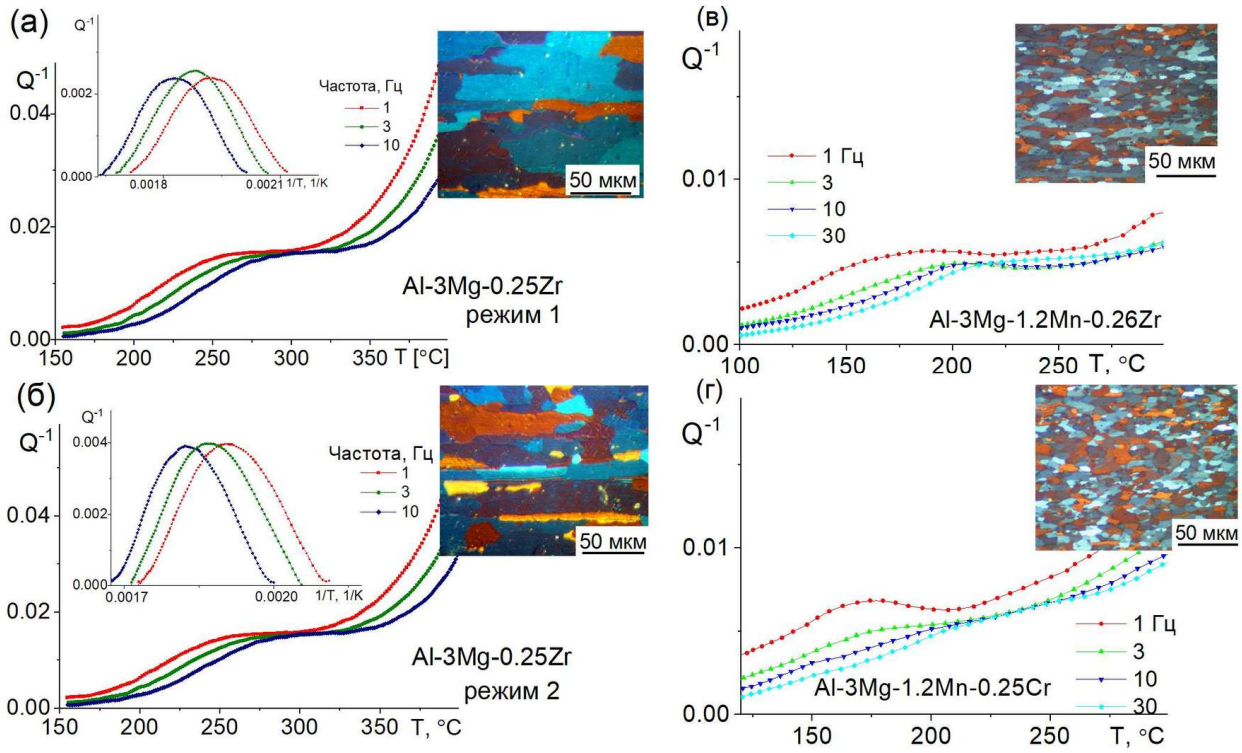


Рисунок 3.21 - Кривые ТЗВТ при охлаждении с 400 °С для образцов частично или полностью рекристаллизованных сплавов (а,б) Al-3Mg-0.25Zr, термомеханически-обработанного по режимам 1 (раздел 3.1.4) (а) и 2 (б) с малой долей $L1_2$-фазы, и сплавов (в) Al-3Mg-1.2Mn-0.26Zr и (г) Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr [47], полученных по режиму 5; врезки - ЗГ пик после вычитания фона и микроструктуры после 10 мин выдержки при 400 °С

После пересчета по уравнениям 3.6-3.7 для сложного релаксационного процесса на границах зерен в рекристаллизованных сплавах H^*_{p2}=0.95±0.1 eB, $\tau^*_{0(P2)}$ =5×10^{-16} -5×10^{-15} с. Значения энергии активации ЗГ релаксации близки к параметрам ЗГ самодиффузии Al (0.7-1.1 eV) [245] и согласуются с данными [244,250] для бикристалла Al, где энергия активации (H^*) ЗГ релаксации ВУГ зерен 0.9-1.1 eV и время релаксации 10^{-14}-10^{-15}с. Короткое характеристическое время релаксации, полученное в рекристаллизованном сплаве с $L1_2$-фазой (~10^{-16}) предполагает, что релаксация контролируется перескоками отдельных атомов. Это объяснимо более высокой силой Зинера в присутствии более дисперсных частиц $L1_2$ -фазы (размер которых в 3 раза меньше, чем для I-фазы).

Влияние размера зерна и подвижности границ зерен явно прослеживается при сравнении ТЗВТ сплавов с 5Mg: Al-5Mg-0.6Mn и Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr с частицами средних размеров ~77 нм и ~45 нм, соответственно (рис. 3.22). Как и в сплавах с 3Mg, с уменьшением размера зерна ввиду меньшего размера дисперсоидов пик смещается в сторону низких температур.

Высота пика ВТ определяется степенью релаксации на границах зерен, которая зависит от их подвижности. Степень зернограничной релаксации существенно уменьшается от Q_m^{-1} =0.04 (в крупнозернистом сплаве без дисперсоидов с 5Mg) до 0.02 и

до 0.008, в присутствии дисперсоидов ~77 нм и ~45 нм соответственно, что свидетельствует об уменьшении подвижности границ зерен ввиду их закрепления.

Таблица 3.4 – Активационные параметры ЗГ релаксации сплавов с разной зеренной структурой и частицами дисперсоидов ПМ

Сплав	Средний размер рекр. зерна, мкм	Средний размер субзерна, мкм**	Средний размер дисперсоидов, нм	Измеренная энергия активации ЗГ пика, $H_{P2/P1}$, эВ	Время релаксации ЗГ пика, $\tau_{0(P2/P1)}$, с	Q_m^{-1} (1 Гц)	T_{P2} при 1 Гц
Al-3Mg	60±8	-	-	1.7±0.2	2×10^{-17}	0.035	250
Al-3Mg-0.25Zr	30±5	-	7±1	1.7±0.2	3×10^{-18}	0.004	247
	14±5*	1.0±0.3*	9±1	1.7±0.2*	2×10^{-18}*	0.002*	248*
Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc	н/р	0.5±1	9±1	1.6 ±0.1**	4×10^{-15}**	0.046**	316**
	н/р	0.6±1	10±1	1.7 ±0.1**	1×10^{-15}**	0.054**	324**
Al-3Mg-1.2Mn-0.26Zr	10±3	-	74±7	1.30±0.07	8×10^{-17}	0.002	175
	н/р	0.7±2	30±4	1.4 ± 0.1**	4×10^{-15}**	0.033**	295**
Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr	9±2	-	47±5	1.30±0.05	3×10^{-17}	0.002	169
	н/р	0.7±2	30±3	1.4 ± 0.1**	8×10^{-15}**	0.03**	283**
Al-5Mg	43±7	-	-	1.8±0.1	1×10^{-19}	0.035	270
Al-5Mg-0.6Mn	13±2	-	87±9	1.5±0.1	1×10^{-16}	0.017	218
Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr	8.5±0.8	-	45±8	1.5±0.1	2×10^{-16}	0.005	199
Al-4.9Mg-0.6Mn-0.15Cr (закалка)	8.3±0.5	-	47±7	1.54±0.05	6×10^{-17}	0.009	206
Al-4.9Mg-0.6Mn-0.15Cr-0.7Zn (закалка)	7.9±0.3	-	48±7	1.41±0.04	5×10^{-17}	0.007	197

*- частично рекристаллизованная структура; ** - для сплавов с нерекристаллизованной структурой

Важным легирующим элементом сверхпластичных сплавов на основе алюминия является цинк, который, как и магний, способен образовывать зернограничные сегрегации [255–257]. В недавних работах группы проф. Р.З. Валиева [258,259] показано, что в сплавах с повышенным содержанием цинка и при получении заготовок с помощью ИПД проявляется низкотемпературная сверхпластичность благодаря выделению богатой цинком фазы по границам зерен, облегчающей ЗГС при низких температурах. Так как некоторые стандартные марки сплавов на основе Al-Mg могут содержать цинк в небольших количествах (менее 1%), представляет интерес анализ влияния малой добавки цинка на зернограничную релаксацию в магналиях. Для этих целей сравнивали ТЗВТ двух сплавов Al-5Mg-0.6Mn-0.15Cr (типа стандартного AA5083) и Al-5Mg-0.6Mn-0.15Cr-0.7Zn (рис.3.23). Средний размер зерна в исследуемом состоянии после 20 минут отжига при 0.97Тпл составлял 7.9±0.4 мкм и 8.3±0.3 мкм для сплавов без и с Zn, т.е. не отличался в пределах доверительного интервала.

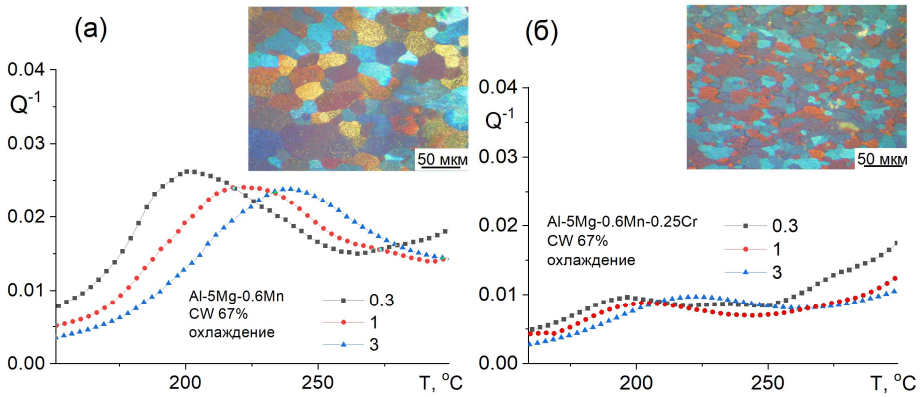


Рисунок 3.22 - Кривые ТЗВТ при охлаждении с 550 °С для образцов сплава (а) Al-5Mg-0.6Mn, и (б) Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr термомеханически-обработанных по режиму 5; врезки - микроструктуры после 10 мин выдержки при 550 °С [41]

При нагреве и охлаждении обоих сплавов выявлен пик Р2 при характерных температурах в области 200-210 °С (для 1 Гц). Пик имеет Дебаевскую форму в координатах Q^{-1}–1/T (рис.3.23в,е). Значения измеренной энергии активации пика H_{P2} составляют в сплаве без цинка 1.54±0.05 эВ и соответствуют полученным ранее в сплаве Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr близкого состава с аналогичным размером зерна. При введении цинка получены несколько более низкие значения 1.42±0.05 эВ. Величина характеристического времени релаксации (τ_0), в обоих сплавах ~10^{-17} с. Истинные значения H* составляют ~1 эВ и время релаксации 10^{-14} с, что согласуется с ЗГ релаксацией в алюминии по высокоугловым границам зерен. Отметим, что добавка Zn несколько снижает энергию активации Р2 пика, что предполагает облегчение ЗГ релаксации при его введении в магналии.

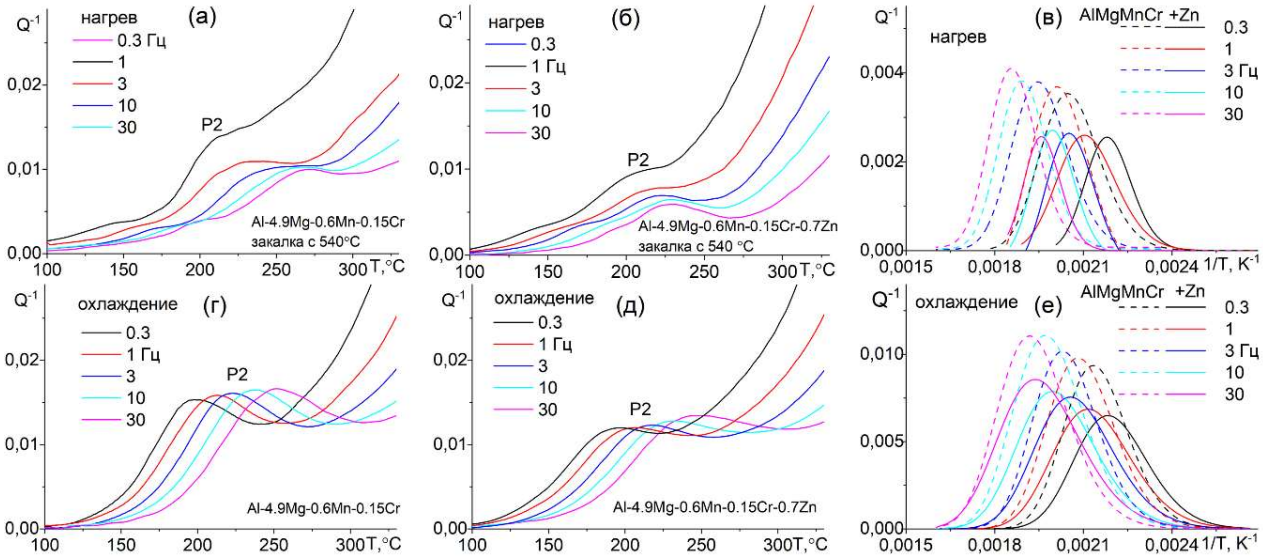


Рисунок 3.23 - ТЗВТ при (а-в) нагреве и (г-е) охлаждении для отожженных сплавов (а,г) Al-Mg-Mn-Cr и (б,д) Al-Mg-Zn-Mn-Cr; (в,е) пики после вычитания фона обоих сплавов [97]

Степень релаксации ЗГ пика уменьшается с увеличением содержания растворенного Mg для сплавов твердых растворов Al-Mg, что можно объяснить закреплениями ГЗ атомами

Mg. Аналогично уменьшение степени ЗГ релаксации происходит при выделении дисперсоидов, закрепляющих границы зерен. Сравнивая ЗГ пик в сплавах с одинаковым Mg и параметрами частиц вторых фаз, можно сделать вывод, что легирование цинком также приводит к снижению степени зернограничной релаксации. Атомы цинка, как и магния, склонны к образованию сегрегаций вблизи границ зерен [254] и могут усложнять механизм релаксации границ зерен, следовательно, уменьшать степень ЗГ релаксации. Сравнение кривых показывает, что максимум Q^{-1} при нагреве оказывается ниже, чем при охлаждении. Это, по-видимому, связано с тем, что при нагреве закаленного сплава частицы β-фазы дисперснее и эффективнее закрепляют границы зерен, чем формирующиеся при медленном охлаждении. При этом Р2 пик при нагреве сплава с Zn дополнительно смещается в область более низких температур. Так как размер зерна в сплавах одинаков и температурное положение пика при охлаждении одинаково, то такую разницу можно объяснить особенностями распада в присутствии Zn пересыщенного Mg твердого раствора при нагреве - Al_3Mg_2 фаза выделяется в сплавах с цинком более равномерно, а не преимущественно по границам зерен как в сплавах без цинка, что облегчает ЗГ релаксацию при нагреве закаленного сплава. Данная особенность замедления образования фазы по границам зерен при легировании малой добавкой цинка может обеспечивать рост стойкости к межкристаллитной коррозии магналиев.

При 300-350 °С (1 Гц) формируется пик на ТЗВТ при охлаждении (рис.3.24а-д) (Р1 пик при нагреве) в нерекристаллизованных сплавах с Al-3Mg-0.2Zr-0.2Sc с $L1_2$-Al_3(Sc,Zr) фазой размерами 10 нм и Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr/0.26Zr с I-фазой размером 30 нм. Структура сплавов полигонизованная и доминируют малоугловые границы. Эффективная энергия активации пика 1.4-1.7 эВ, что близко к значениям для ЗГ пика Р2 в других сплавах. Однако эффективное характеристическое время релаксации меньше и составляет $\sim 10^{-14}$-10^{-15} с. Данный пик обусловлен релаксацией на малоугловых границах зерен. Малая подвижность МУГ, в том числе в результате присутствия наноразмерных дисперсоидов I фазы, приводит к повышению температурного положения релаксационного эффекта. Пик Р1 в сплавах с нерекристаллизованной структурой, связанный с релаксацией на малоподвижных МУГ, формируется при более высоких температурах, чем ЗГ пик Р2 в сплавах с рекристаллизованной структурой и доминированием более мобильных ВУГ.

В образцах сплава Al-3Mg-0.25Zr с высокой объемной долей ~0.4-0.5 % наноразмерных дисперсоидов $L1_2$ типа ~7 нм, релаксационных эффектов при охлаждении не было выявлено (рис.3.24в,е). Вероятно, ввиду высокой плотности распределения частиц Al_3Zr фазы, имеющих наименьший размер среди исследованных дисперсоидов, релаксация на МУГ (пик Р1) подавляется. Аналогичный эффект отсутствия ЗГ пиков был нами

обнаружен в сильно легированных магналиях с 8-10 %Mg и высокой долей вторичных выделений фазы Al_3Mg_2 [119].

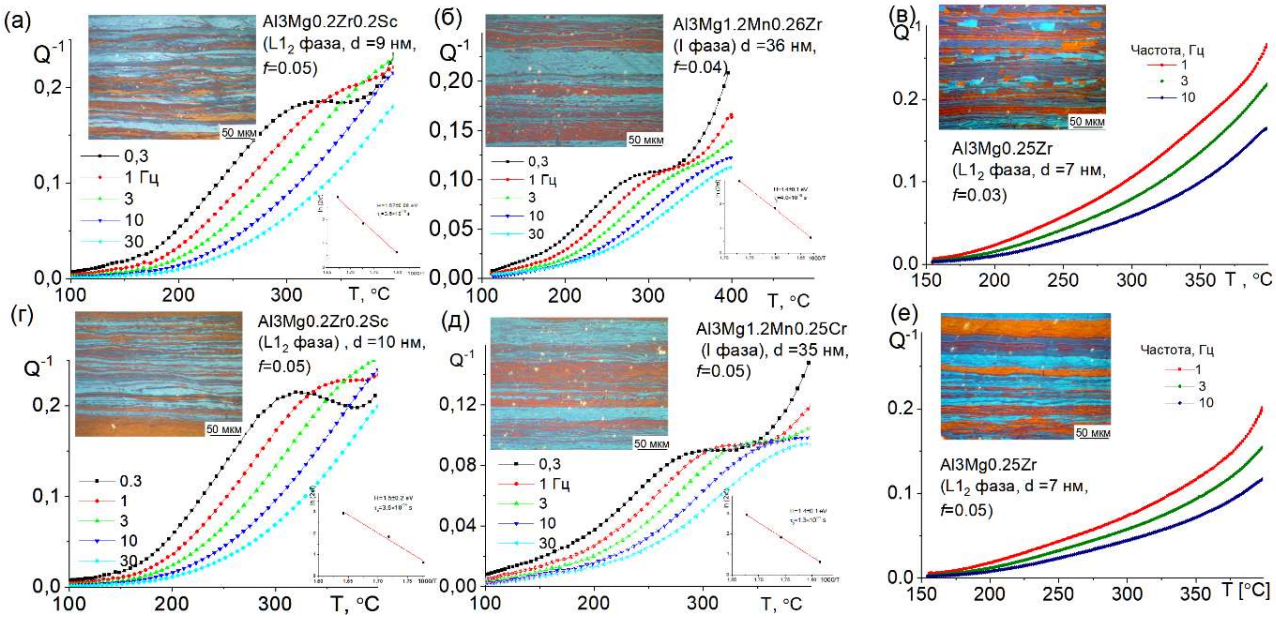


Рисунок 3.24 – ТЗВТ сплавов (а,г) Al3Mg0.2Sc0.2Zr, (б) Al3Mg1.2Mn0.26Zr, (д) Al3Mg1.2Mn0.25Cr, (в,е) Al3Mg0.25Zr при охлаждении с температуры 400 °C

Для полигонизованных сплавов активационные параметры фона ВТ в отожженном состоянии (при охлаждении), рассчитанные при $Q^{-1} = 0.075$, предполагают релаксацию по закрепленным и выстроенным в стенки дислокациям, МУГ. Значение измеренной энергии активации 1.33±0.05 эВ, а характеристическое время релаксации 2×10^{-15} с, т.е. близко к значениям параметров пика в сплавах с полигонизованной структурой. Уровень фона ВТ в отожженном, но нерекристаллизованном состоянии, тем выше, чем больше плотность распределения дисперсоидов в сплавах с нерекристаллизованной структурой, что предполагает закономерный рост плотности дислокаций с ростом доли наноразмерных частиц и согласуется с данными ПЭМ (рис.3.17в,г).

3.2.3 Влияние частиц эвтектического происхождения на зернограничную релаксацию

В сплаве сравнения с 0.04 % Ni и единичными включениями Al_3Ni фазы, как и во всех рекристаллизующихся при нагреве до 400 °C в сплавах с частицами 1.1-2.2 мкм, выявлен термически-активируемый пик Р2 с максимумом при температурах 150-250 °C (при 1 Гц) (рис.3.25), т.е. в той же области температур, что и в предыдущих сплавах с близкими размерами зерен. Измеренные параметры H=1 эВ и $\tau = 10^{-12}$-10^{-14} с подтверждают ЗГ природу пика и практически не зависят от размера зерна и параметров частиц (табл. 3.5).

Степень ЗГ релаксации, которая пропорциональна максимуму значений Q^{-1} на пике, растет на порядок с увеличением размера зерна с 6 до 30 мкм (уменьшением соотношения

d/f для микронных частиц фазы Al_3Ni), и далее не меняется (рис. 3.26). Температурное положение максимума ЗГ пика также увеличивается с ростом размера зерна, что согласуется с вышеописанными данными для сплавов Al-Mg-(Mn-Cr).

Так как рекристаллизация не проходит при нагреве до температуры испытания 400 °С в сплавах с частицами 0.3 мкм (300 нм) при их доле 7-10%, то ЗГ пик Р2 в данных сплавах не формируется. При 3% частиц d=0.3 мкм ввиду повышенного уровня фона выделить и провести адекватный анализ Р2 пика не удалось. В рекристаллизованных сложнолегированных магналиях с бимодальным распределением частиц по размерам, ~0.7-0.9 мкм и 45-50 нм, ЗГ пик (рис.3.27) имеет параметры аналогичные другим сплавам с Mg (таблица 3.5).

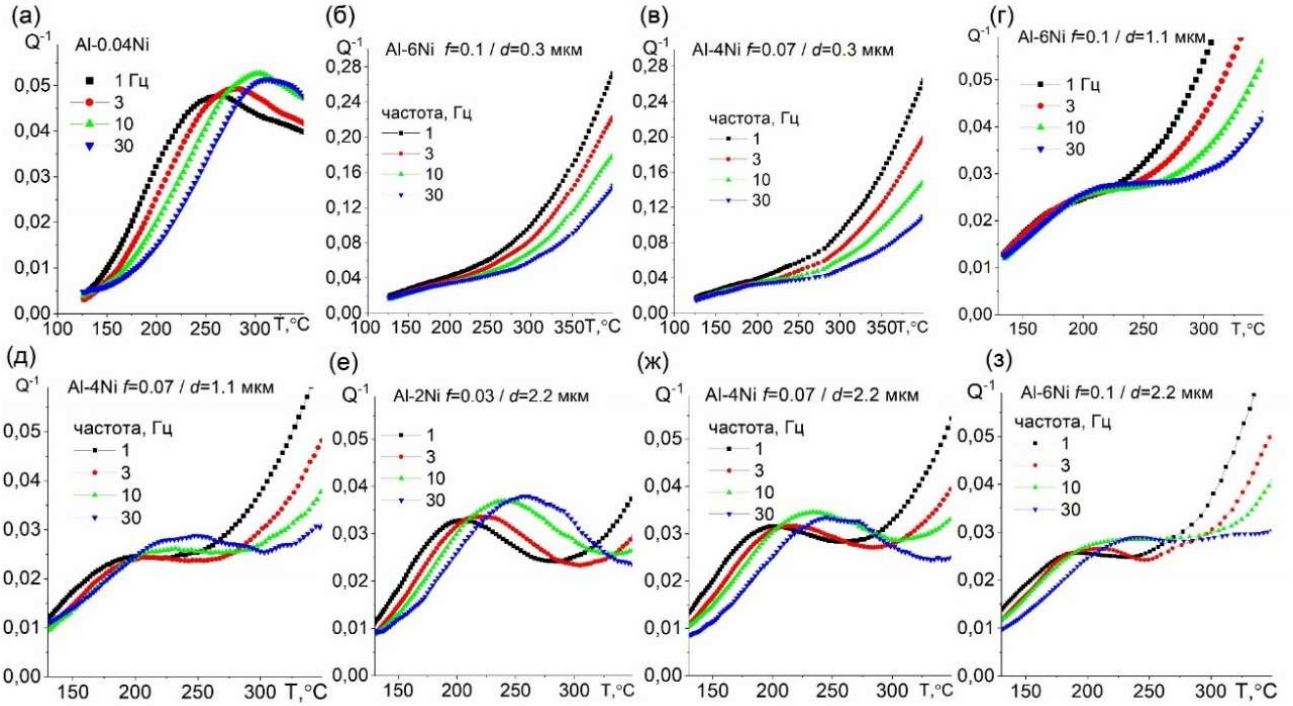


Рисунок 3.25 – ТЗВТ при охлаждении с температуры 400 °С (а) сплава Al-0.04Ni и (б-з) сплавов с частицами второй фазы Al_3Ni (составы сплавов и параметры частиц, частоты вынужденных колебаний при измерениях указаны на рисунках)

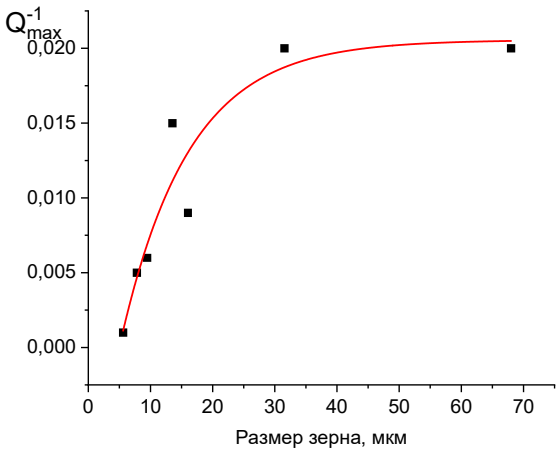


Рисунок 3.26 – Зависимость максимума Q^{-1} Р2 пика внутреннего трения для частоты колебаний 1 Гц от размера зерна в сплавах Al-Ni

Таблица 3.5 - Параметры пика Р2 в сплавах с псевдоматричной структурой.

Сплав	*f*	*d, мкм*	Размер рекр. зерна, мкм	Эффективная энергия активации Р2 пика, H_{P1}, эВ	Время релаксации Р2 пика, $\tau_{0(P2)}$, с	Q_m^{-1} (1 Гц)	T_{P2} при 1 Гц
Al-0.04Ni	-	0.8	68±22	1.14±0.15	1×10^{-12}	0.02	241
Al-2Ni	0.03	2.2	31	1.09±0.03	4×10^{-13}	0.02	195
	0.03	1.1	16±3	1.13±0.05	9×10^{-14}	0.009	190
Al-4Ni	0.07	2.2	13	1.12±0.1	7×10^{-14}	0.015	187
	0.07	1.1	7.7±0.4	1.14±0.1	5×10^{-14}	0.005	182
Al-6Ni	0.1	2.2	9.5	1.03±0.03	4×10^{-13}	0.006	178
	0.1	1.1	5.6±0.2	1.12±0.13	2×10^{-14}	0.001	162
Al4.8MgNiFeMnCr	0.08	1.1 /47 нм	5.5	1.78±0.15	2×10^{-20}	0.012	195
Al4.8MgCeFeMnCrZr	0.07	0.8 /37 нм	3.5	1.81±0.15	1×10^{-20}	0.005	204

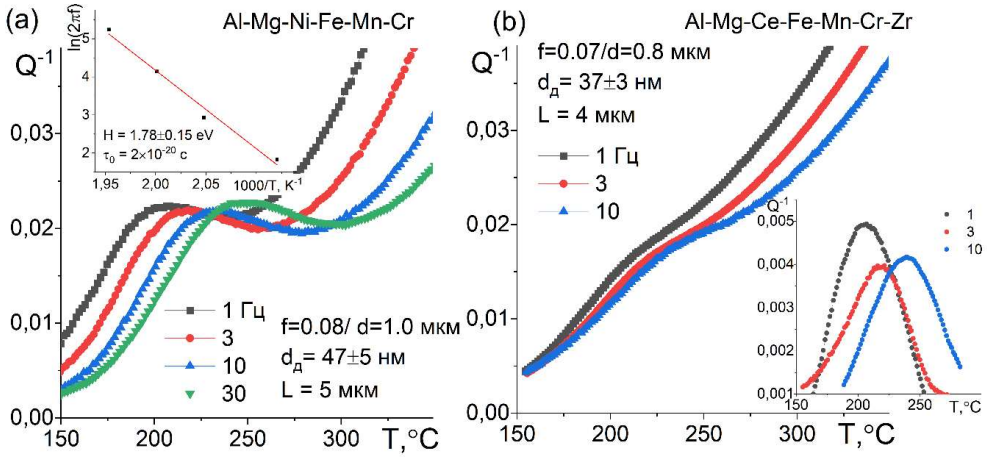


Рисунок 3.27 – Температурная зависимость внутреннего трения при охлаждении для сплавов (а) Al-4.8Mg-0.9Ni-0.6Fe-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr [116] и (б) Al-4.8Mg-1Ce-0.6Fe-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам-крупных эвтектического происхождения и дисперсоидов Mn-содержащих фаз

С учетом теории скоррелированных релаксационных процессов, пересчет измеренных значений в истинные с коэффициентом n= 0.54 дает H* = 0.9 эВ, что согласуется с энергией активации ЗГ самодиффузии алюминия и магния в алюминии и соответствует параметрам зернограничной релаксации по высокоугловым границам, а $\tau^*=10^{-16}$ с, что скорее говорит о перескоке единичных атомов на ГЗ.

Несмотря на идентичность активационных параметров и близость температур максимумов пика, свидетельствующих о зернограничной природе в двух сплавах, существенные различия выявлены в степени ЗГ релаксации. Более дисперсные частицы в сплаве с церием 36 нм против 47 нм в сплаве с никелем обеспечили более эффективное закрепление границ зерен и привели к уменьшению высоты пика: $Q^{-1}{}_{max}$ при 1 Гц уменьшилось в три раза. В сплаве с Zr и Sc с долей дисперсных частиц $L1_2$ -фазы около 0.5 % и полигонизованной структурой обнаруживается релаксационный эффект, связанный с дислокационной релаксацией (или релаксацией по МУГ зерен), как и в прочих сплавах с дисперсоидами размерами 10-30 нм.

Отметим, что аналогичное уменьшение степени релаксации было обнаружено в случае формирования в структуре сплава Al-5Mg-Mn-(Cr) дисперсоидов Mn и Cr содержащих фаз размерами ~77 и ~45 нм. Чем меньше размер дисперсоидов, тем при прочих равных, ниже степень релаксации, что логично, ввиду роста силы Зинера и существенного ограничения подвижности границ зерен мелкими частицами. Снижение степени ЗГ релаксации выявляется и при дополнительном легировании цинком, ввиду его сегрегаций вблизи границ зерен. При размере частиц 7-30 нм, пик, связанный с релаксацией на высокоугловых границах, подавляется, а при большой доле таких частиц не выявляется ввиду малой доли высокоугловых границ зерен.

Обобщая результаты проведенных исследований, отметим, что в сплавах с рекристаллизованной структурой формируется термически активируемый пик зернограничной природы при 170-250 °С. Для легированных магнием сплавов выявлена целесообразность использования теории скоррелированных релаксационных процессов (Нгаи-Конга) для описания параметров зернограничной релаксации. Показано, что с увеличением размера зерна положение максимума ЗГ пика смещается в область более высоких температур, а энергия активации ЗГ релаксации увеличивается. При формировании «бамбуковой» структуры в алюминии А99 ЗГ пик не выявляется в исследуемой области температур. Благодаря увеличению концентрации атомов магния в сплавах с 0.3 до 3-5 % и уменьшению *d/f* для частиц вторых фаз степень зернограничной релаксации уменьшается, а в присутствии дисперсных частиц (менее 100 нм) происходит рост измеренной энергии активации, и сокращение времени ЗГ релаксации ввиду эффективного закрепления границ зерен. Малая добавка цинка в сплавах с рекристаллизованной структурой не влияет на время релаксации, но снижает эффективную энергию активации и степень зернограничной релаксации.

В сплавах с дисперсоидами 10-30 нм $L1_2$- и I- фаз, как следствие, с нерекристаллизованной субзеренной структурой, при температурах 270-400 °С выявляется термически-активируемый пик Р1 с активационными параметрами, свидетельствующими о релаксации по МУГ, температура максимума пика повышается с уменьшением размера частиц. В сплавах субзеренной структурой и высокой плотностью распределения частиц фазы Al_3Zr наименьшим размером 7 нм релаксационных термически активируемых эффектов при температурах от комнатной до 400 °С не выявили, т.е. частицы такого размера сдерживают релаксацию по МУГ зерен.

3.2.4 Анализ амплитудных зависимостей внутреннего трения

В общем случае на кривых АЗВТ выделяют три участка и две критические амплитуды [239]:

1) первый участок до критической амплитуды деформации $\varepsilon_{кр1,}$ при $\varepsilon < \varepsilon_{cr1}$ значения ВТ не зависят от амплитуды (значения ниже, чем изученные деформации)

2) на втором участке Q^{-1} растет практически линейно с увеличением амплитуды до величины $\varepsilon_{кр2,}$ т.е. от ε_{cr1} до ε_{cr2} наблюдается линейная зависимость $Q^{-1}(\varepsilon)$,

3) при $\varepsilon > \varepsilon_{cr2}$ значения амплитуднозависимого ВТ (Q_h^{-1}) удовлетворительно описываются степенной функцией: $Q_h^{-1} \sim \varepsilon^n$, выше ε_{cr2} наблюдается переход к стадии микропластической деформации.

Рассмотрим применение АЗВТ к анализу влияния Mg и Zn в алюминии на закрепление дислокаций и влияние частиц вторых фаз на стабильность зеренной структуры.

3.2.4.1 Влияние растворимых элементов Mg и Zn на подвижность дислокаций

Для изучения изменения плотности и подвижности дислокаций при рекристаллизации анализировали амплитудные зависимости внутреннего трения (АЗВТ) при температуре около псевдо-пика P_R (рис. 3.28, ~260 °С, 3Гц). Для малолегированных сплавов с 0.3%Mg и 0.3%Zn можно определить критическую амплитуду отрыва дислокаций от точек закрепления ε_{cr2}. Наклон кривой АЗВТ в нижней части в линейных координатах определяет tgα для второго линейного участка АЗВТ.

Для сплавов с 0.3%Mg и 0.3%Zn значения ВТ при относительно низких амплитудах деформации снижаются с увеличением времени выдержки, а при высоких амплитудах деформации - растут. Последнее обусловлено изменением наклона АЗВТ при повышенных амплитудах деформации с увеличением времени отжига при 262 °С.

На кривой АЗВТ сплава Al-0.3Mg в исследованном интервале амплитуд деформации наблюдается только линейный амплитудно-зависимый участок (рис.3.28б). На этом участке АЗВТ дислокации закреплены и упруго прогибаются под действием приложенного напряжения между точками закрепления, а ВТ пропорционально плотности дислокаций ($Q^{-1} \sim \rho$, где ρ- плотность дислокаций) [234]. При низких амплитудах деформации ($\varepsilon_0 = 10^{-4}$), когда значения ВТ линейно связаны с амплитудой деформации для исследованных времен отжига при 262 °С, значения ВТ экспоненциально уменьшаются от времени отжига, что было показано выше при изучении ВЗВТ в данном сплаве.

Во время отжига при 262 °С не только уменьшается плотность дислокаций, что приводит к снижению уровня ВТ ($Q^{-1} \sim \rho$) на линейном амплитудозависимом участке, но и увеличивается их подвижность (уменьшение ε_{cr2}). Укорачивается линейная часть кривой и снижается критическая амплитуда деформации (ε_{cr2}), при которой дислокации начинают отрываться от слабых точек закрепления, атомов Mg и Zn. Абсолютные значения ε_{cr2} в сплаве с 0.3Mg выше, чем в сплаве с 0.3Zn в несколько раз, что говорит о том, что

напряжение отрыва дислокаций ($\sigma_{отр} = E \times \varepsilon_{cr2}$) в сплаве с Mg больше. Последнее объясняет более высокую термическую стабильность дислокаций в сплаве с магнием.

Форма и уровень кривых изменяются при рекристаллизации сплавов с большим содержанием Mg (рис. 3.28в,г). При 3-5%Mg, как для 0.3Mg, первая кривая АЗВТ, измеренная сразу после нагрева холоднодеформированного образца до 260 °C, практически линейна в выбранном диапазоне амплитуд. В процессе отжига абсолютный уровень кривых АЗВТ снижается из-за уменьшения плотности дислокаций, но изменение формы кривых незначительно, критическая амплитуда слабо снижается с увеличением времени отжига. Это результат взаимодействия дислокаций и атомов растворенного Mg. Открепление дислокации от атомов Mg невозможно при высокой концентрации Mg в твердом растворе, дислокации, открепляясь от одних атомов Mg, закрепляются другими (поведение открепление-перезакрепление).

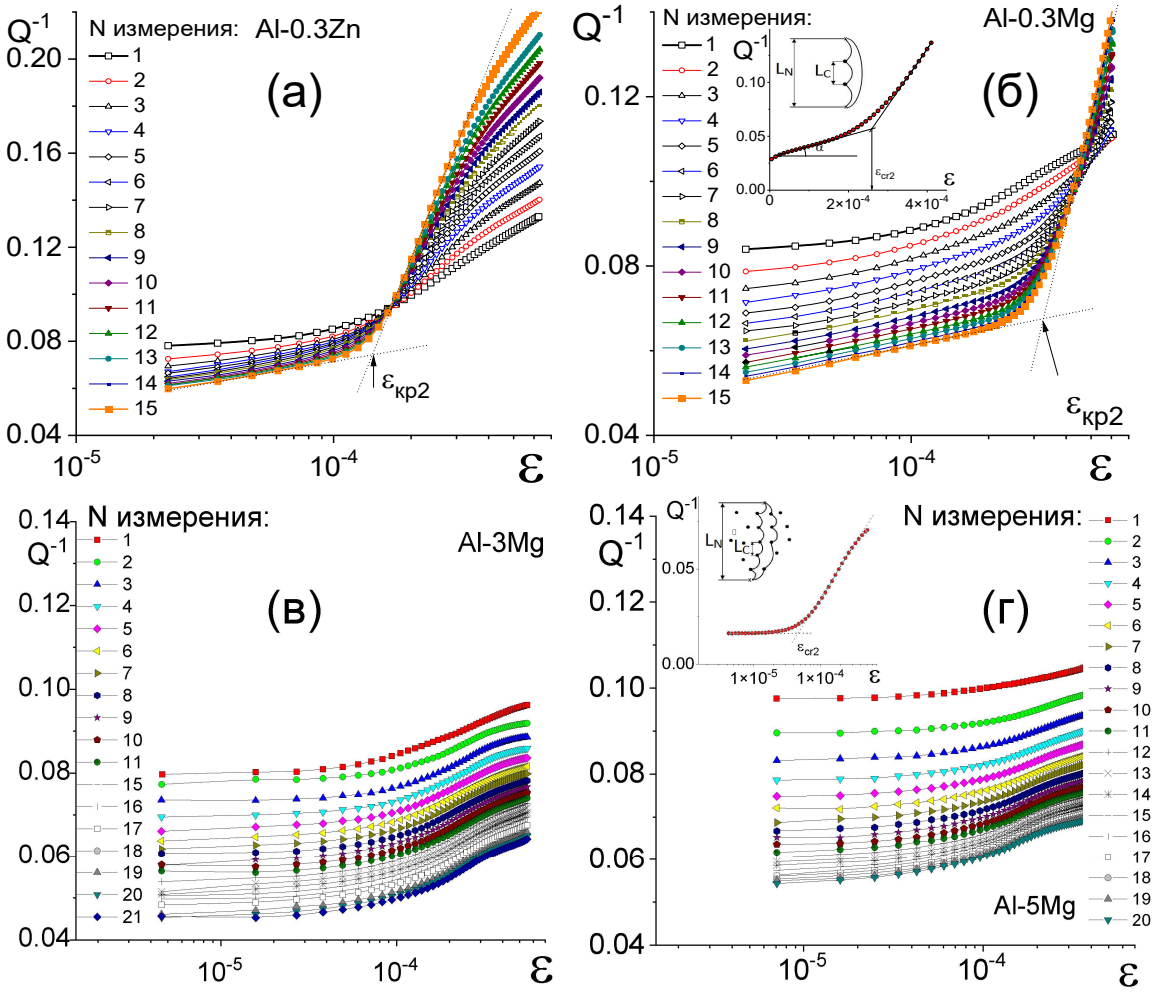


Рисунок 3.28 – АЗВТ при температуре 262 °C для сплавов (а) Al-0.3Zn [81] (б) Al-0.3Mg [81] (в) Al-3Mg и (г) Al-5Mg [81]. Врезки схемы отрыва дислокаций от точек закрепления в режиме открепления (б) и открепления-закрепления (г) [81]

Физический смысл критической амплитуды в легированном сплаве связан с напряжением, необходимым дислокациям для преодоления силы трения об атомы

замещения при ее движении. Зависимость критической амплитуды от температуры характеризует подвижность дислокаций. На АЗВТ в отожженном состоянии при 400 °С сплавов с 3-5Mg прослеживается влияние температуры на форму АЗВТ кривых (рис. 3.29).

Повышение температуры приводит к увеличению tgα (врезка на рис. 3.29в) и уменьшению ε_{cr2} в однофазном состоянии. Обработка данных в двойных логарифмических координатах «ln(tgα) -1/T» и «ln(ε_{cr}) - 1/T» (рис. 3.29, б,г) позволяет оценить энергию связи атомов растворенного вещества (Mg) и дислокаций. Для однофазного сплава Al-0.3%Mg энергия связи атомов Mg и дислокаций составляет ~0.26 эВ. При температурах выше температуры сольвуса, когда Mg находится в твердом растворе, эти значения увеличиваются до 0.4-0.44 эВ и 0.5-0.58 эВ для 3 и 5Mg, соответственно.

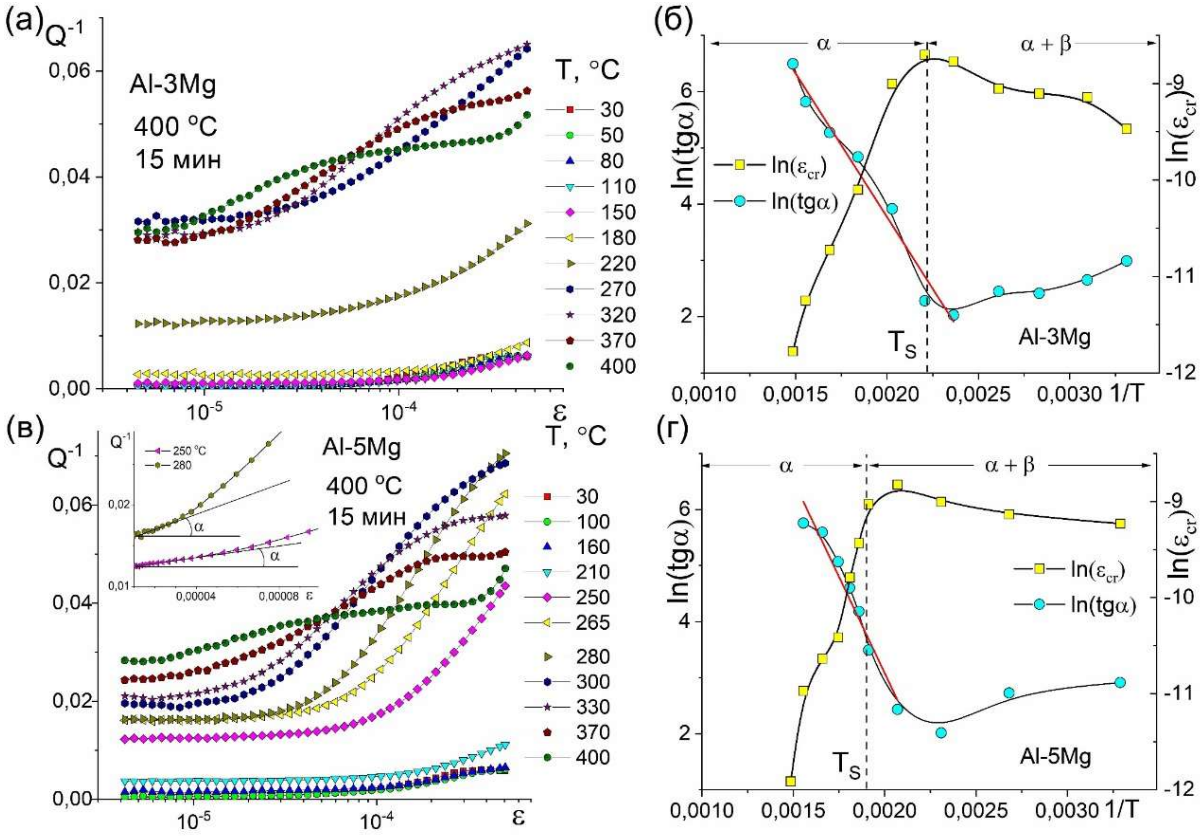


Рисунок 3.29 – (а,в) АЗВТ при разных температурах и (в,г) зависимости ln(ε_{cr2}) и ln($tg\alpha_{ADIF}$) от обратной температуры 1/T (K^{-1}) для рекристаллизованных при 400 °С сплавов с (а,б) 3 и (в,г) 5Mg; врезка на (в) эволюция α при повышении температуры

3.2.4.2 Влияние дисперсных частиц на стабильность структуры при отжиге

На кривых АЗВТ сплавов с 5Mg, содержащих дисперсоиды Al_6Mn размерами 77 нм и $Al_6(Mn,Cr)/Al_{18}Mg_2Cr_3$ фаз размерами 45 нм (рис. 3.30), измеренных при амплитудах деформации ε_0 от 5×10^{-6} до 8×10^{-4}, можно также выделить только два участка: линейный участок с небольшим углом наклона и участок с резко выраженной нелинейной зависимостью ВТ от амплитуды деформации (при температурах >390 ºС). При этом

положение кривых АЗВТ с увеличением времени выдержки в сплавах с дисперсоидами меняется значительно слабее, чем в двойном сплаве.

Критическая амплитуда деформации перехода от линейной к нелинейной области АЗВТ ($\varepsilon_{кр2}$) уменьшается с ростом температуры (врезка на рис. 3.30б). Критическая амплитуда деформации ($\varepsilon_{кр2}$) в сплаве с Cr выше, чем в сплаве, содержащем только Mn, что связано с меньшей подвижностью дислокаций в присутствии более дисперсных частиц. Эти различия особенно выражены при температурах 500-550 ºС.

Наиболее существенные различия в поведении сплавов с Cr и без него наблюдали при 0.97 $T_{пл}$ – 550 ºС. Зерно в сплаве без хрома растет за 40 мин выдержки (с ~13 мкм до ~20 мкм, см. врезку на рис. 3.30а). Соответственно, фон ВТ закономерно снижается с каждым новым циклом измерений АЗВТ. В сплаве с Cr, где размер зерна практически не меняется, оставаясь ≈ 9 мкм, значения ВТ также практически не зависят от времени отжига: фон слабо уменьшается только при амплитудах деформации более 5×10^{-4}, при которых возможны процессы микропластической деформации (рис. 3.30 б). Кроме размера зерна, на величину ВТ может оказывать более выраженный эффект закрепления дислокаций в присутствии более мелких дисперсоидов.

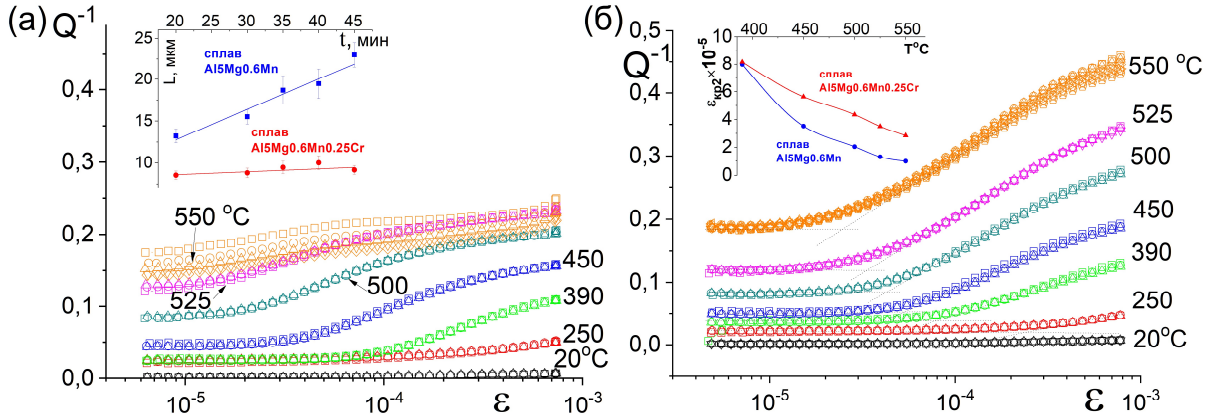


Рисунок 3.30 - АЗВТ сплавов Al-5Mg-0.6Mn (а) и Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr (б). Температуры испытания от 20 до 500 ºС указаны у кривых. Врезка на рис. а – зависимость размера зерна от времени отжига при 550 ºС, врезка на рис. б – зависимость критической амплитуды деформации от температуры[41]

Таким образом, анализом амплитудных зависимостей внутреннего трения можно сравнить особенности влияния растворенных атомов и дисперсных частиц на подвижность дислокаций. Данные АЗВТ подтверждают повышенную стабильность дислокационной структуры в сплавах с магнием в деформированном состоянии с увеличением значений критического напряжения, необходимого для отрыва дислокаций от мест их закрепления по сравнению со сплавом с цинком. В результате введение Mg замедляет возврат и ускоряет рекристаллизацию, что показано в разделе 3.1.

АЗВТ, измеренная *in situ* в процессе рекристаллизации, демонстрирует снижение как

плотности дислокаций, так и критического напряжения движения дислокаций с увеличением времени выдержки. С увеличением содержания магния с 0.3 до 5% энергия связи атомов Mg с дислокациями растет, т.е. атомы Mg в Al твердом растворе эффективно закрепляют дислокации, предотвращая их движение под действием приложенного напряжения в упругой области нагружения.

Совместное введение Cr и Mn в сплав Al-5Mg приводит к увеличению критической амплитуды деформации в интервале температур 390-550 ºС. При этом, АЗВТ чувствительно к стабильности рекристаллизованной зеренной структуры: в сплаве с Mn и Cr размер зерна слабо меняется за 40 минут выдержки при температуре 550 ºС и уровень ВТ снижается незначительно, в отличие от сплава только с Mn, в котором рост зерна сопровождается интенсивным снижением ВТ, что подтверждают микроструктурные исследования.

Выводы по Главе 3

1. В холоднодеформированных алюминиевых сплавах, отличающихся содержанием легирующих элементов и параметрами частиц вторых фаз, методом механической спектроскопии обнаружен и систематически исследован псевдо-пик внутреннего трения (P_R), отражающий резкое снижение интегральной плотности дислокаций при рекристаллизации. Разработана схема формирования данного эффекта, показано, что его температурное положение близко к началу рекристаллизации при используемой скорости нагрева и не зависит от частоты вынужденных колебаний. Псевдо-пик P_R использован как инструмент для изучения кинетики рекристаллизации в сплавах.

2. Измеренные значения активационных параметров фона ВТ в холоднодеформированном состоянии для всех исследованных сплавов характерны для релаксации за счет термически-активированного движения дислокаций (колебаний сегментов дислокаций в поле приложенных напряжений). Дислокационное происхождение фона подтверждает характер псевдо-пика внутреннего трения, обусловленный уменьшением плотности дислокаций в результате рекристаллизации.

3. Результаты анализа температурных и временных зависимостей внутреннего трения и микроструктурных исследований показали определяющее влияние совокупности структурных и технологических факторов:

- согласно температурному положению P_R и микроструктурному анализу температура начала рекристаллизации снижается с увеличением содержания магния в сплавах и дополнительно уменьшается в присутствии Mn-и Cr- содержащих частиц Al_6Mn / ε-фазы среднего размера 45-80 нм при их объемной доле до 7%;
- в присутствии частиц I фазы среднего размера ~30 нм (расчетное значение

f=5%), выделяющихся при низкотемпературном отжиге Al-Mg-Mn, при формировании высокой плотности распределения дисперсоидов $L1_2$-фазы размерами 7-12 нм после двухступенчатых режимов отжигов слитков сплавов Al-Mg-Zr-(Sc) или в присутствии частиц средним размером 300 нм с *f*>7% при условии малолегированного твердого раствора, при нагреве доминирует возврат, а температура начала рекристаллизации превышает 400 °С, а для сплавов с $L1_2$-фазой P_R пик не регистрируется, т.е. рекристаллизации не наблюдается, в исследуемом интервале температур ТЗВТ до 550 °С;

- при кратковременных одноступенчатых отжигах слитков сплавов Al-Mg-Zr (при 350-420 °С) и низкой плотности распределения дисперсоидов $L1_2$-Al_3Zr фазы значение P_R повышается относительно двойных сплавов только на 100-110 °С;
- крупные частицы Al_3Ni /Al_9FeNi среднего размера 0.7-2.2 мкм ускоряют рекристаллизацию в сплавах с малолегированным твердым раствором и магналиях, в том числе с дисперсоидами Mn- и Cr-содержащих фаз, но не приводят к статической рекристаллизации в сплавах с размером дисперсоидов $L1_2$ -фазы 7-15 нм и *f*=0.3-0.4%.

4. В сплавах с рекристаллизованной структурой формируется термически активируемый пик внутреннего трения при 170-250 °С, активационные параметры которого свидетельствуют о зернограничной природе эффекта за счет релаксации напряжения на высокоугловых границах зерен. Использование теории скоррелированных релаксационных процессов для описания параметров зернограничной релаксации дает типичные значения энергии активации ~1 эВ и времени релаксации 10^{-11}-10^{-13} с.

5. С увеличением среднего размера зерна положение максимума зернограничного пика смещается в область более высоких температур, а энергия активации зернограничной релаксации увеличивается. Эффект зернограничной релаксации отсутствует в исследуемой области температур при формировании «бамбуковой» структуры в алюминии А99. Благодаря увеличению с 0.3 до 3-5%Mg и с ростом *f/d* для частиц вторых фаз, степень зернограничной релаксации уменьшается, а в присутствии наноразмерных дисперсоидов, закрепляющих ГЗ, увеличивается энергия активации и сокращается время релаксации. Малая добавка цинка в сплавах с рекристаллизованной структурой не влияет на механизм релаксации, но снижает энергию активации и степень зернограничной релаксации.

6. В сплавах с размерами частиц 10-30 нм фаз $L1_2$ и I и, как следствие, с нерекристаллизованной субзеренной структурой, при температурах 270-400 °С выявляется термически-активируемый пик с активационными параметрами, свидетельствующими о релаксации по малоугловым границам, температура эффекта повышается с уменьшением размера частиц. В сплавах субзеренной структурой и высокой плотностью распределения частиц фазы Al_3Zr размером 7 нм релаксационных термически активируемых эффектов при

температурах от комнатной до 400 °С не выявлено, т.е. частицы такого размера эффективно сдерживают релаксацию по малоугловым границам зерен.

7. Исследование АЗВТ показало повышенную стабильность дислокационной структуры при нагреве деформированных сплавов с магнием в сравнении со сплавами с цинком. Магний увеличивает значения критического напряжения, необходимого для отрыва дислокаций от мест их закрепления, что обеспечивает замедление возврата и ускорение рекристаллизации.

8. АЗВТ, измеренная в *in situ* режиме при рекристаллизации, демонстрирует снижение как плотности дислокаций, так и критического напряжения отрыва дислокаций с увеличением времени выдержки. С увеличением содержания магния с 0.3 до 5% энергия связи атомов Mg с дислокациями растет, т.е. атомы Mg в Al твердом растворе эффективно закрепляют дислокации, предотвращая их движение под действием приложенного напряжения в упругой области нагружения.

9. Совместное введение хрома и марганца в сплав Al - 5%Mg приводит к увеличению критической амплитуды деформации в интервале температур 390-550 ºС. При этом АЗВТ чувствительно к стабильности рекристаллизованной зеренной структуры, в сплаве с Mn и Cr размер зерна слабо меняется за 40 минут выдержки при температуре 550 ºС и уровень ВТ снижается незначительно, в отличие от сплава только с Mn, в котором рост зерна сопровождается интенсивным снижением фона ВТ, что подтверждают микроструктурные исследования.

ЧАСТЬ II ОСОБЕННОСТИ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СПЛАВОВ С РАЗНЫМ ТИПОМ СТРУКТУРЫ

В Части I диссертации на примере алюминиевых сплавов рассмотрены фундаментальные вопросы, связанные с формированием частиц вторых фаз различной природы, их морфологии, размера и доли в зависимости от состава и режимов обработки, влиянием состава твердого раствора на основе алюминия и частиц различной дисперсности на формирование зеренной структуры в процессе рекристаллизации. Теперь по логике вещей следует осветить решение цикла задач, связанных с выяснением особенностей, закономерностей и перспективами применения сверхпластической деформации в исследуемых гетерогенных сплавах с разным типом структуры, матричной и псевдоматричной на основе алюминия, уже описанных выше, а также двухфазных сплавов другого типа с микродуплексной структурой. Этому посвящена Часть II диссертации.

Среди многообразия сплавов с дуплексной структурой практический и фундаментальный интерес представляют сплавы на основе меди и титана. Практический интерес заключается в их широком использовании в промышленности и необходимости повышать эффективность СПФ, особенно для сплавов на основе титана. Фундаментальный интерес в контексте данной работы лежит в ключе различий в деформационном поведении сплавов, порообразовании и изучении возможностей управления структурой сплавов через дополнительное легирование. Объектами исследования были выбраны двухфазные двойная и многокомпонетные латуни и титановые сплавы стандартных и модифицированных составов (ОТ4-1, ВТ6, ВТ14 и его аналога, модифицированного железом), представленные α и β фазами. Псевдо-α ОТ4-1 (Ti-2.5Al-1.8Mn) является наименее легированным представителем среди исследуемых титановых сплавов. Классический сплав для СПФ типа ВТ6 (Ti-6Al-4V) и α+β сплав ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V) являются α+β сплавами и отличаются легирующих элементов, в последнем присутствует молибден, имеющий низкий коэффициент диффузии в титане. Сплав ВТ14 модифицировали добавкой железа, как β-стабилизатора, не только снижающего температуру полиморфного превращения, но и принадлежащего к группе аномально быстро диффундирующих (по межузельному механизму диффузии [260]) элементов в титане.

ГЛАВА 4 ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ГЕТЕРОГЕННОСТИ И РЕЖИМОВ ОБРАБОТКИ НА РАЗМЕР ЗЕРНА И ПОКАЗАТЕЛИ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ СПЛАВОВ РАЗНОГО СТРУКТУРНОГО ТИПА

Для анализа зеренной структуры алюминиевые сплавы подвергали отжигу (15-20 мин) при температурах (0.82-0.97) $T_{пл}$ с охлаждением в воде. Титановые и медные сплавы отжигали в области температур существования двух фаз и в области фазового перехода (α→β) также с охлаждением в воде. Обработка имитирует нагрев и выдержку перед началом сверхпластической деформации, т.е. позволяет определить исходную перед СПД зеренную структуру.

По типу зеренной структуры, формирующейся к началу сверхпластической деформации в листах, полученных традиционной горячей и холодной прокаткой, исследованные матричные и псевдоматричные сплавы можно условно разделить на две группы: (1) сплавы со статически рекристаллизованной структурой с долей ВУГ зерен более 85%, обычно с дисперсоидами размером более 40 нм (что типично для композиций, легированных Mn и/или Cr), вне зависимости от доли крупных частиц кристаллизационного происхождения; (2) сплавы с наноразмерными дисперсоидами $L1_2$-фаз (Al_3Zr, $Al_3(Sc,Zr)$, $Al_3(Er,Zr)$, $Al_3(Y,Sc,Zr)$) и высокой долей нерекристаллизованной структуры, долей ВУГ от 20 до 60%. Сплавы матричного типа, содержащие дисперсные частицы при малой фракции крупных частиц <3%, рассмотрены в разделе 4.1. Сплавы псевдоматричного типа, содержащие повышенную долю крупных частиц >3% – в разделе 4.2. В разделе 4.3 данной главы представлены сплавы, полученные с использованием всесторонней изотермической ковки (ВИК) и обработкой трением с перемешиванием (ОТП) с преимущественно рекристаллизованной структурой вне зависимости от параметров дисперсоидов. Сплавы с микродуплексной структурой описаны в разделе 4.4.

В качестве показателей сверхпластичности использованы напряжение течения σ, показатель скоростной чувствительности напряжения течения m, относительное удлинение (до разрыва) δ при фиксированной постоянной скорости деформации $\dot{\varepsilon}$ и температуре T (±3 °C) [34]. Применяли несколько типов испытаний, которые проводили на пропорциональных 5-кратных образцах в соответствии со стандартом МР 252-31-86 (ОАО ВИЛС); (1) со скачковым повышением/снижением скорости деформации с шагом 10^{-3} $с^{-1}$ в широком интервале скоростей (скорости выбирали в диапазоне 10^{-4} - 10^{-1} $с^{-1}$) деформация на каждом шаге 0.1; (2) испытания с поддержанием постоянной скорости деформации путем увеличения скорости движения траверсы пропорционально длине образца; а также (3) испытания со скачковым изменением скорости деформации на 20% в

процессе растяжения с постоянной скоростью с шагом по деформации 0.2 (по стандарту ASTM E2448-11).

По результатам испытаний на растяжение со ступенчатым изменением скорости деформации строили зависимость напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах, производная от которой определяет показатель скоростной чувствительности *m*. Для сверхпластичных сплавов с полностью сформированной, т.е. рекристаллизованной зеренной структурой, зависимость напряжения от скорости деформации в логарифмических координатах имеет типичную сигмоидальную форму, где II линейный участок соответствует скоростному диапазону сверхпластичности [261]. В точке перегиба сигмоидальной кривой наблюдается максимум зависимости показателя скоростной чувствительности *m* от логарифма скорости деформации (скорость в этой точке считают оптимальной) и сплавы должны показывать наиболее устойчивое течение. Ti сплавы испытывали со скачковым снижением скорости, что дает более адекватные значения показателей, сопоставимые с результатами растяжения с разными постоянными скоростями. Для сплавов с исходной нерекристаллизованной структурой использование испытаний с непрерывными скачковыми изменениями скорости нецелесообразно ввиду того, что структура не сформирована до деформации, что приводит к заниженным значениям *m.* Подробные методики исследований представлены в работах автора, результаты которых вошли в данную главу [38,39,42,43,45,47,49–52,56–59,62–66,68,70,72–77,79,83–85,87,90–95,97–102,104–108,115,118,120–129].

4.1 Сплавы на основе алюминия с матричным типом структуры, полученные прокаткой

В данном разделе представлены сплавы первых двух групп с дисперсоидами Mn- и Cr-содержащих фаз и рекристаллизованной структурой и дисперсоидами $L1_2$-фазы, не рекристаллизующиеся при нагреве до температуры сверхпластической деформации. Сплавы, кроме параметров частиц вторых фаз, отличались составом твердого раствора, главным образом, концентрацией магния, а также содержанием меди и цинка.

Получение листов осуществляли путем простой термомеханической обработки, включающей горячую и холодную прокатку. В сплавах без наноразмерных дисперсоидов $L1_2$-фазы или при малой их объемной доле (~0.1%) увеличение степени деформации до 80-87% закономерно приводит к уменьшению среднего размера зерна. С целью выявления влияния состава сплавов на показатели сверхпластичности, в представленной главе сравнивали сплавы, полученные с близким обжатием при холодной деформации, равной 83±3%.

В ряде сплавов с матричной структурой формирование микрозеренной структуры было возможно только при условии применения промежуточного гетерогенизационного отжига для выделения крупных частиц фаз, стимулирующих зарождение зерен при рекристаллизации, $MgZn_2$, Al_2CuMg или Al_3Mg_2 в зависимости от системы легирования, параметры которых описаны в Главе 1 (будет указано по тексту). Промышленные листы сплавов, применяемых серийно для СПФ и «природно» сверхпластичных сплавов со скандием использованы для сравнения с экспериментальными.

4.1.1 Промышленные сплавы

На текущий момент для сверхпластической формовки серийно производят сплавы AA5083sp (Алнови-1, и др. аналоги) состава Al-(4.8-4.9)Mg-(0.7-0.9)Mn-0.1Cr и Alnovi-U Al-4.9Mg-(1.2-1.4)Mn-0.05Cr, сплавы производят за пределами РФ. Разработка составов и усовершенствование технологий получения листов данных сплавов велась параллельно с работой нашего коллектива над аналогичными задачами, ввиду чего нельзя сказать, что сплавы взяты как прототипы в представленной работе.

Оба сплава принадлежат системе Al-Mg-Mn-(Cr) и отличаются содержанием Mn. Данная система легирования является экономически целесообразной, стоимость листов менее 10 USD/кг. В сплаве 5083sp содержание марганца до 1 %, а хрома до 0.15%, и это типичный представитель сплава с матричным типом структуры, границы зерен в котором стабилизированы частицами Mn- и Cr- содержащих фаз (исследовали сплав Al-4.89Mg-0.92Mn-0.1Cr-0.03Fe-0.03Si).

Данные о составе и деформационном поведении Alnovi-U ограничены несколькими работами [160–162,262]. Исследуемые образцы по данным спектрального анализа имели следующий состав Al-4.75Mg-1.45Mn-0.05Cr-0.07Fe-0.02Si. В данном сплаве реализованы два механизма управления структурой - через формирование зародышей новых рекристаллизованных зерен и сдерживание их роста, т.е. по сути принцип структурной гетерогенности, обеспеченный присутствием частиц различной дисперсности Mn-содержащих фаз. При этом доля крупных частиц размером более 0.5 мкм частиц второй фазы ~3% (пограничная между матричным и псевдоматричным типом структуры), расчетная доля дисперсоидов ~3%. Содержание хрома в сплаве менее 0.1%. Сплав Alnovi-U с повышенным содержанием марганца представляют заказчикам как материал для высокоскоростной сверхпластической формовки, в отличие от классического 5083sp. Как показали наши сравнительные исследования структуры партий листов обоих сплавов, средний размер зерна отличается незначительно и составляет (7.2-8.3)±0.5 мкм для Alnovi-U и (8.2-8.5) ±0.5 мкм для AA5083sp при 480-520 °C (рис.4.1а,б). После 20 минут выдержки

0.95-0.97$T_{пл}$ в обоих сплавах доминируют ВУГ- 94-95% (обозначены черным на рис. 4.1г) при 5-6% МУГ (обозначены белым цветом на рис.4.1г).

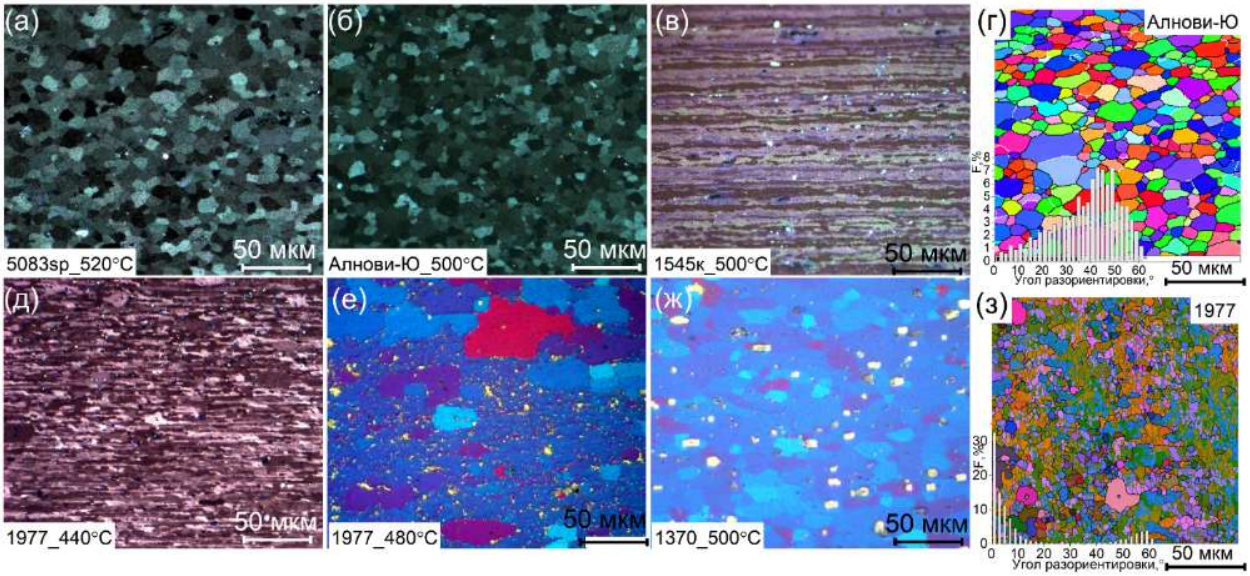


Рисунок 4.1 - Зеренная структура промышленных листов сплавов AA5083, Alnovi-U, 1545к, 1977 и 1370 после 20 минут выдержки при 440-520 °С (температура и сплав указаны на рисунках); (а-в,д-ж) световой микроскоп; (г,з) ДОЭ карты распределения разориентировок границ зерен в сплаве (г) Alnovi-U и (з) 1977 после отжига при 460 °С

Показатели сверхпластичности промышленных листов данных сплавов исследовали в интервале температур 460-540 °С (0.85-0.95$T_{пл}$). Интервал включал температуры, используемые для сверхпластической формовки производителями изделий – 480-490 °С для Alnovi-U и 500-520 °С для AA5083. На рисунке 4.2 приведены выборочные зависимости напряжения от скорости и степени деформации.

В сплаве AA5083 с 0.1Cr наилучшие показатели обеспечивает температура 520 °С (рис.4.2а-в), при этом скорость деформации, соответствующая максимуму m=0.6, составляет 2×10^{-3} $с^{-1}$, значения относительного удлинения при данной скорости ~350%. Повышение скорости или снижение температуры приводит к уменьшению относительного удлинения до 220-250% (рис.4.2б,в).

Сплав Alnovi-U имеет близкие к AA5083 оптимальные скорости деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$ (рис. 4.2а) и относитеьные удлинения при исследуемых температурах. Показатель m>0.3 до скорости 10^{-2} $с^{-1}$, но удлинения незначительно выше, чем у AA5083. Достаточно равномерную деформацию с удлинениями ~300-360% обеспечивают режимы 460-520 °С и 2×10^{-3} $с^{-1}$, что согласуется с немногочисленными экспериментами, анализирующими формуемость данного сплава [161,162,262]. Повышение скорости до 5×10^{-3} $с^{-1}$ и выше, до заявленных целевых значений в 1×10^{-2} $с^{-1}$, снижает относительное удлинение до ~250-300% (рис.4.2в). Повышение температуры до 540 °С (0.96Тпл) ввиду роста зерна уменьшает оптимальную скорость до 5×10^{-4} $с^{-1}$ и относительное удлинение до 250%.

Скоростной интервал проявления сверхпластичности у AA5083 и Alnovi-U близок, однако равномерность течения и удлинения несколько выше у сплава с повышенным содержанием Mn, что позволяет усложнять формы деталей, но не допускает существенного повышения скоростного диапазона проявления сверхпластичности. Причины более низкой рекомендуемой температуры для формовки 480-500 °C в сплаве Alnovi-U заключаются в низкой стабильности зеренной структуры при более высоких температурах, вероятно, ввиду пониженного содержания хрома и огрубления дисперсоидов. Сплав 5083 с 0.1Cr сохраняет размер зерна ~8 мкм при 530-550 °C, а в Alnovi-U с 0.05Cr зерно растет до 9-10 мкм в данных условиях.

Для сравнения с модельными сплавами с нерекристаллизованной структурой исследовали промышленные листы сплавов со Sc разных систем легирования 1545к, 1977, 1370 (ГОСТ 4784–2019). Потенциально листы данных сплавов можно применять для сверхпластической формовки без специальной обработки. Содержание Mg в 1545к (Al-4.8Mg-0.3Mn-0.2Sc-0.1Zr) близко к AA5083 и основным изученным магналиям, сплав 1977 (Al-4.3Mg-3.8Zn-0.7Cu-0.1Zr-0.2Sc) с повышенным соотношением Mg/Zn близок по составу по основным элементам к экспериментальным сплавам системы Al-Zn-Mg-Cu, показатели сверхпластичности которых будут подробно описаны далее, 1370 – малолегированный авиаль с добавкой скандия состава Al-1.2Mg-1.1Si-1.2Cu-0.5Mn-0.1Ni-0.2Fe-0.05Sc-0.1Zr, также ставший основой для разработки сверхпластичного сплава.

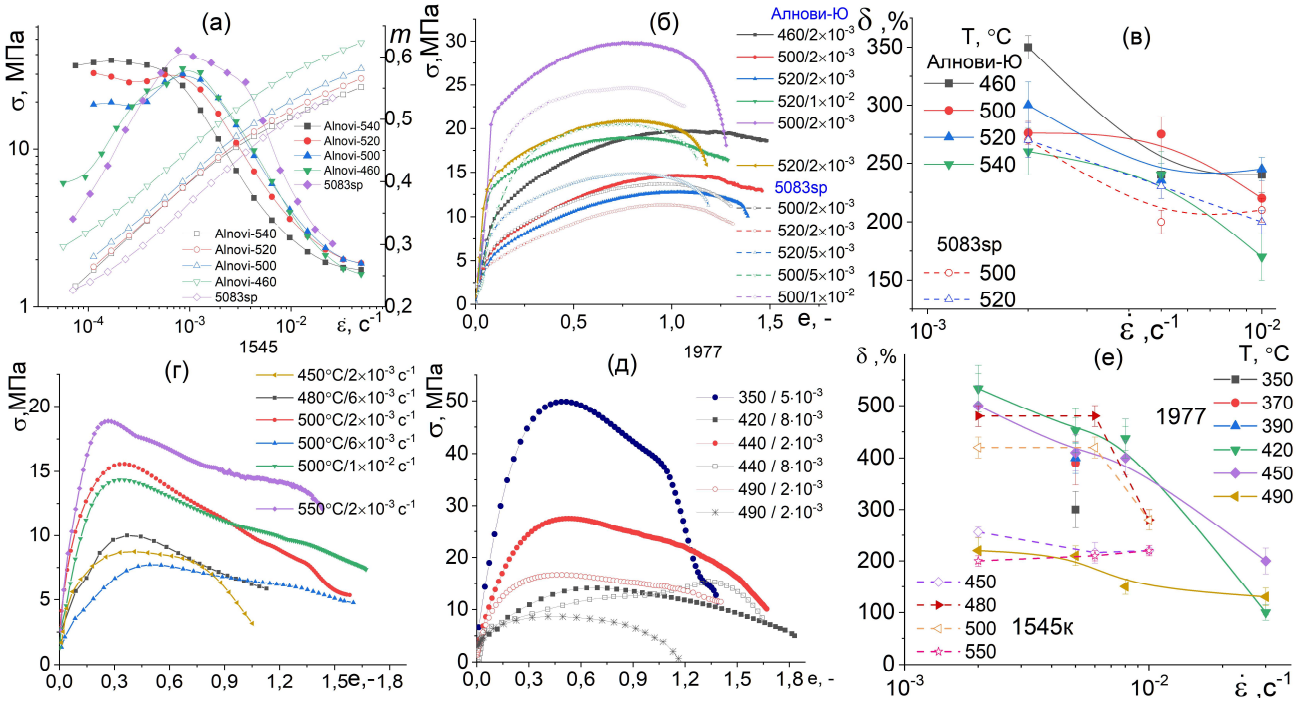


Рисунок 4.2 - Зависимости (а) напряжения и показателя *m* от скорости деформации для сплавов AA5083 и Alnovi-U, (б,г,д) напряжения от деформации при постоянной скорости деформации в сплавах (б) AA5083 и Alnovi-U, (г) 1545к, (д) 1977, (в,е) относительного удлинения от скорости деформации для (в) AA5083 и Alnovi-U (е) 1545к и 1977

Сплавы 1545к и 1977 имеют исходную нерекристаллизованную структуру при температурах до 550 и до 480 °С соответственно, с высокой долей МУГ>60% и размером субзерен 1-3 мкм (рис.4.1в,д,з). 1977 при температуре выше 480 °С и 1545к при 550 °С демонстрируют признаки аномального роста зерен (вторичной рекристаллизации), отдельные зерна вырастали до 50-100 мкм (рис.4.1е) [51,263]. Менее легированный авиаль 1370 частично рекристаллизуется при температурах 400-450 °С и полностью при 480-550 °С, размер зерна 12-18 мкм (рис.4.1ж).

В отличие от Mn- и Cr-содержащих сплавов, Sc-содержащие композиции при 350–550 °С и 10^{-3}-10^{-2} $с^{-1}$ разупрочняются на установившейся стадии, что указывает на протекание динамической рекристаллизации в процессе сверхпластической деформации (рис.4.2г-е). Сплав 1545к имеет наиболее продолжительное равномерное течение с удлинением 480±20% при температурах 480-500 °С и постоянной скорости 5×10^{-3} $с^{-1}$. Сплав 1977 показывает устойчивое течение при аналогичных скоростях деформации. Максимальные значения δ = 400-500% - при 420-450 °С и $(2\text{-}8)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. При 1×10^{-2} $с^{-1}$ и выше после ~190-200% деформации развивается шейка. Повышение температуры до 480-490 °С приводит к уменьшению удлинений, что объяснимо огрублением дисперсоидов с $L1_2$ структурой и снижением стабильности зеренной структуры.

Промышленные листы сплава 1370 не проявляют признаков сверхпластичности в диапазоне температур 440-550 °С и скоростей деформации 10^{-4}-10^{-2} $с^{-1}$. Несмотря на показатель скоростной чувствительности больше 0.3, относительные удлинения на уровне 150-170%. Разработка авиалей актуальна ввиду меньшей критической скорости закалки, чем прочих термически упрочняемых сплавов, что снизит риск коробления сложнопрофильных изделий.

Проанализируем связь размера зерна и показателей сверхпластичности с составом твердого раствора и параметрами частиц вторых фаз для разных модельных сплавов с целью выявления факторов управления состоянием сверхпластичности и достижения этого эффекта в сплавах разных систем легирования.

4.1.2 Экспериментальные сплавы с исходной рекристаллизованной структурой

В присутствии дисперсоидов Al_6Mn/$Al_6(MnCr)$/ε($Al_{18}Mg_2Cr_3$) фаз размерами 45-90 нм исходная структура сплавов представлена рекристаллизованными зернами с >90% ВУГ (рис.4.3-4.5) вне зависимости от содержания Mg, Zn, Mn и Cr. ДОЭ-анализ не выявил значимых различий в доле специальных границ, кристаллографической текстуре или преимущественных ориентировках зерен в сплавах разных составов.

Размер зерна зависит от содержания магния в сплавах и от параметров дисперсоидов: плавно уменьшается с увеличением концентрации магния в двойных сплавах с 3-10%Mg и

проходит через минимум при ~6.5%Mg в присутствии Mn и Cr (рис.4.3а-г,4.5,4.6). Атомы Mg затрудняют движение дислокаций и замедляют возврат (см. Главу 3). Рост плотности дислокаций к моменту начала рекристаллизации при повышении содержания магния в растворе приводит к уменьшению размера зерна из-за низкой склонности к возврату и увеличения скорости зарождения центров рекристаллизации. Кроме того, анализ процессов ЗГ релаксации в присутствии Mg позволяет говорить об ограничении подвижности границ зерен при увеличении его концентрации [119], что также допустимо ввиду ЗГ сегрегаций атомов Mg [264,265]. Таким образом, увеличение концентрации Mg в сплавах, при прочих равных, способствует росту скорости зарождения центров рекристаллизации и ограничению линейной скорости роста зерен.

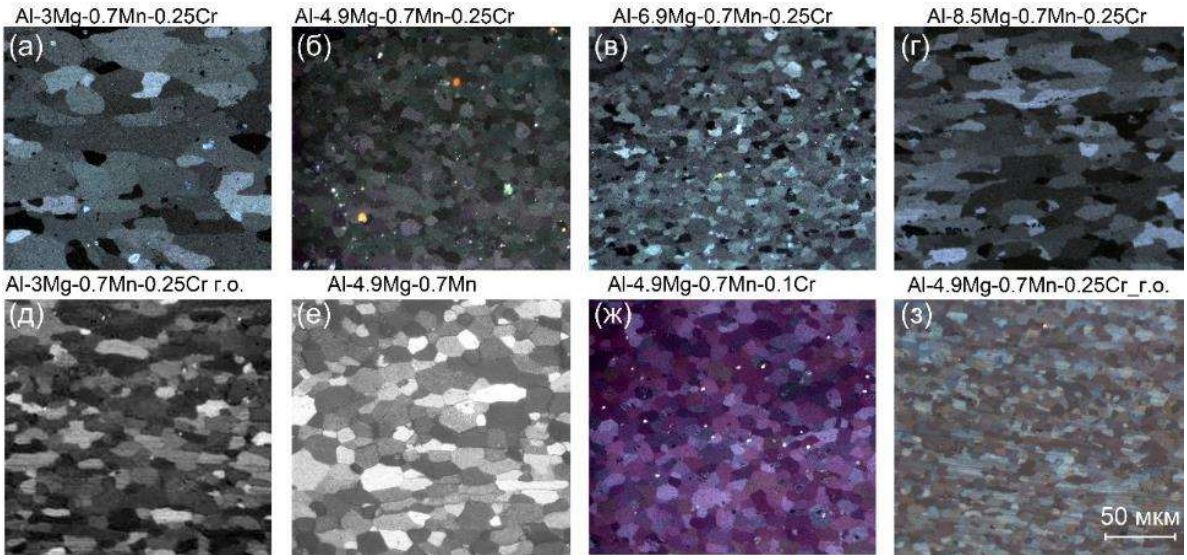


Рисунок 4.3 - Зеренная структура сплавов с разным содержанием магния (а,д) 3% (б,е-з) 4.9%, (в) 6.9%, (г) 8.5% и переходных металлов (а-д,з) 0.7%Mn и 0.25%Cr, (е) 0.7%Mn, (ж) 0.7%Mn и 0.1%Cr, полученных по технологии (а-г,е,ж) без гетерогенизационного отжига (д,з) с промежуточным гетерогенизационным отжигом при 0.9Тсольвуса [52,62]

Размер и форму зерен определяют параметры дисперсоидов (Глава 2). Дисперсоиды *I*-фазы размером ~30 нм сдерживают рекристаллизацию до ~400 °С. При более высоких температурах (выше 0.8Тпл) формируется грубая зеренная структура с КФ=0.4–0.5 (рис.4.5а,в,д,ж) [47,96]. Из-за низкой термической стабильности I-фаза трансформируется в Al_6Mn, частицы огрубляются и не эффективно ограничивают рост зерен. Как результат, сплавы не сверхпластичны, удлинения – менее 200%, *m* – менее 0.3.

Частицы фаз $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)/Al_{18}Mg_2Cr_3$, формирующихся при отжиге слитка при 460-480 °С (см. главу 2) и фрагментирующиеся до размеров 45-90 нм при ТМО, стимулируют рекристаллизацию, как показано в Главе 3, снижая ее температуру до 230-250°С. При подсолидусных температурах формируется микрозеренная структура с КФ до 0.85 и средним размером зерна 6-11 мкм в зависимости от состава (рис.4.4). Огрубление структуры при концентрациях более ~6.5%Mg в сплавах с Mn (рис.4.6) обусловлено

изменением фазового состава – описанной в главе 2 агломерацией частиц фазы $Al_{18}Mg_2Mn_3$/ $Al_{18}Mg_2(Mn,Cr)_3$, которые ожидаемо слабее сдерживают рост зерен.

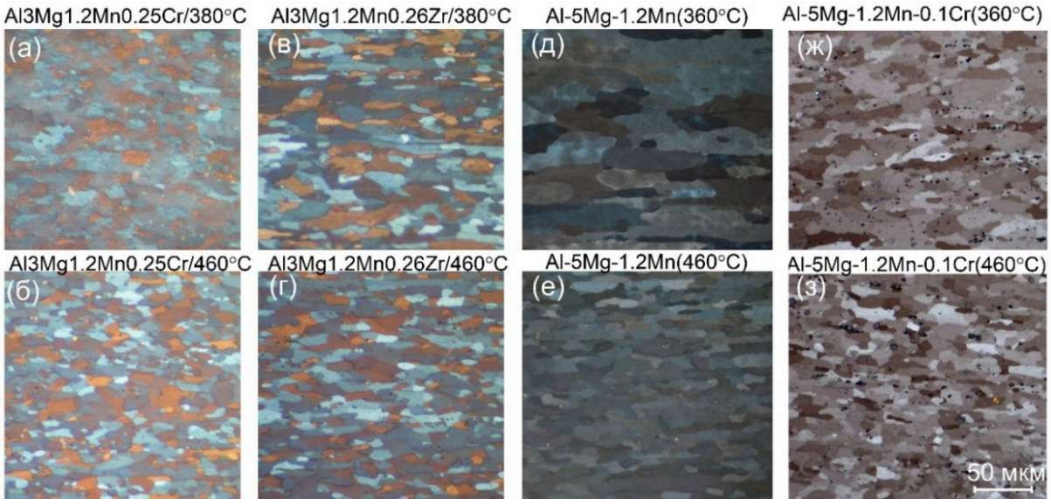


Рисунок 4.4 - Зеренная структура сплавов Al-Mg с 1.2%Mn при (а-г) 3%Mg [47] и (д-з) 4.9-5%Mg [96] после рекристаллизационного отжига при 520±10 ºС; (ж,з) сплавы с 0.1Cr, (а,б) 0.25Cr (в,г) с 0.26Zr; (а,в,д,ж) отжиг слитка 360-380 ºС, 8 ч, (б,г,е,з) отжиг слитка 460 ºС, 8 ч

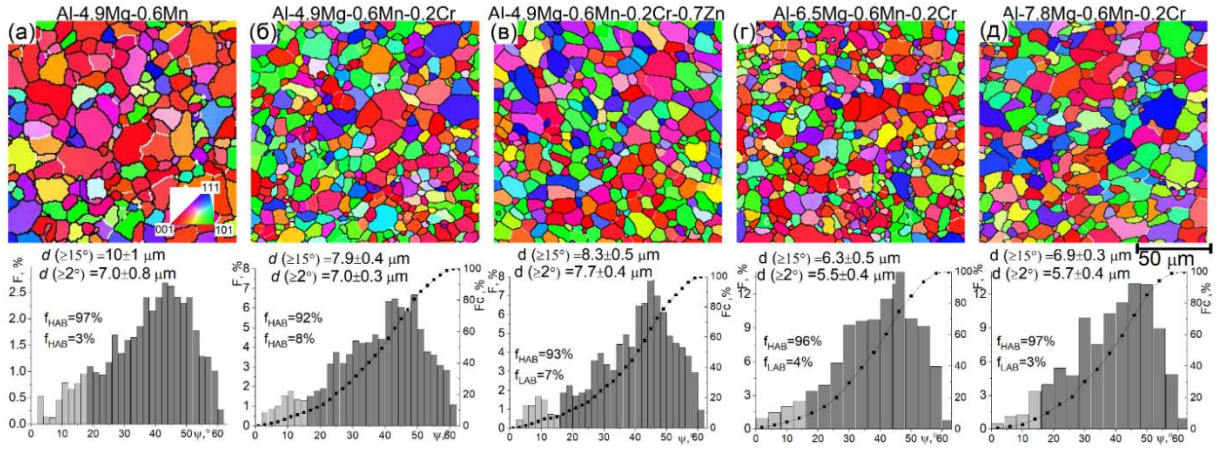


Рисунок 4.5 - Карты распределения границ зерен и гистограммы распределения разориентировок границ зерен в сплавах на основе системы Al-Mg-Mn разного состава (указаны над картами) после 20 мин отжига при $0.95T_{пл}$ [45,93,97]

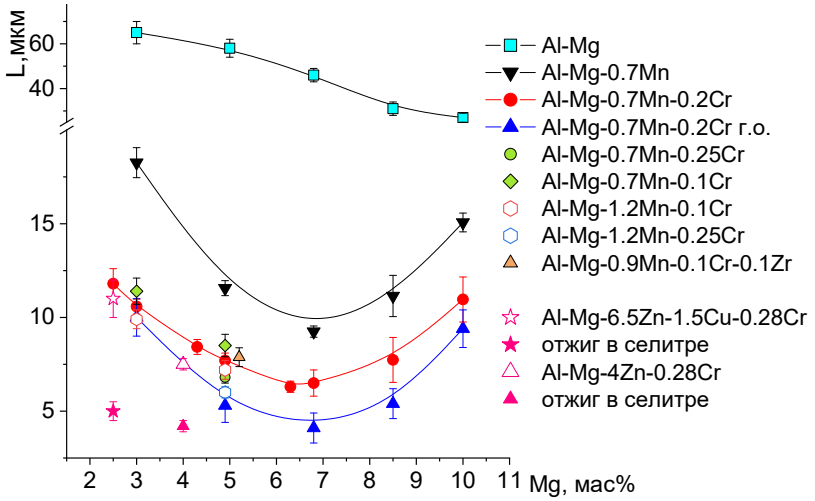


Рисунок 4.6 - Зависимость размера зерна от концентрации Mg в сплавах матричного типа разных систем легирования после постдеформационного отжига при $0.95T_{пл}$, обжатие 83±3% [111]

Максимальная равноосность зерен (КФ ~0.85) в сочетании с наименьшим их размером реализуется при 6.5% Mg. С практической точки зрения содержание Mg целесообразно ограничивать аналогичными значениями ~6.5%, поскольку это обеспечивает достаточную технологичность при прокатке и низкий риск коррозионного разрушения. Дополнительно ограничение по концентрации магния для сверхпластичных сплавов системы Al-Mg-Mn-(Cr) можно установить из-за огрубления зеренной структуры вследствие агломерирования $Al_{18}Mg_2Mn_3$ фазы.

Добавка хрома в сплавы Al-Mg-Mn приводит к уменьшению размера зерна в среднем на 1-2 мкм [41,45,52,103]. Эффект объясним ростом *f/d* и большей силой Зинера для более дисперсных частиц фаз $Al_6(Mn,Cr)$ и $Al_{18}Mg_2Cr_3$ среднего размера 45-50 нм по сравнению с Al_6Mn, размер которых 75-90 нм, и ростом объемной доли дисперсоидов. Увеличение до ~1.0-1.2%Mn при 0.1%Cr, допустимое при содержании не более 6 %Mg без формирования грубых первичных алюминидов, приводит к уменьшению среднего размера зерна на ≈1 мкм. Наименьший размер зерна ~6.5 мкм достигается при ~6.5-6.8%Mg, ~0.6-0.7%Mn и 0.1-0.25%Cr или ~4.9-5.8%Mg и ~1.0-1.2%Mn при условии использования высокотемпературной гомогенизации, обеспечивающей максимальную объемную долю дисперсоидов 4-6%. При этом избыток Mn приводит к образованию частиц эвтектического происхождения $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ размером после прокатки ~0.8 мкм, способных стимулировать рекристаллизацию, т.е. обеспечивает дополнительный механизм измельчения зерна.

Показатели сверхпластичности наиболее чувствительны к содержанию Mg и параметрам дисперсоидов: при увеличении концентрации Mg с 3 до 6.5-6.8 % оптимальная скорость деформации возрастает с 2×10^{-4} c^{-1} до 5×10^{-3} c^{-1}, растут удлинения с 200-250 до 350-450% (рис. 4.7, 4.8).

Добавка Cr при 0.6-1.2 %Mn снижает напряжение течения, повышает оптимальную скорость и удлинение. При содержании 1.0-1.2 % Mn оптимальным является 0.1-0.15 % Cr, увеличение содержания Cr до 0.25 % уже не дает преимуществ, тогда как в сплавах с 0.6-0.7 % Mn повышение концентрации Cr от 0.1 до 0.25 % эффективно улучшает показатели. Хром также повышает температурный интервал сверхпластичности ввиду стабилизации зеренной структуры. В сплавах с Al_6Mn дисперсоидами размером 75-90 нм, m и оптимальная скорость увеличиваются при повышении температуры до 530 °C, а при 540-550 °C происходит рост зерна и снижение удлинений, тогда как дисперсоиды размером 45-50 нм обеспечивают увеличение m и оптимальной скорости вплоть до подсолидусных температур. Добавка 0.1-0.15 %Zr к Mn- и Cr-содержащим сплавам уменьшает размер зерна примерно на 0.5 мкм и способствует снижению напряжения течения и росту удлинения.

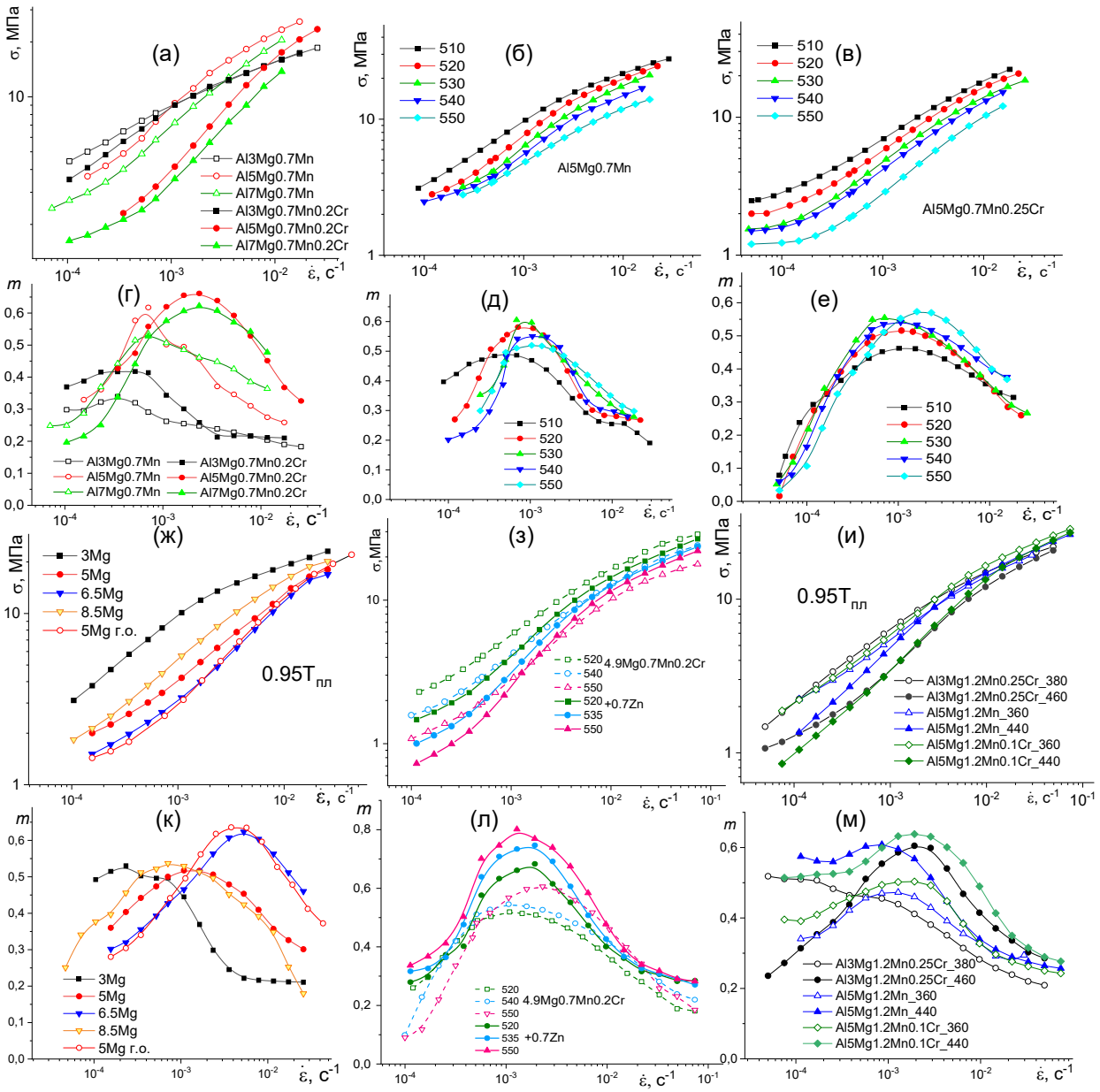


Рисунок 4.7 - Зависимости (а-в,ж-и) напряжения и (г-е,к-м) показателя скоростной чувствительности напряжения *m* от скорости деформации для сплавов Al-(3-8.5)%Mg-(0.7-1.2)%Mn-(0.1-0.25)Cr-(0.7Zn) (температуры и составы сплавов указаны в легенде) [111]

Легирование магналиев до 0.8 %Zn, не меняя исходный размер зерна, приводит к снижению напряжения течения, повышению *m* и относительного удлинения при сохранении скоростного диапазона сверхпластичности (рис. 4.7з,л, 4.8).

В сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr удается получить более мелкозернистую структуру при применении промежуточного гетерогенизационного отжига с выделением фазы Al_3Mg_2, стимулирующей рекристаллизацию (24-32 часа отжига при температуре 0.9 $T_{сольв}$) [62] (синяя кривая на рис. 4.6). Минимальный размер зерна 4.8 мкм формируется при ~6.5%Mg в сплаве с 0.6-0.7%Mn и 0.2-0.25%Cr. Более мелкое зерно (на 1-2 мкм), полученное по технологии с гетерогенизационным отжигом в сплавах с Al-(5-6)%Mg-(0.6-0.7)%Mn-(0.2-0.25)%Cr, обеспечивает дополнительный рост скоростной чувствительности

с 0.5 до 0.6 и оптимальной скорости деформации с (1-2)×10^{-3} до (4-6)×10^{-3} $с^{-1}$, снижение напряжения течения и рост удлинений в 1.3 раза (рис.4.7ж,к, 4.8). Однако нужно отметить ухудшение технологичности при прокатке (растрескивается кромка листа) при использовании гетерогенизационного отжига в сплавах с >5%Mg ввиду высокой доли частиц β-фазы.

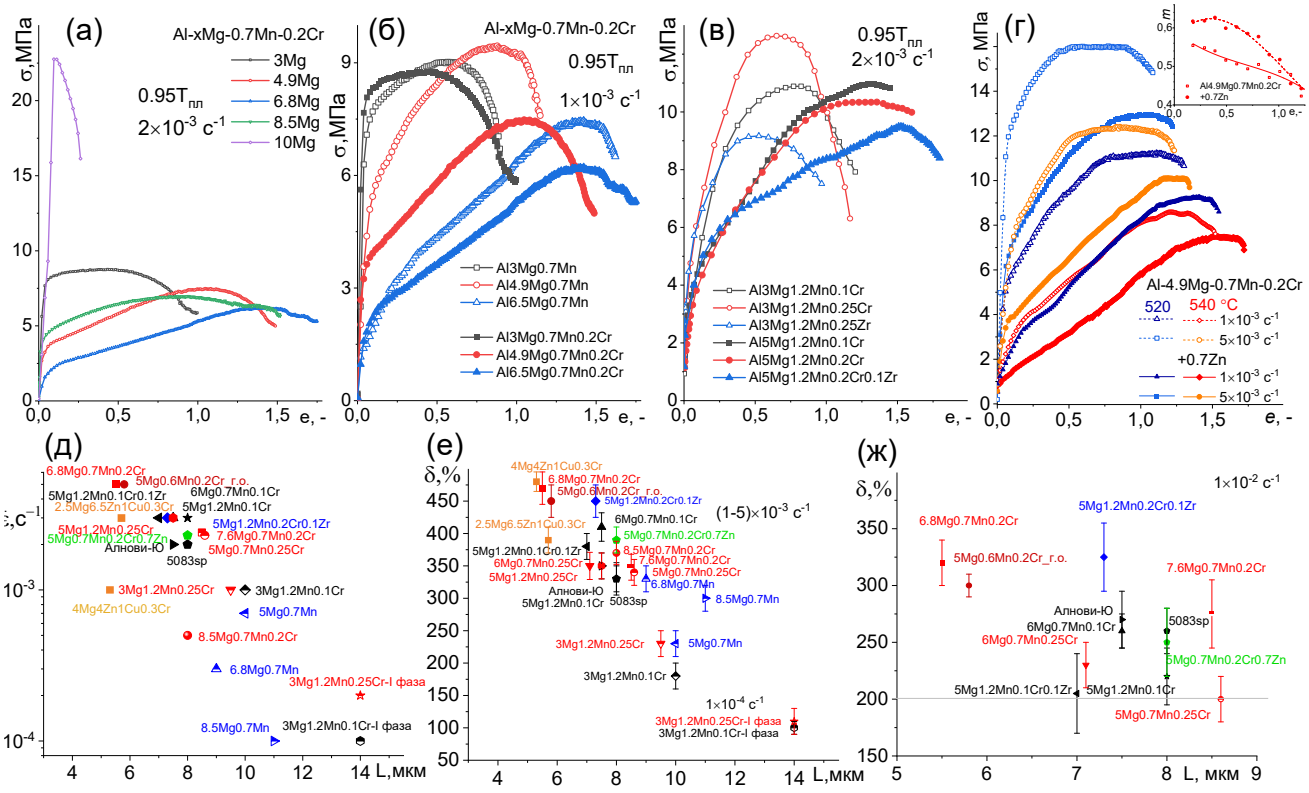


Рисунок 4.8 – (а-г) Кривые деформации для сплавов Al-3Mg-(0.7-1.2)Mn-(0.1-0.25Cr) с матричным типом структуры с разным содержанием магния и дисперсоидообразующих элементов (режимы деформации и составы указаны в легенде); (г) влияние 0.7%Zn на деформационное поведение сплава Al-4.9Mg-0.7Mn-0.2Cr и (д) значения оптимальной скорости деформации и (е,ж) относительные удлинения (е) при оптимальной скорости и температуре деформации и (ж) при 1×10^{-2} $с^{-1}$ для разных сплавов (содержание легирующих элементов указано вблизи точек) [111]

Критически важным для достижения сверхпластичного состояния в сплавах с основным дисперсоидообразующим элементом Mn является высокотемпературный отжиг слитка при 460-480 ºС для выделения дисперсоидов фазы $Al_6(Mn,Cr)$, которые после ТМО имеют размер ~45-50 нм. Частицы *I* фазы, выделяющиеся при 350-380 ºС, сдерживают рекристаллизацию до 400 ºС, но огрубляются при более высоких температурах, необходимых для СП состояния и не обеспечивают микрозеренную структуру. Для анализа влияния содержания Mg на размер зерна и показатели сверхпластичности в высокопрочных сплавах сравним сплавы Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr (состав AA7475) и Al-4Zn-4Mg-1Cu-0.28Cr с повышенным содержанием магния, т.е. разным соотношением Zn/Mg. Оба сплава получали по технологии с гетерогенизационным отжигом и ~83% обжатием при прокатке и в обоих сплавах структура стабилизирована дисперсоидами фазы ε-$Al_{18}Mg_3Cr_2$ размером около 45 нм

(Глава 2). При этом, равномерное выделение микронных частиц Т-фазы в сплаве с повышенным содержанием Mg не требует промежуточной закалки. Отжиг можно проводить непосредственно после горячей прокатки.

При температуре 470 °С в сплаве с 2.5%Mg (7475) средний размер зерна 9.5±0.5 мкм (рис.4.9а), а с ростом температуры до 515-530 °С – увеличивается до (11-14)±1 мкм. Повышение содержания магния до 4%, при меньшем содержании цинка, обеспечивает средний размер зерна 7.0±0.3 мкм (КФ=0.85), т.е. размер зерна меньше в 1.4 раза (рис.4.9в). В данных сплавах меньший размер зерна формируется при использовании промежуточного высокоскоростного нагрева в расплаве селитры. Средний размер зерна перед началом деформации уменьшается до 5.0±0.3 мкм при 2-2.5%Mg и 4.3±0.3 мкм при 4-4.5%Mg (рис.4.9б). При повышении содержания магния снижается чувствительность размера зерна к скорости нагрева, что также следствие уменьшения подвижности дислокаций и склонности к полигонизации.

В сплаве Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr (AA7475) [63] с исходным размером зерна ~5 мкм, полученном при использовании высокоскоростного нагрева, значения m принимают максимальные значения среди исследованных сплавов ~0.7. При повышении температуры с 475 до 500–530 °С максимум m смещается в сторону повышения скорости с 1×10^{-3} до $(2\text{-}4)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. Наибольшее удлинение δ=370±30% обеспечивает постоянная скорость деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$ при температуре 500 °С. Исключение из цепочки операций высокоскоростного нагрева или гетерогенизационного отжига с предварительной закалкой приводит к огрублению структуры и отсутствию признаков сверхпластичности.

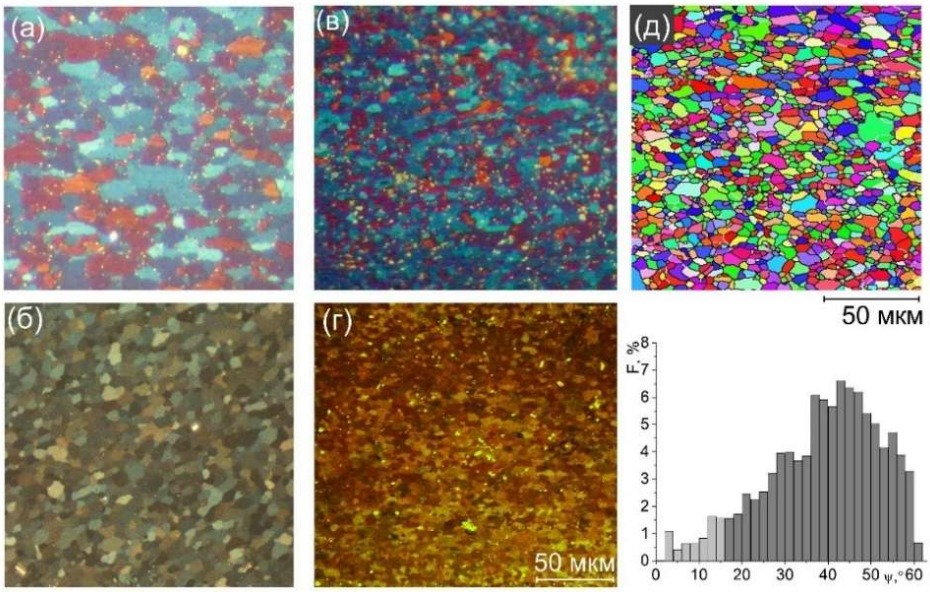


Рисунок 4.9 - Зеренная структура в сплавах Al-Zn-Mg-0.8Cu-0.28Cr с разным содержанием магния и цинка (а,б) 7475 (6Zn/2.2Mg) (в,г) (4Zn/4Mg) после нагрева (а,б) на воздухе (20 минут выдержки) и (б,г,д) в селитре (5 минут выдержки) при 480 °С; (а-г) световая микроскопия (д) карты ДОЭ с распределением углов разориентировки границ зерен

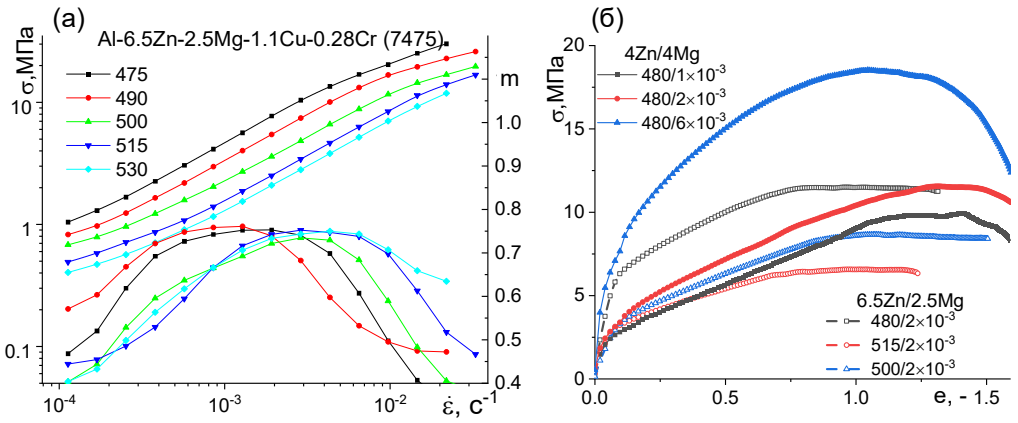


Рисунок 4.10 – (а) Зависимость напряжения и показателя скоростной чувствительности от скорости деформации в логарифмических/полулогарифмических координатах для сплава Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr [63] и (б) кривые деформации при постоянной скорости для Al-(4-6)Zn-(2.2-4) Mg-(1-1.1)Cu-0.22Cr [99] с Mg/Zn = 2.2/6% и Mg/Zn = 4/4%

Как и в магналиях, увеличение с 2-2.5 до 4-4.5 % Mg (при уменьшении содержания Zn), обеспечивает сверхпластичное состояние без использования предварительного высокоскоростного нагрева. Напряжения течения снижаются на 1-2 МПа, δ=300-380% при температурах 440-480 °С (гомологические 0.85-0.95$T_{пл}$) и при скоростях (1-2)×$10^{-3}$$с^{-1}$. Предварительный нагрев в расплаве селитры повышает удлинения до 450-480%, т.е. также эффективен при повышенном содержании магния в сплаве ~4 %Mg. Однако сплав проявляет признаки сверхпластичности и без данной операции.

Сверхпластичные листы 7475 требуют высокоскоростного нагрева, что в совокупности со сложной технологией производства с промежуточной закалкой и гетерогенизацией приводит к росту стоимости продукта. Несмотря на отсутствие дорогостоящих элементов в 2010-2020 годах цена сверхпластичного листа данного высокопрочного сплава приближалась к 60-80 USD за 1 кг, что в 10 раз больше, чем стоимость листа сплава 5083sp. Высокая стоимость листа и низкие скорости формовки ограничивают области применения сплава. Применение для СПФ сплавов с повышенным соотношением Mg/Zn выглядит предпочтительнее ввиду более простой технологии производства – без закалки и меньшей чувствительности к скорости нагрева. Данное направление в настоящее время развивают AMAG (Австрия), производители алюминиевой продукции, в том числе сверхпластичных листов.

Промышленные авиали – сплавы на основе системы Al-Mg-Si-Cu, не сверхпластичны, вероятно ввиду малолегированного твердого раствора и выраженной склонности к статическому и динамическому росту зерен. Сплав-сравнения данной группы типа AA6033 без Al_3(Sc,Zr) фазы имел размер зерна более 20 мкм, относительное удлинение менее 200%, а показатель *m* менее 0.3 [90]. Сформировать микрозеренную структуру в авиалях можно путем применению многоступенчатого отжига-гетерогенизации с

контролируемой скоростью охлаждения с выделением Mg_2Si [143], но сверхпластичное состояние с удлинением 350-375% и m=0.5 получены при очень низких скоростях деформации (2-5)×10^{-4} $с^{-1}$.

Сплавы систем Al-Cu-Mg-Mn и Al-Cu-Mn с Cu в качестве основного компонента с матричной структурой в данной работе не рассматривали. Для сплавов данного типа Д19 и Д20 ранее под руководством В.К. Портного и И.И. Новикова разработаны технологии получения сверхпластичных листов. Сплавы сверхпластичны в области подсолидусных температур и сравнительно низких скоростей деформации <1×10^{-3} $с^{-1}$ с удлинением >200% при использовании высокоскоростного нагрева в селитре [266].

4.1.3 Экспериментальные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой

Зеренная структура в сплавах данной группы напрямую определяется плотностью распределения и размером $L1_2$-фазы, которые также, как и Mn-содержащие фазы зависят от режима отжига слитков и состава сплавов. Сплавы Al-(3-5)%Mg-0.25%Zr-(0.3Er), подвергнутые кратковременному отжигу слитка 350-450 °С, 8-10 ч, ввиду малой доли Al_3Zr фазы или содержащих только веерообразные $L1_2$ выделения, образованные путем прерывистого распада, после нагрева холоднокатаного листа выше 440 °С рекристаллизуются с L=18-20 мкм, КФ=0.4-0.55. Такие сплавы по параметрам структуры и деформационному поведению близки к Al-Mg-Mn с I –фазой и не сверхпластичны.

Дисперсоиды 7-12 нм $L1_2$-фазы с f >0.004 сдерживают рекристаллизацию до подсолидусных температур для всех групп сплавов (рис.4.11б-з, 4.12) [87,91,95,102,108]. Высокая доля $L1_2$-фазы формируется при повышенном содержании 0.25-0.3%Zr или 0.15-0.25%Zr в присутствии Sc, Er, Y при условии применения двухступенчатого отжига слитка (350-360 °С и 420-480 °С) [60,66,90]. Влияние многоступенчатого отжига менее выражено в сплавах со Sc [88]. Структура с преимущественно МУГ зерен сохраняется до (0.9-0.95)$Т_{пл}$ (рис.4.12). Размер единичных рекристаллизованных зерен, формирующихся при температурах 440–500 °С составляет 2-4 мкм.

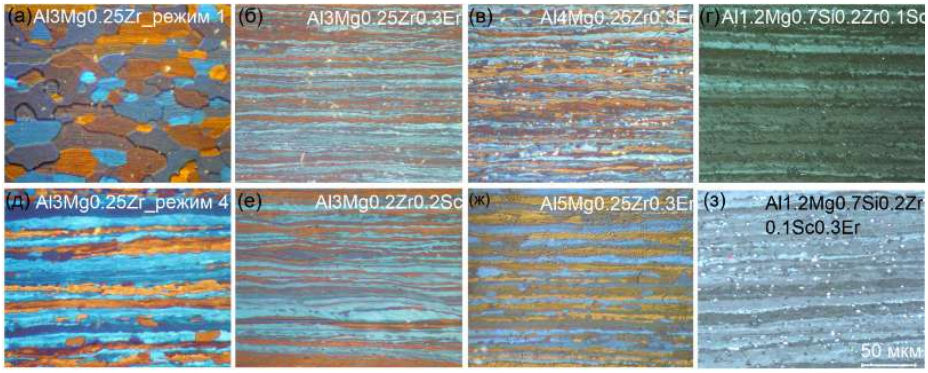


Рисунок 4.11 – Зеренная структура после отжига холоднокатанного листа при 480±20°С для сплавов разных составов и режимов обработки (обозначены на рисунке) [87]

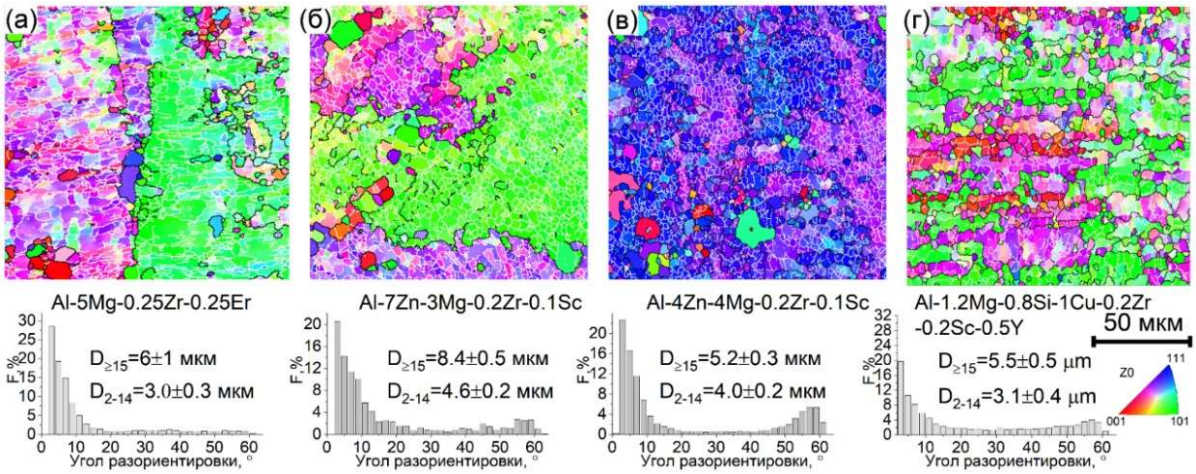


Рисунок 4.12 – ДОЭ карты распределения ГЗ после отжига при 460±20°С в сплавах разных составов и режимов обработки (обозначены на рисунке) [50,51,66,91]

Деформация сплавов с высокой долей $L1_2$-фазы на стадии устойчивого течения равномерная, но сопровождается разупрочнением (рис.4.13). Ввиду отсутствия геометрического разупрочнения и исходной нерекристаллизованной структуры сплавов, деформационное поведение подразумевает протекание динамической рекристаллизации и увеличение доли ВУГ, что подтверждается микроструктурным анализом (см. Главу 5).

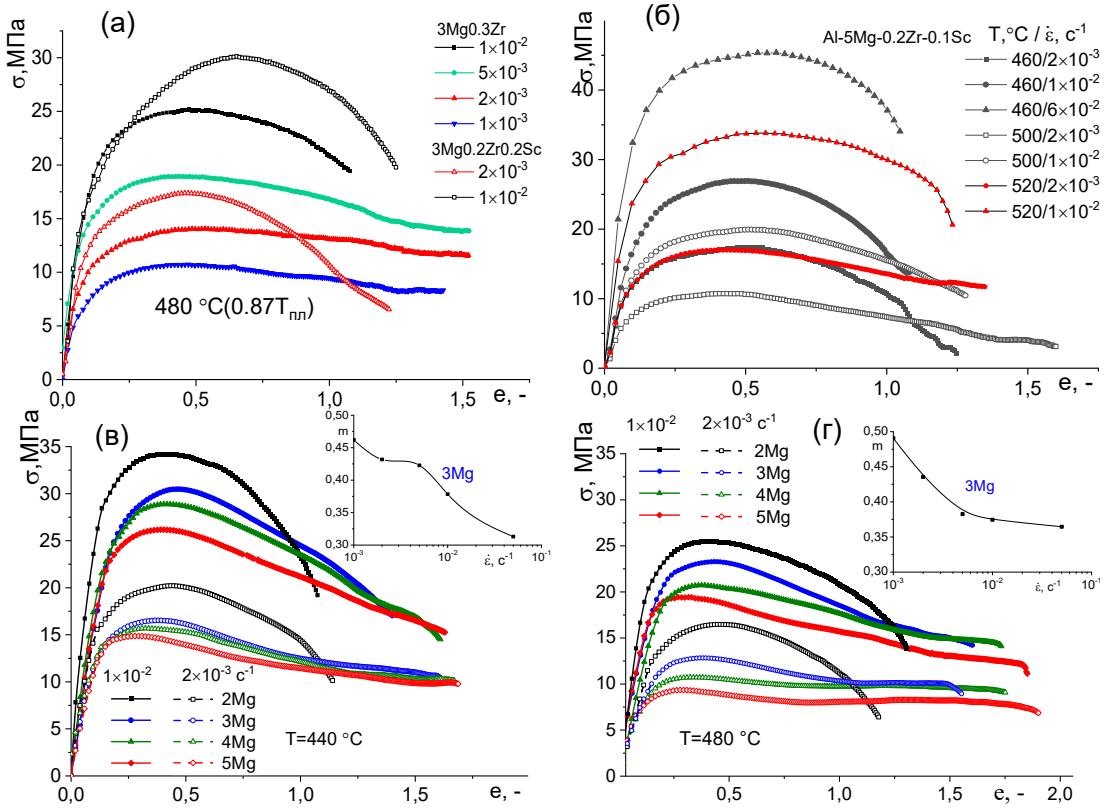


Рисунок 4.13 – Зависимости напряжения течения от деформации для сплавов (а) Al-3Mg-0.3Zr/0.2Zr-0.2Sc, (б) Al-4.8Mg-0.2Zr-0.1Sc, (в, г) Al-Mg-Er-Zr с исходной нерекристаллизованной структурой [91] (режимы деформации Т (°С) и $\dot{\varepsilon}$ (c^{-1}) указаны на графиках) [111]

Сплавы Al-Mg-0.2Zr-(0.1-0.2Sc) с 3-5% Mg демонстрируют 300-400% при скорости $(2\text{-}3)\times10^{-3}$ c^{-1} и температуре 480 °С, но только 200-300% при 10^{-2} c^{-1} (рис.4.13а,б). Значимый

эффект на сверхпластичное поведение магналиев при повышенных скоростях деформации в присутствии 0.25%Zr оказывает малая добавка Er, повышающая плотность дисперсоидов при сохранении их размера около 7 нм. Легирование Er сплавов с 0.25%Zr улучшает показатели сверхпластичности при скоростях до 1×10^{-2} $с^{-1}$ (рис.4.13а, 4.14а) [91].

Увеличение содержания Mg с 2-3 до 5% в системе Al-Mg-Zr-(Sc,Er) увеличивает δ с 200 до 400-600%, снижает напряжения течения, увеличивает *m*, способствует росту оптимальной скорости деформации [91] (рис.4.13в,г, 4.14). При этом наибольшие значения *m* и удлинения достигнуты при 480±20 °С, в сплавах со Sc при $(2\text{-}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$ в сплавах с Er при 5×10^{-3} - 1×10^{-2} $с^{-1}$. Эффект Er менее значителен при 0.1-0.15%Zr.

Для сплава с 2% Mg максимальное значение *m* ~0.3, относительное удлинение до разрушения 200-300 %, а измеренная энергия активации – 110-130 кДж/моль [91], т.е. близка к энергии гетеродиффузии атомов Mg в решетке Al (Q = 115-130 кДж/моль [253]). В качестве механизма, контролирующего деформацию сплава с 2%Mg в исследованном диапазоне температур и скоростей деформации можно предположить вязкое скольжение дислокаций. При этом деформационное поведение сплава при 440-480 °С (до $0.86T_{пл}$) и высоких скоростях деформации типично для горячей деформации, а *m*=0.32-0.35 и удлинения ~300% возможны только при 520°С (0.9Tпл) и $<5\times10^{-3}$ $с^{-1}$.

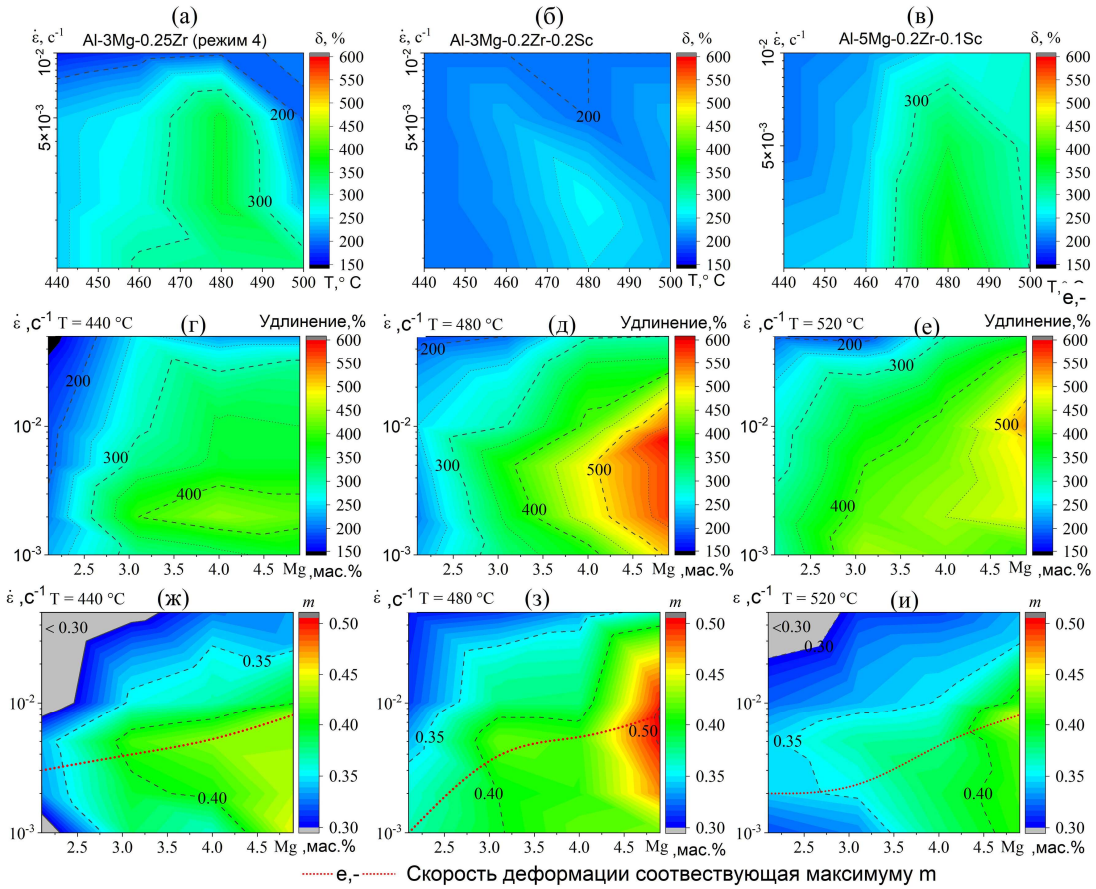


Рисунок 4.14 - (а-е) Зависимости удлинения и (ж-и) показателя *m* от скорости деформации и содержания магния в сплавах Al-(2-5)Mg-(0.2-0.25)Zr-(0.2Sc/0.3Er) с исходной нерекристаллизованной структурой [91]

Значения m=0.42-0.51, равномерное течение в широком диапазоне температур и скоростей деформации, удлинение 390-600 % обеспечиваются увеличением содержания Mg до 3.1-4.9%. В данных сплавах значения измеренной энергии активации 77-96 кДж/моль близки к энергии активации самодиффузии по границам зерен Al (84-86 кДж/моль [253,267]). Сходство между энергией активации самодиффузии по границам зерен и рассчитанной энергией активации сверхпластической деформации типично для сверхпластичного состояния [268] и считается признаком действия ЗГС.

В сплавах Al-(3.5-7)%Zn-(2.5-4.5)%Mg-0.8%Cu-(0.15-0.2)%Zr-0.1%Sc, полученных в одинаковых условиях, прослеживается аналогичная закономерность при изменении соотношения Mg/Zn (рис.4.15). С увеличением содержания Mg растут удлинения при температуре 480 °С и $2\cdot10^{-3}$ -$2\cdot10^{-2}$ $с^{-1}$, уменьшается напряжение течения. Показатель m повышается с 0.2-0.3 до 0.4-0.6 с увеличением степени деформации при 440–480 °С и 10^{-3}-10^{-2} $с^{-1}$, при этом значения m выше в сплавах с большим содержанием магния. Увеличение содержания скандия до 0.2% при 4.3%Mg приводит к росту максимальных удлинений с 340% до 500%, максимум m растет с 0.46 до 0.51. Сплав 1977 показывает 300-320% удлинения даже при низкой температуре деформации 350 °С и 5×10^{-3} $с^{-1}$ (рис.4.15в). Таким образом, при увеличении содержания скандия с 0.1 до 0.2% показатели сверхпластичности значимо улучшаются. Однако 0.1%Sc при 0.15-0.2%Zr обеспечивает сверхпластичное состояние при приемлемых скоростях деформации.

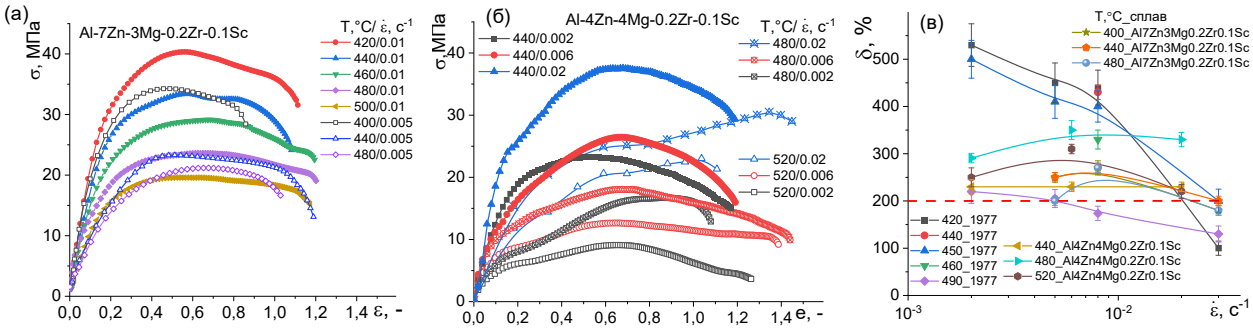


Рисунок 4.15 - Кривые напряжение-деформация при постоянной скорости деформации для сплавов (а) Al-7Zn-3Mg-0.7Cu-0.2Zr-0.1Sc (б) Al-4Zn-4Mg-0.2Zr-0.1Sc и (в) относительные удлинения в зависимости от скорости деформации при разных температурах (режимы деформации T (°C)-$\dot{\varepsilon}$ ($с^{-1}$) указаны в легенде) [111]

Сплавы с повышенным f/d для дисперсоидов $L1_2$-фазы и исходной нерекристаллизованной структуре сверхпластичны при скоростях до $(0.5\text{-}1)\times10^{-2}$ $с^{-1}$. Т.е. сверхпластичное состояние в высокопрочных сплавах с матричным типом структуры благодаря $L1_2$-фазе проявляется при в 3-5 раз более высоких скоростях.

Авиали с 1-1.2%Si при 0.05-0.2%Sc, в том числе сплав 1370, рекристаллизуются статически частично или полностью и не проявляют признаков сверхпластичности, относительное удлинение не более 220% и m<0.3. Снижение содержания Si до 0.8%

уменьшает долю V-$AlSc_2Si_2$ фазы кристаллизационного происхождения, повышая долю $L1_2$-Al_3(Sc,Zr) дисперсоидов и обеспечивая сверхпластичное состояние.

Относительное удлинение >400% достигается при температуре 480-500 °C и постоянных скоростях деформации 10^{-3}-10^{-2} c^{-1} с максимумом удлинения при 5×10^{-3} c^{-1} (рис.4.16). Увеличение содержания с 0.1 до 0.2%Sc не дает улучшения показателей сверхпластичности. Более существенное значение имеет состав твердого раствора и содержание основных элементов в сплавах данной группы (рис.4.16а). Увеличение с 1.2 до 2%Mg, дополнительное легирование Zn (0.7%) и Cu (~1%) увеличивают удлинения и равномерность течения (рис.4.16в-д). Как и в остальных динамически рекристаллизующихся сплавах, при увеличении деформации до 1-1.2, *m* увеличивается с ~0.3 до 0.4 (рис.4.16в), что обусловлено ростом доли высокоугловых границ и вклада ЗГС. Zn повышает *m* наиболее существенно до 0.47, что может быть связано с облегчением ЗГС и его аккомодации.

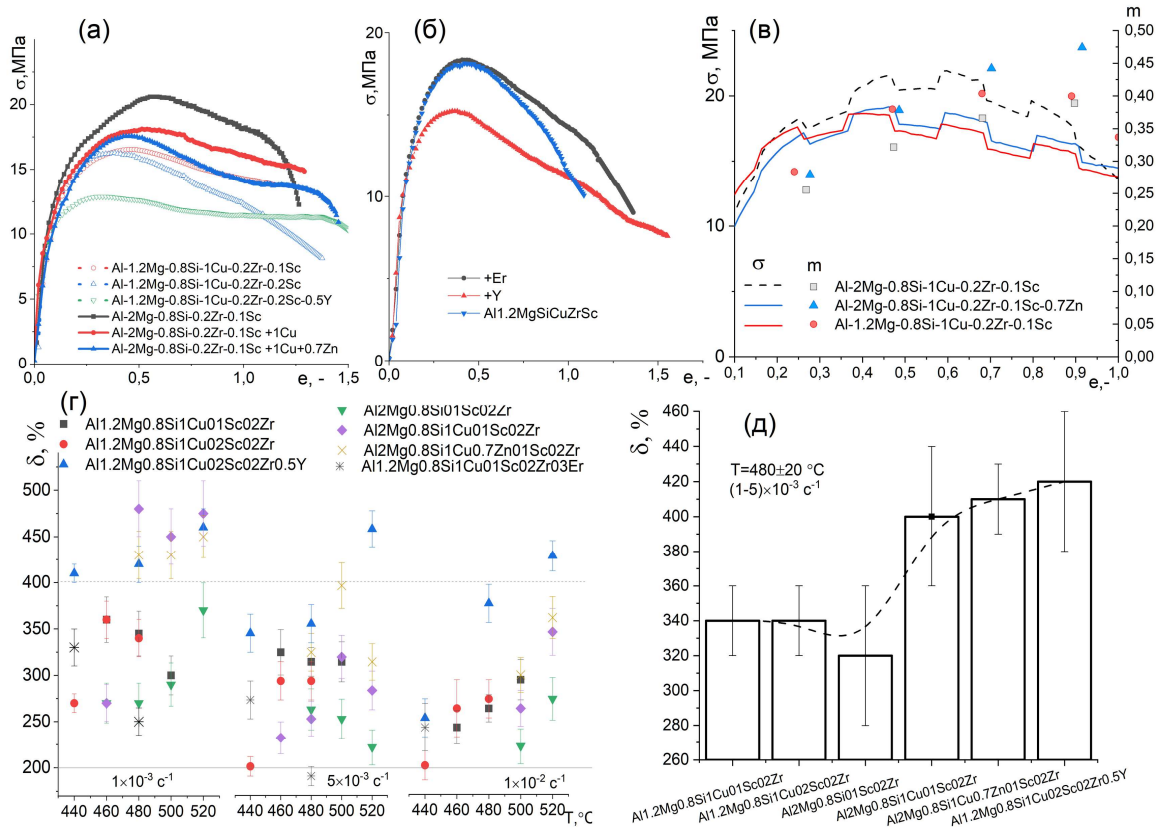


Рисунок 4.16 – (а,б) Сравнение деформационного поведения при 480 °C и 5×10^{-3} c^{-1}, (в) кривые при деформации со ступенчатым увеличением скорости на 20% и эволюция коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения при деформации, (г) значения относительного удлинения в исследованных температурно-скоростных условиях деформации, (д) средние значения удлинений при 480±20 °C и $(1\text{-}5)\times10^{-3}$ c^{-1} для сплавов разного состава [111]

Дополнительное легирование 0.5%Y авиалей со Sc и Zr [90] увеличивает *m* и удлинение на 100-200%, обеспечивает снижение напряжения во всем интервале скоростей (рис. 4.16б). Легирование Er и Y позволяет снизить температуру проявления

сверхпластичности в авиалях и сплавы показывают 300-350% при 440 °С. Введение 0.3-0.5%Er приводит к росту удлинения при пониженной температуре деформации 440 °С: с 200-220% в сплаве Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc, до 300-320% в Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc-Er (рис.4.16б,г). Отметим, что влияние Y и Er в авиалях заключается не в росте силы Зинера, а скорее в формировании частиц кристаллизационного происхождения размером около 1 мкм, которые стимулируют зародышеобразование при рекристаллизации.

Рост удлинения и более равномерное течение сплавы с $L1_2$ дисперсоидами демонстрируют при снижении температуры деформации до 440-480 °С, т.е. ниже, чем сплавы с Al_6Mn/ε, показатели сверхпластичности которых улучшаются при приближении к солидусу.

При одинаковых скоростях деформации в сплавах с высокой плотностью $L1_2$-фазы, относительное удлинение в 1.5–2 выше, чем в сплавах с $Al_6(Mn,Cr)/\varepsilon$ дисперсоидами и исходной рекристаллизованной структурой. Сверхпластичное состояние благодаря $L1_2$-фазе проявляется при более высоких скоростях деформации в 2-5 раз (рис.4.22), оптимальная температура при этом снижается с 0.95-0.97 до 0.85-0.92 $T_{пл}$ [111].

Для повышения скорости сверхпластической деформации эффективно легирование магнием и цинком, добавка которого (~1%) позволяет улучшить показатели сверхпластичности магналиев и авиалей. Для обеспечения термической стабильности структуры важно обеспечить высокую плотность распределения дисперсоидов, сформированных Mn и Cr или Zr и РЗМ. Последние ввиду большей дисперсности обеспечивают повышенную стабильность и лучшие показатели.

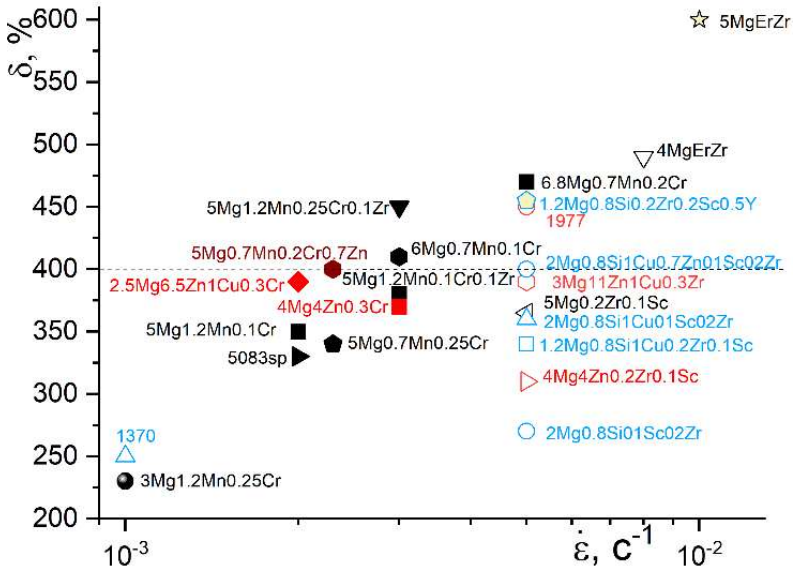


Рисунок 4.17 - Относительное удлинение при оптимальной скорости деформации для сплавов с матричным типом структуры (сплошные символы – сплавы с Mn/Cr, выколотые символы – с $L1_2$ фазой)

Близкий уровень скоростей деформации при которых проявляется сверхпластичное состояние и уровень относительных удлинений, демонстрировали промышленные матричные сплавы и их лабораторные аналоги, полученные в условиях повышенных скоростей кристаллизации (~10-15 против ~5-7К/с), в том числе при максимальном содержании дисперсоидообразующих элементов (Mn, Cr), что говорит о предельных

свойствах для сплавов данной системы в условиях получения листа прокаткой. Для формирования более мелкого зерна и требуется интенсификация пластической деформации за счет внешних технологических или внутренних структурных факторов.

4.2 Сплавы на основе алюминия с псевдоматричным типом структуры и эвтектической составляющей, полученные прокаткой

Как и в матричных сплавах, структуру сплавов с повышенной долей 4-7% частиц вторых фаз микронных размеров 0.7-1.9 мкм можно поделить на две подгруппы в зависимости от параметров дисперсоидов (1) сплавы, содержащие дисперсоиды фаз с Mn- и Cr- среднего размером 30-60 нм с расчетной объемной долей ~0.03-0.06, имеющие рекристаллизованную структуру, и (2) сплавы, содержащие дисперсоиды $L1_2$-фазы среднего размера 7-15 нм с расчетной объемной долей ~0.004-0.005, рекристаллизация в прокатанных листах которых при нагреве проходит только частично. Сравниваемые сплавы получены в близких к сплавам с матричным типом структуры условиях, с использованием аналогичных скоростей охлаждения при литье, горячей прокатки и прокатки при комнатной температуре на 70-83%.

4.2.1 Псевдоматричные сплавы с исходной рекристаллизованной структурой

Сплавы данного типа имели однородную рекристаллизованную зеренную структуру с доминирующими углами разориентировки 40-50° после 20 минут отжига при ~0.92-0.95$T_{пл}$ (рис. 4.18, 4.19). По результатам анализа матричных сплавов и данных о фазовом составе для сплавов с Ni/Fe/Ce, концентрация Mg выбрана от 4.5 до 6%. В сплавах данной группы размер зерна уменьшается не только с ростом *f/d* для дисперсоидов (при их наличии), но и с увеличением доли частиц микронного размера. Введение эвтектикообразующих добавок способствует измельчению зерна относительно матричных композиций благодаря стимулированию зародышеобразования при рекристаллизации крупными частицами.

В сплавах, содержащих никель без железа, добавка марганца огрубляет зеренную структуру: коэффициент формы снижается до 0.3-0.5. Mn огрубляет Ni-содержащую фазу, ослабляя способность стимулировать образование зародышей. Кроме того, связывание марганца в фазы кристаллизационного происхождения уменьшает его дисперсоидообразующий эффект. Напротив, когда сплавы легированы железом и никелем совместно, формируются равноосные частицы Al_9FeNi, в которых марганец не выявлен. В этом случае частицы имеют более равноосную форму и эффективно стимулируют зародышеобразование, а Mn обеспечивает полноценное дисперсоидообразующее действие.

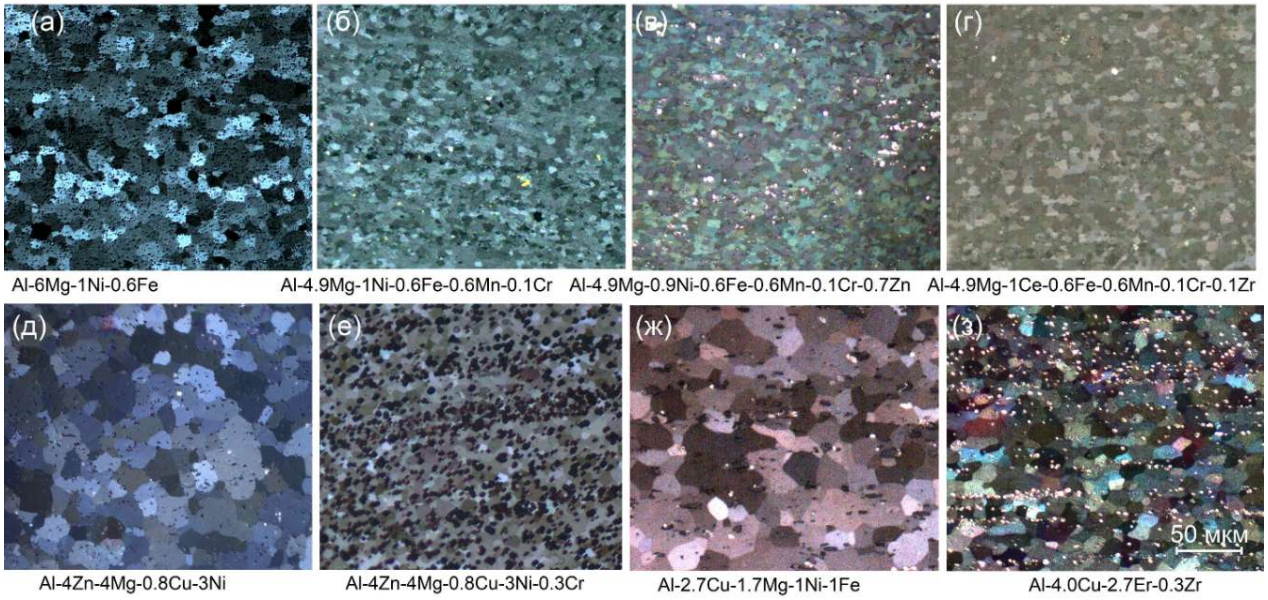


Рисунок 4.18 - Зеренная структура сплавов псевдоматричного типа после отжига при 0.95Тпл 20 мин (составы сплавов указаны под микроструктурами)

При концентрации магния 4.8-4.9% Mg с 5-7% крупных Ni, Fe, Ce-содержащих частиц d=0.6-1.5 мкм (f/d= 0.04-0.1 мкм$^{-1}$) исходный размер зерна 8-9 мкм (рис.4.25а, 4.26а), т.е. близок к сплавам с матричным типом структуры с аналогичным содержанием Mg и 3-4% дисперсоидов d=45-50 нм и на порядок большим значением f/d>0.6 мкм$^{-1}$. В присутствии эвтектических частиц (f_e=5-6%, d_e=0.7 мкм) и дисперсоидов Al_6(Mn,Cr,Fe) размером 50-70 нм средний размер зерна 5.1-5.3 мкм при КФ=0.85-0.89 (рис.4.23б,г 4.24б-в). Добавка ~0.1-0.15%Zr уменьшает размер зерна на 0.3-0.5 мкм.

При высокой плотности равноосных выделений *I*-фазы размером ~36 нм, содержащих Mn, Fe и Cr размер зерна уменьшается до 4.5-4.7 мкм при КФ=0.87. В данных сплавах рекристаллизация обеспечена эвтектикообразующими элементами, а более мелкие частицы I-фазы (~36 нм против ~50 нм) способствуют уменьшению среднего размера зерна при подсолидусных температурах. Кроме стимулирующего эффекта крупных частиц, может оказывать влияние, обнаруженное нами растворение Fe и Cr в I фазе, и повышение ее термической стабильности. В этом ключе псевдоматричные сплавы отличаются от матричных сплавов с повышенным содержанием марганца, в которых I-фаза сдерживает рекристаллизацию, приводя в итоге к огрублению структуры при температурах >400 °С.

Таким образом, сравнением серии сплавов с близким содержанием магния и разными параметрами частиц показано, что формирование в структуре частиц двух мод (микронных эвтектических и дисперсоидов) приводит к значительному уменьшению среднего размера зерна с 8-9 до ~4-5 мкм при ~4.8-4.9%Mg, а при 5.6-5.9% - размер зерна 3.8±0.3 мкм (рис.4.19ж).

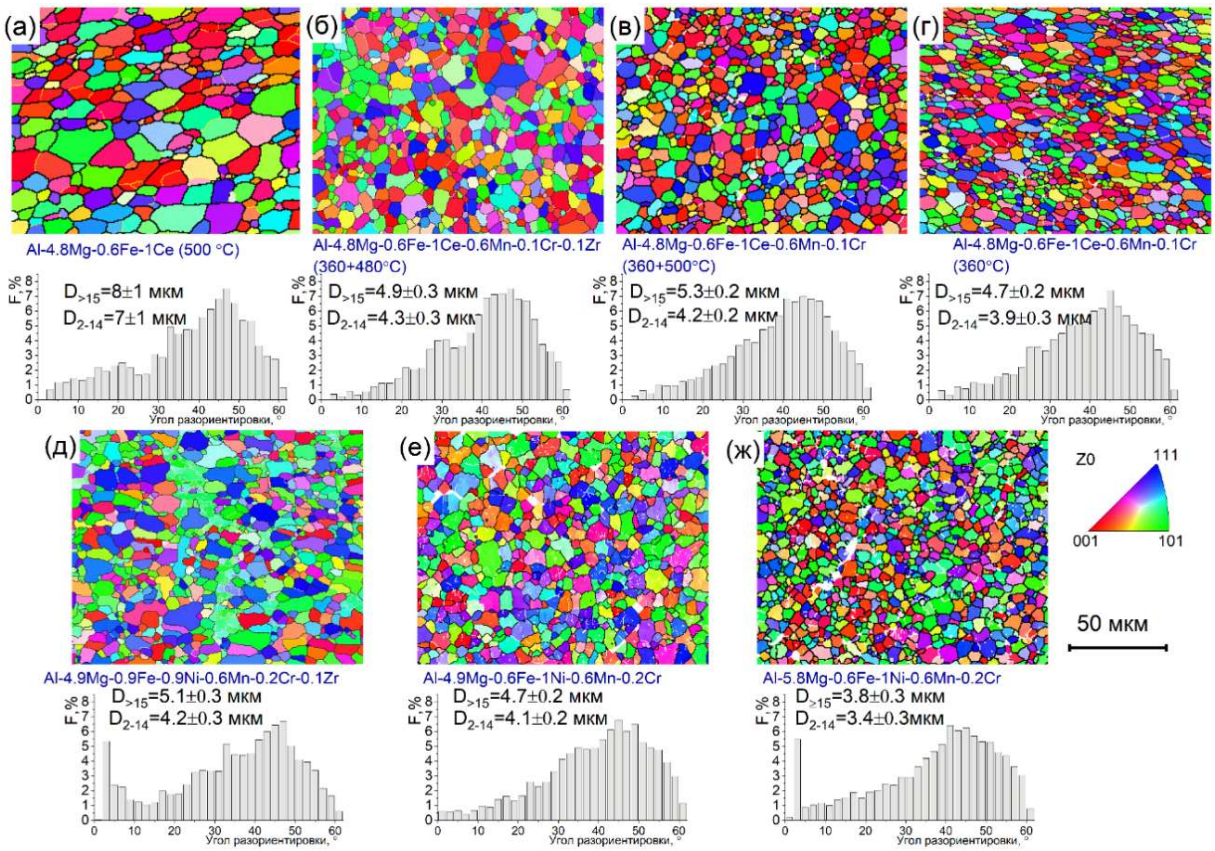


Рисунок 4.19 - ДОЭ-карты после 20 минут отжига при 540 °С (светлые линии – угол разориентировки 2-14°, черные линии – угол разориентировки ≥15°), врезки под картами-гистограмма распределения углов разориентировки зерен. Сплавы и средние размеры зерен/субзерен обозначены на рисунках [72,73,76,116]

Благодаря формированию структуры псевдоматричного типа в группе магналиев с дисперсоидообразующими Mn и Cr (системы **Al-Mg-Fe-Ni/Ce-Mn-Cr**) были достигнуты существенно более высокие значения оптимальной скорости деформации и относительных удлинений, чем магналиях с матричной структурой (данные для сплава Al-4.9Mg-1.2Mn-0.1Cr приведены для сравнения на рис.4.20). Показатель m >0.5 до скоростей 5×10^{-3}-1×10^{-1} $с^{-1}$, относительные удлинения 400% при скорости 10^{-2} $с^{-1}$, и 500-650% при (5-8)$\times10^{-3}$ $с^{-1}$ (рис.4.20). Повышение температуры с 500 до 540 °С, т.е. до 0.94-0.97$Т_{пл}$ (в зависимости от %Mg), приводит к росту m, оптимальной скорости деформации и удлинений (рис.4.21).

Максимальную для данной группы сплавов оптимальную скорость деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ при температуре 0.97$Т_{пл}$ по результатам испытаний с пошаговым увеличением скорости деформации показал псевдоматричный сплав Al-(5.6-6.0)%Mg-(0.6-0.7)%Fe-(0.9-1)%Ni-(0.6-0.7)%Mn-(0.1-0.15)%Cr-0.1%Zr (рис.4.20в звездочки), m>0.5 до скоростей деформации 1×10^{-1} $с^{-1}$. Относительные удлинения в данном сплаве достигают 380-400% при 1×10^{-2} и 600% при (1-5)$\times10^{-3}$ $с^{-1}$ (рис.4.21г). Снижение температуры до 500-520 °С приводит к уменьшению удлинений в сплаве до 250-300%.

Для сплава Al-4.8Mg-0.6Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr показано, что введение малой добавки цинка (0.6-0.8%), не влияя на исходный средний размер зерна, увеличивает m и

оптимальную скорость деформации (рис.4.20б,в), снижает напряжение и увеличивает удлинения (рис.4.21в). Как и в матричных сплавах, цинк в магналиях с псевдоматричным типом структуры обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности. Цинк входит в твердый раствор на основе алюминия, и его эффект может быть связан с наличием зернограничных сегрегаций [254], влияющих на ЗГС.

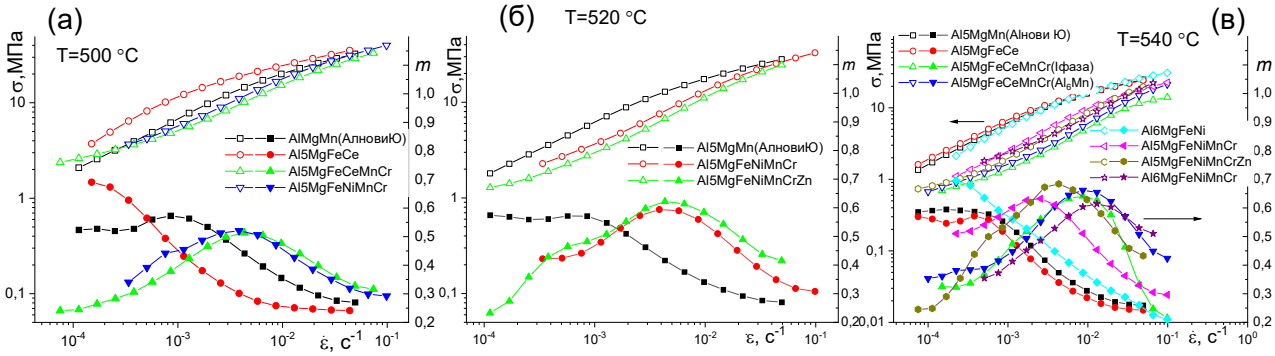


Рисунок 4.20 - Зависимости напряжения течения и показателя скоростной чувствительности от скорости деформации в логарифмических координатах для сплавов Al-Mg-Fe-Ni/Ce-(Mn,Zr) при (а) 500 °C (б) 520 °C (в) 540 °C (0.97-0.9)$T_{пл}$ [72,73,76,116]

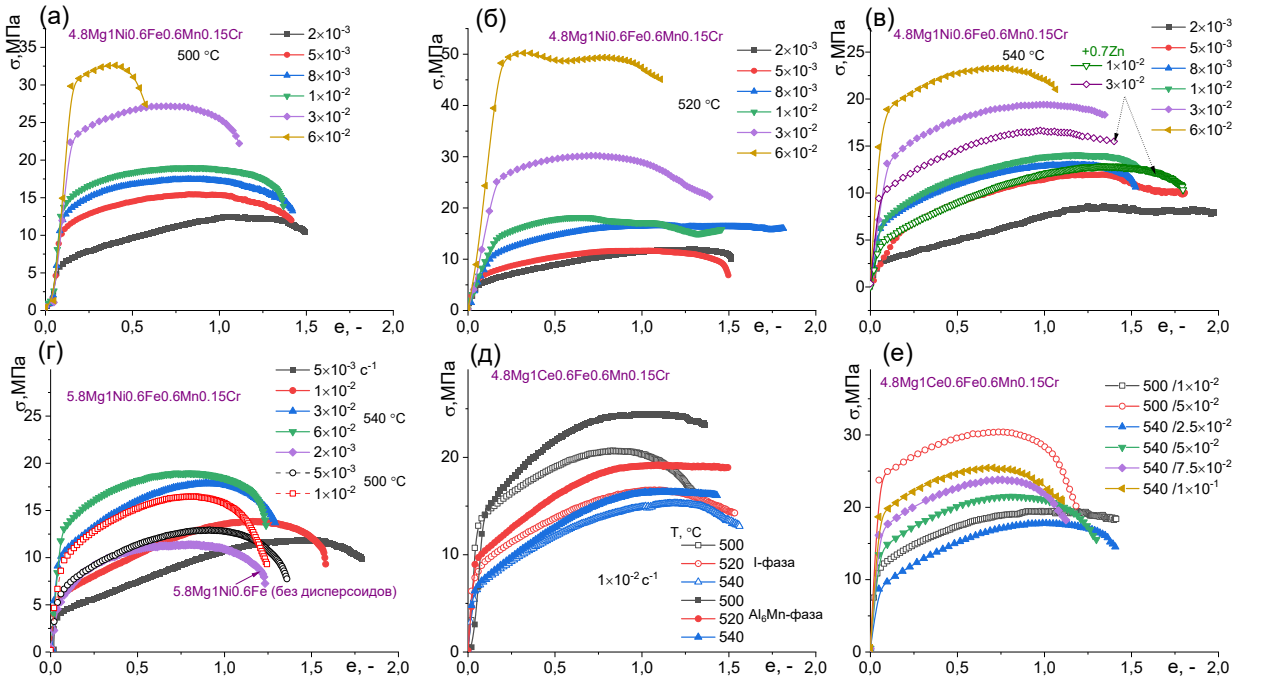


Рисунок 4.21- Кривые деформации сплавов с 5-6% частиц размером 0.7-0.9 мкм на основе (а-г) системы Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-(Zr,Zn), (д,е) Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr при температурах 500-540 °C (0.9/0.97$T_{пл}$) (сплавы, температуры и скорости деформации уточнены в легенде) [72,73,76,116]

При наличии 5-6% крупных частиц эвтектического происхождения, дисперсоиды *I* фазы размерами 20-30 нм обеспечивают рост *m*, оптимальной скорости деформации и относительного удлинения, по сравнению с $Al_6(Mn,Cr)$ фазой средним размером 50-60 нм (рис.4.20в, 4.21д) [73]. Крупные частицы стимулируют рекристаллизацию, а дисперсоиды *I*-фазы за счет большей дисперсности обеспечивают рост силы Зинера и повышение стабильности зеренной структуры.

В присутствии дисперсоидов фазы $Al_{18}Mg_2Cr_3$, 8% частиц фазы Al_3Ni обеспечивает размер зерна ~7 мкм, максимум показателя скоростной чувствительности 0.5 при $2\times10^{-3}c^{-1}$, а относительное удлинение составляет 300% (рис.4.22). Данный состав отличается от 7475 присутствием крупных частиц Al_3Ni. Показатели сверхпластичности приближаются к значениям сплава AA7475, но сплав не требует применения гетерогенизационного отжига и высокоскоростного нагрева. Стимулируют рекристаллизацию крупные частицы Al_3Ni, а эффекта от гетерогенизационного отжига нет, так как зарождение и рост частиц вторых фаз происходит на межфазной границе Al_3Ni (см. Главу 1).

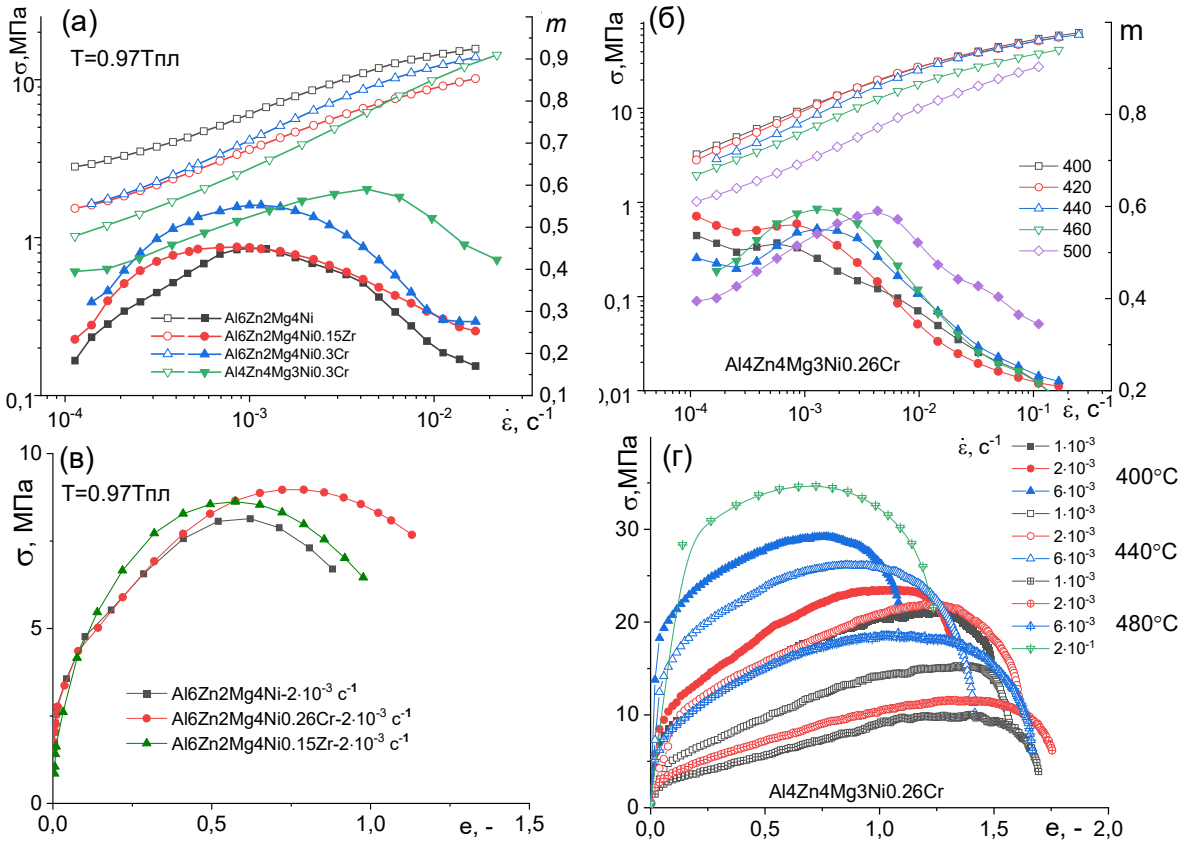


Рисунок 4.22 – (а,б) Зависимости напряжения и показателя скоростной чувствительности m от скорости деформации для (а) Al-Zn-Mg-Ni-(Cr,Zr) сплавов с разным соотношением Zn/Mg, (б) сплава Al-4Mg-4Zn-0.8Cu-3Ni-0.28Cr [99], (в,г) кривые деформации в разных температурно-скоростных условиях

В сплавах с близкими параметрами частиц Al_3Ni (3%Ni, f=0.07, d=1.2 мкм) и дисперсоидов $Al_{18}Mg_2Cr_3$ изменение содержания Zn/Mg до 4/4 %, т.е. рост содержания магния, как и в сплавах с матричным типом структуры, приводит к росту скоростного диапазона проявления сверхпластичности и смещению максимума m к $(5\text{-}6)\times10^{-3}$ c^{-1} (рис.4.22а,б). Удлинения увеличились с 250-300% до 400-450% (рис.4.27в,г). При этом, с повышением температуры деформации с 400 до 500 °C (0.84 до $0.97T_{пл}$) оптимальная скорость деформации, m и относительное удлинение при исследованных скоростях деформации от 1×10^{-3} до 6×10^{-3} c^{-1} увеличивались, как и в магналиях [99].

Малая добавка 0.1-0.15%Zr обеспечивает рост удлинений на 30-40% и снижение напряжений на 1-1.5МПа, т.е. также улучшает показатели сверхпластичности сплавов системы Al-Mg-Mn, Al-Zn-Mg-Ni, но скорости деформации не повышаются.

К сплавам с псевдоматричным типом структуры, которые в настоящее время применяют в промышленности, относится **АК4-1** (ГОСТ4784-2019) или АА2618 системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni, содержащий примерно по 1% Fe и Ni. Данный сплав по сути являлся прототипом для выбора составов сплавов с аналогичной структурой на основе разных систем легирования. В сплавах без дисперсоидов, с микронными частицами долей ~0.05 и средним размером 0.7-1.5 мкм при ~1.7-2.5%Mg средний размер зерна 10-14 мкм. Размер зерна уменьшается при повышении содержания магния в сплавах и использовании высокоскоростного нагрева в селитре.

В листе стандартного состава Al-2.4Cu-1.4Mg-1Fe-0.9Ni, полученном с использованием холодной прокатки с обжатием 50-80%, и сплавах близких составов в пределах марки без малых добавок дисперсоидообразователей исходный размер зерен при 490-530 °С - 12-14 мкм (рис.4.18ж), в результате сплавы проявляют слабые признаки сверхпластичности. Удлинение 200-275% и m=0.35-0.42 при скоростях деформации $(0.8\text{-}2)\times10^{-4}$ $с^{-1}$ (рис.4.23а,б), что на порядок ниже, чем у промышленных магналиев или 7475 с матричной структурой. Наибольшие относительные удлинения получены при 510-520 °С и скорости деформации 8×10^{-5} $с^{-1}$. Температуры менее 500 °С не обеспечивают сверхпластичного состояния, удлинения менее 200%, m<0.3.

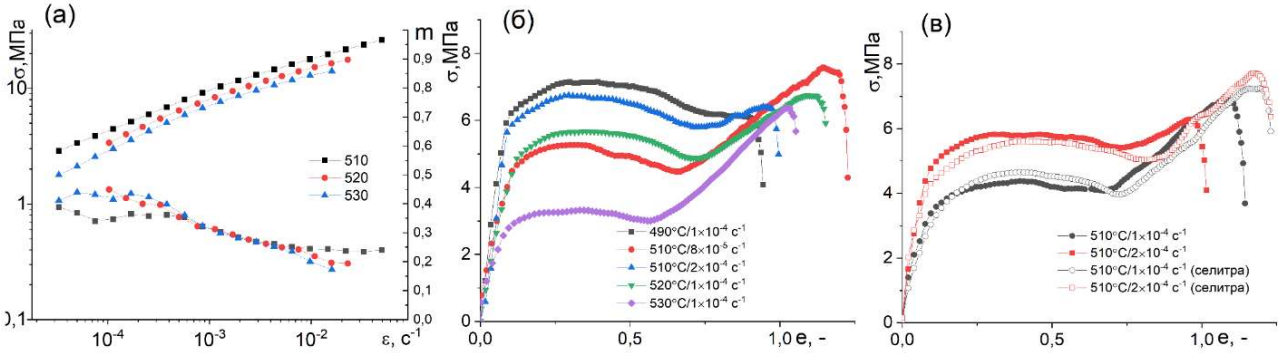


Рисунок 4.23 - Деформационное поведение сплава АК4-1 (а) зависимости напряжения и m от скорости деформации (б) кривые деформации при постоянной скорости для листа сплава толщиной 2 мм и (в) зависимости напряжения от деформации при постоянной скорости деформации для листа толщиной 1 мм без и с предварительным отжигом в селитре при 500 °С, 5 мин (температуры и скорости указаны в легенде)

Использование высокоскоростного нагрева в селитре с кратковременной выдержкой 5 минут при 500 °С позволяет уменьшить исходный средний размер зерен до 10-12 мкм перед началом деформации при 510-520 °С. Однако напряжения не снизились, а удлинения изменились незначительно, составив 200-250% (рис. 4.23в), что ожидаемо, ввиду динамического роста зерен при деформации в отсутствии в структуре дисперсоидов. На

кривых деформации во всех образцах после деформации 0.5-0.6 (>65-80%) наблюдали выраженное деформационное упрочнение, характерное для динамического роста зерен.

Таким образом, сплав АК4-1 (АА2618) без дисперсоидообразующих элементов не подходящий материал для СПФ. Слабые признаки сверхпластичности сплав показывает в только области низких скоростей деформации с максимальными удлинениями при 5×10^{-5} - 10^{-4} $с^{-1}$ и подсолидусных температурах 0.95-0.97Тпл (510-530 °С). При необходимости можно получать изделия несложной формы из данного сплава методом сверхпластической формовки, но эффективность технологии будет низкой, ввиду крайне низких скоростей деформации, а механические свойства могут снижаться из-за интенсивного роста зерен после деформаций более ~60%. При этом, так как сплав используется в настоящее время в промышленности и имеет невысокую технологичность при холодной штамповке, в том числе для получения малых партий изделий сложной формы, продолжение его исследования и разработки технических решений для улучшения формуемости без снижения эксплуатационных характеристик сохраняет актуальность.

Промышленный аналог данного сплава с Zr (АК4-2 или АА2618А), демонстрирует лучшие показатели. Сплав разработан для аналогичных применений при повышенных температурах, фазовый и химический состав предполагают повышенное сопротивление ползучести при рабочих температурах по сравнению с АК4-1. Улучшение показателей возможно благодаря повышению содержания основных растворимых элементов и повышению концентрации циркония. Для применения сплавов данной системы в качестве материала для сверхпластической формовки требуется изменение химического состава.

Параметры структуры и показатели сверхпластичности сплавов Al-Cu-Mg-Fe-Ni с повышенным содержанием меди (3.5%) и добавками Mn и Zr определяются режимом обработки и кинетикой рекристаллизации (см. Главу 3) [38,59]. Для сплавов данной группы отжиг-гетерогенизация, как и в высокопрочных сплавах с Ni не эффективен. В результате гетерогенизации или просто после горячей прокатки 420-450 °С S фаза Al_2CuMg выделяется на частицах Al_9FeNi и в межчастичных пространствах. Отжиг горячекатаного листа при 520 ºС увеличивает содержание растворенных атомов Cu и Mg и, как следствие, ускоряет рекристаллизацию и приводит к уменьшению среднего размера зерна и росту его КФ. При обработке сплавов по режиму с промежуточным отжигом формируется равноосное зерно с КФ=1.0 средним размером 6.9±0.5 мкм в сплаве без циркония и 5.4±0.4 мкм в сплаве с цирконием. Промежуточный отжиг не оказывает столь выраженного влияния на зеренную структуру собственно сплава АК4-1 ввиду всего 2.5%Cu.

Сплавы с 0.2%Zr и 0.8%Mn при (1.3-2)%Mg и 3.5%Cu, полученные по режиму с промежуточным отжигом перед холодной прокаткой с равноосным зерном – 5-7 мкм,

демонстрируют максимум *m* при ($3\cdot10^{-4}$ - $9\cdot10^{-4}$) $с^{-1}$ без Zr и при (1-2)×10^{-3} $с^{-1}$ при 0.2%Zr. Максимальное относительное удлинение в сплаве с 0.2%Zr и 0.8%Mn составляет 320±30 % при 1×10^{-3} $с^{-1}$ и температуре 520 °С. Повысить оптимальную скорость до 3×$10^{-3}с^{-1}$ при сохранении относительного удлинения для сплавов с дисперсоидообразующими элементами Zr и Mn можно с применением высокоскоростного нагрева листа в селитре [59].

Рост содержания Mg с 1.3 до 2 % увеличивает *m*, повышает оптимальную скорость деформации (рис. 4.24а) и снижает напряжение течения, хотя прирост удлинения невелик (рис. 4.24б). В то же время, увеличение с 3.5 до ~4.5 %Cu (в сплаве с 0.8Mn–0.2Zr) приводит к резкому ухудшению показателей – удлинение уменьшается до 100 % [59].

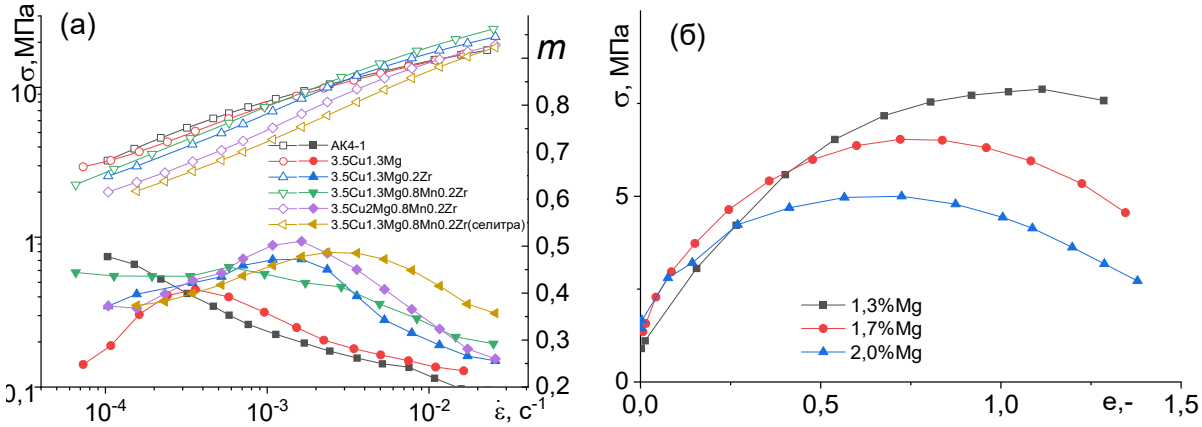


Рисунок 4.24 - Показатели сверхпластичности сплавов системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni с Mn, Zr (а) зависимости напряжения и *m* от скорости деформации при температуре 520 °С (0.95/0.97$Т_{пл}$) (б) зависимости напряжения от деформации при постоянной скорости деформации для сплавов без и с предварительным отжигом в селитре при 500°С, 5 мин [59]

Резкое ухудшение показателей можно объяснить ростом доли частиц фазы Al_7Cu_2Fe, имеющей неблагоприятную морфологию, и уменьшением доли частиц более благоприятной равноосной формы фазы Al_9FeNi. Пластины Al_7Cu_2Fe являются местами образования пор и преждевременного разрушения, т.е. концентрация меди ~3.5% предпочтительнее с точки зрения сверхпластичности.

Легирование сплавов Al-Cu-(Mg) совместно Y или Er вместо Fe и Ni обеспечивает сверхпластичное состояние сплавам данной группы также в присутствии Zr (рис.4.25).

Нами были исследованы экспериментальные сплавы данной системы, предоставленные разработчиком А.В. Поздняковым [112,118]. Так как сплавы требуют высокотемпературной подсолидусной гомогенизации для растворения Al_2Cu и сфероидизации эвтектических включений фаз Al_8Cu_4Y, $(Al,Cu)_{11}Y_3$, Al_8Cu_4Er перед прокаткой, то сохранить в них высокую дисперсность $L1_2$-фазы не удается, размер частиц превышает 20 нм и при подсолидусных температурах формируется полностью рекристаллизованная зеренная структура. Размер частиц $L1_2$-фазы и размер зерна зависят от режима отжига слитка (указан в скобках, время отжига 8 ч).

В сплаве Al-4Cu-2.7Er-0.3Zr/ d_e= 0.6–0.7 мкм, f_e=0.05, размер частиц ($Al_3(Er,Zr)$) фазы 55±5 нм (605 °С), 40±7 нм (590 °С) и 35±4 нм (360+605 °С). В сплаве Al-4.7Cu-1.6Y-0.3Zr d_e= 1.7 мкм, f_e=0.1, средний размер дисперсоидов 20±5 нм. Коэффициент формы частиц эвтектической фазы 0.87-0.90. В данных сплавах формируется рекристаллизованная структура с размером зерна 9 мкм для двухступенчатого режима гомогенизации (360+605 °С) и 10-11 мкм для одноступенчатых режимов.

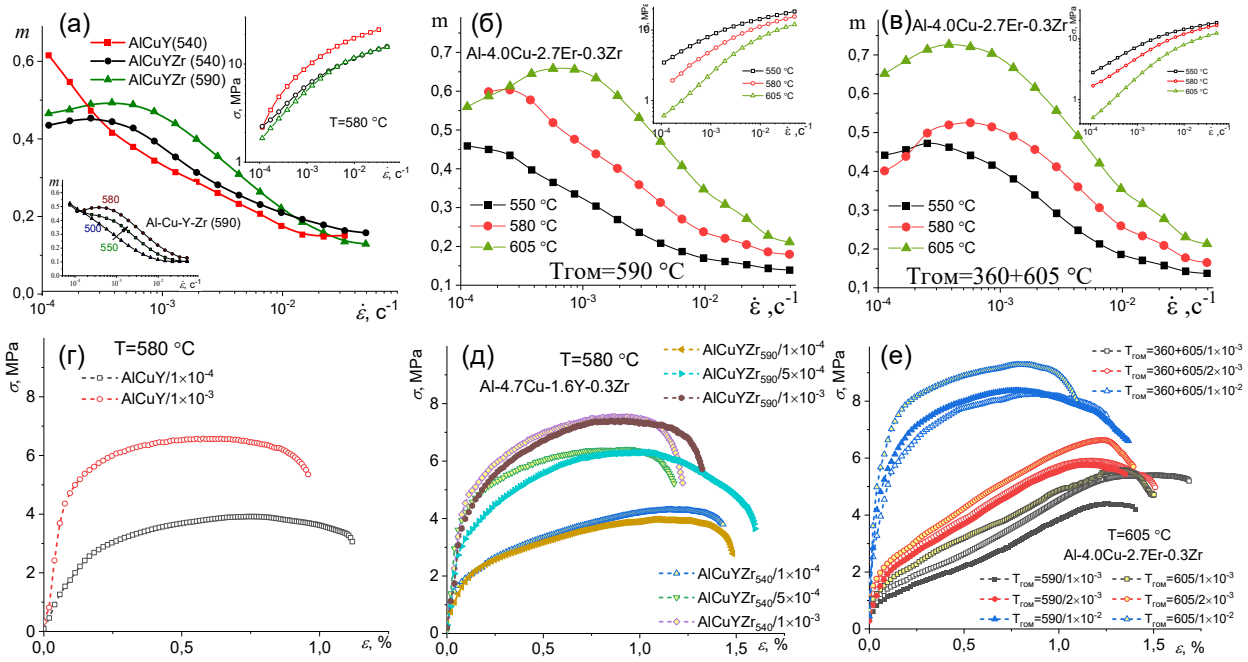


Рисунок 4.25 - Зависимость показателя скоростной чувствительности *m* от скорости деформации (врезки: на (а) нижний левый угол кривые m- скорость деформации для разных температур (а-в) верхний правый угол логарифмические кривые напряжение-скорость деформации) (г-е) кривые деформации при температуре 580 °С и разных скоростях деформации, и режимах гомогенизационного отжига [107,112,118]

Сплавы Al-4.7Cu-1.6Y и Al-4.0Cu-2.7Er без циркония с размером зерна около 10-11 мкм показывают m>0.3 при скоростях деформации ниже 1×10^{-3} $с^{-1}$ и удлинения не более 200% (рис. 4.30а,г). Введение 0.3%Zr улучшает показатели. Сплавы Al-4.7Cu-1.6Y-0.3Zr и Al-4.0Cu-2.7Er-0.3Zr демонстрируют классическую сигмоидальную форму кривых напряжение-скорость деформации в логарифмических координатах с максимальным коэффициентом скоростной чувствительности m=0.4-0.5 при скоростях деформации 1×10^{-4} - 2×10^{-3} $с^{-1}$ при подсолидусной температуре 580 °С (рис. 4.30а-в) [107,112,118].

Увеличение содержание меди в твердом растворе перед прокаткой с 1.3 до 1.8%, обеспеченное увеличением температуры гомогенизации 540 и 590°С, обеспечивает улучшение показателей. Растут значения m на 0.05, оптимальные скорости деформации с 2×10^{-4} до 5×10^{-4} $с^{-1}$ и относительные удлинения с 250-300 до 300-400% в сплаве с Y (рис.4.30д). Сплав с Er после двухступенчатого отжига демонстрирует рост удлинений при $(1\text{-}2)\times10^{-3}$ $с^{-1}$ до 400-480% и максимума m до 0.7. Использование двухступенчатой

гомогенизации позволяет улучшить показатели сверхпластичности за счет нескольких факторов, увеличения содержания меди в растворе перед прокаткой и уменьшения размера дисперсоидов и, как следствие, исходного размера зерна.

Как и другие сплавы на основе системы Al-Cu, данные сплавы проявляют подсолидусную сверхпластичность. Снижение температуры деформации до 560 °С и ниже смещает линейный участок логарифмической кривой напряжение-скорость в сторону меньших скоростей, уменьшается показатель *m* и удлинения.

Таким образом, чем более гетерогенную структуру имели сплавы, тем меньше угол наклона линейной кривой зависимости размера зерна от содержания магния, коэффициент угла наклона в линейном уравнении (рис. 4.26) - 4.7 в Al-Mg, 0.9-1.3 в сплавах с одной из мод частиц (зависит от параметров дисперсоидов или эвтектических) и 0.55 в сплавах с бимодальным распределением частиц вторых фаз, т.е. вклад атомов магния в измельчение зерна ослабевает при увеличении степени гетерогенности структуры. Отметим, что суммарное значение параметра *d/f* для мелких и крупных частиц не определяет размер зерна, так как для минимальных и максимальных значений данного параметра данные ложатся на одну прямую, что обусловлено разным механизмом влияния частиц на формирование зеренной структуры для мелких (ограничение роста) и крупных (стимулирование зародышеобразования) частиц вторых фаз.

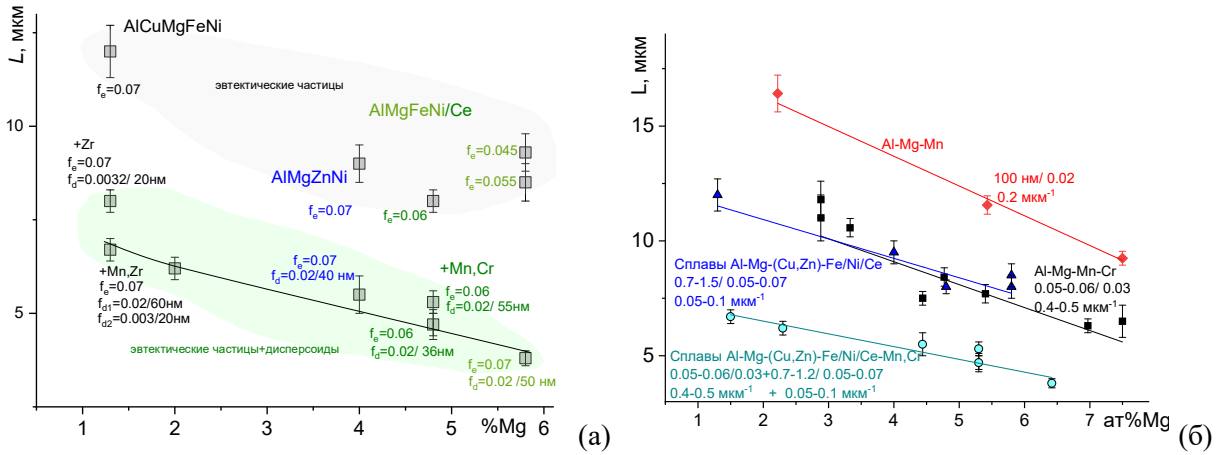


Рисунок 4.26 - Средний размер зерна в сплавах с разными параметрами частиц вторых фаз, полученных по близким режимам ТМО и 20 минут рекристаллизационного отжига при 0.95–0.97$T_{пл}$ (а) в зависимости от содержания магния в массовых % и (б) в зависимости от содержания магния в ат% в двойных сплавах и сплавах с разными параметрами частиц вторых фаз (размер в мкм и расчетная объемная доля для частиц, а также соотношение *f/d* разных мод указаны на графиках)

Сравним результаты испытаний первого типа со скачковым повышением скорости деформации все исследованные сплавы с рекристаллизованной структурой (рис.4.32а).

С уменьшением размера зерна, связанного с увеличением доли частиц вторых фаз, ростом *f/d* для дисперсоидов и увеличением содержания Mg в растворе, скорость

деформации и удлинения значимо увеличиваются (рис.4.27б,в). Легирование эвтектикообразующими элементами повышает оптимальную скорость на порядок с 10^{-3} до 10^{-2} $с^{-1}$. Зависимость оптимальной скорости от среднего линейного размера зерна для сверхпластичных сплавов удовлетворительно (с достоверностью аппроксимации 95%) описывается эмпирическим степенным уравнением $\dot{\varepsilon} = L^{-3}$. Повышение содержания магния с 5 до 6.5–6.8% в матричных магналиях приводит к росту оптимальной скорости с 1×10^{-3} до 4×10^{-3} $с^{-1}$. Однако максимальные значения скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ и относительного удлинения обеспечивают формирование бимодального распределения частиц по размерам – дополнительное легирование сплавов Fe и Ni.

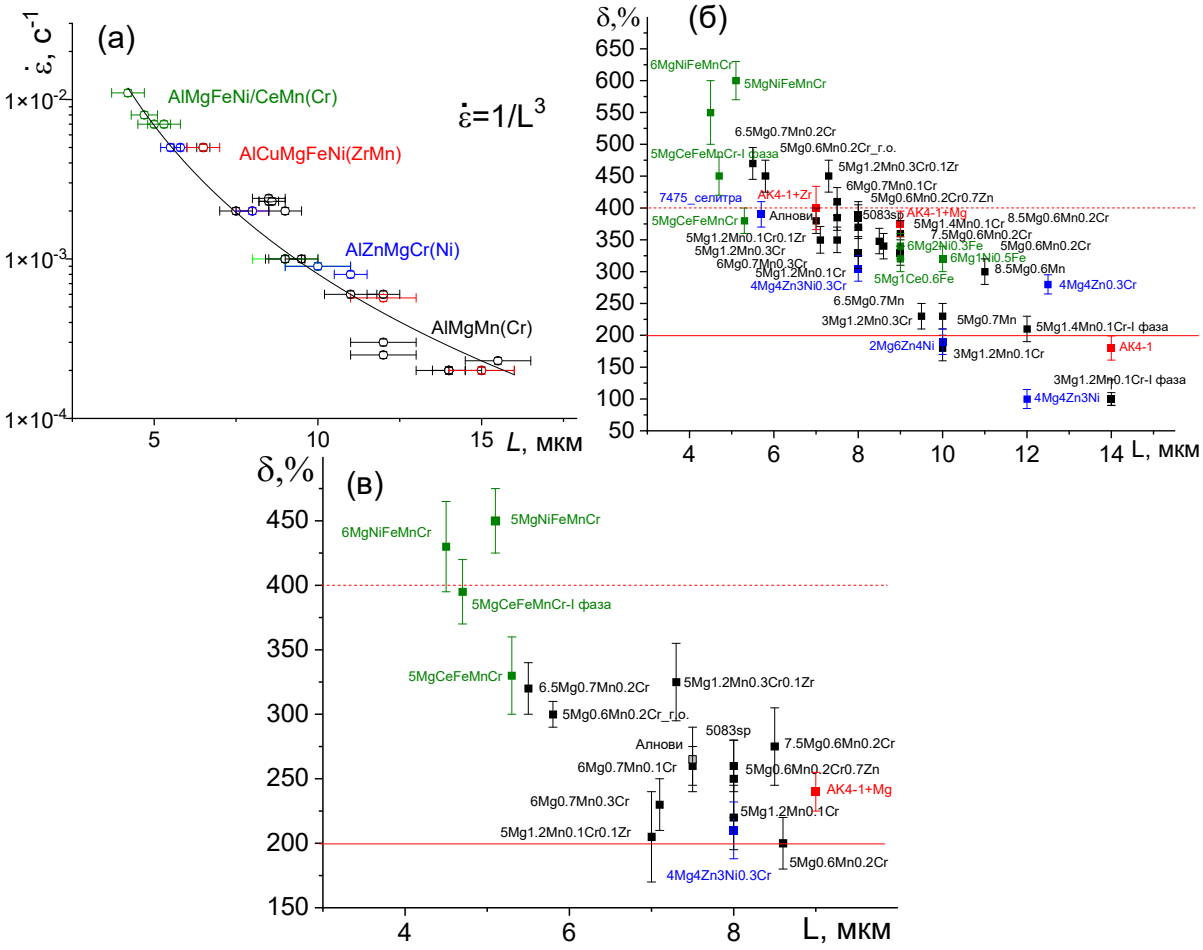


Рисунок 4.27 - Зависимость (а) оптимальной скорости деформации от среднего размера зерна в исследуемых сплавах с рекристаллизованной зеренной структурой (по результатам испытаний с пошаговым увеличением скачком скорости деформации) при температуре 0.95-0.97Тпл и относительного удлинения при скоростях деформации (б) (1-5)×10^{-3} $с^{-1}$ и (в) 10^{-2} $с^{-1}$

4.2.2 Псевдоматричные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой

В сплавах с дисперсоидами $L1_2$ типа размером ~10 нм и долей микронных частиц эвтектического происхождения 5-8%, т.е. при переходе к псевдоматричному типу, вне зависимости от состава матрицы (Al-Mg, Al-Zn-Mg-(Cu), Al-Mg-Si-Cu, Al-Cu-Mg) структура только частично рекристаллизована при температурах до подсолидусной (рис.

4.28,4.29). Если в сплавах матричного типа доля высокоугловых границ зерен в исходной структуре не превышала 20-30%, то с ростом доли крупных частиц до ~0.04-0.07 эти значения увеличивались до 50-65%. Размер рекристаллизованных равноосных зерен, формирующихся при нагреве, близок к среднему размеру субзерен. Размер и субзерен, и рекристаллизованных зерен уменьшается в ~1.4-1.5 раза в присутствии 5-6% частиц размером 0.7-1.2 мкм. В сплавах с 4%Mg и 4%Zn при повышении доли частиц фазы Al_3Ni с 0.02 до 0.07 размером 1.1-1.5 мкм, средний размер зерен в рекристаллизованном объеме при 440 °С уменьшается с 5 до 2 мкм (рис.4.29 а-г).

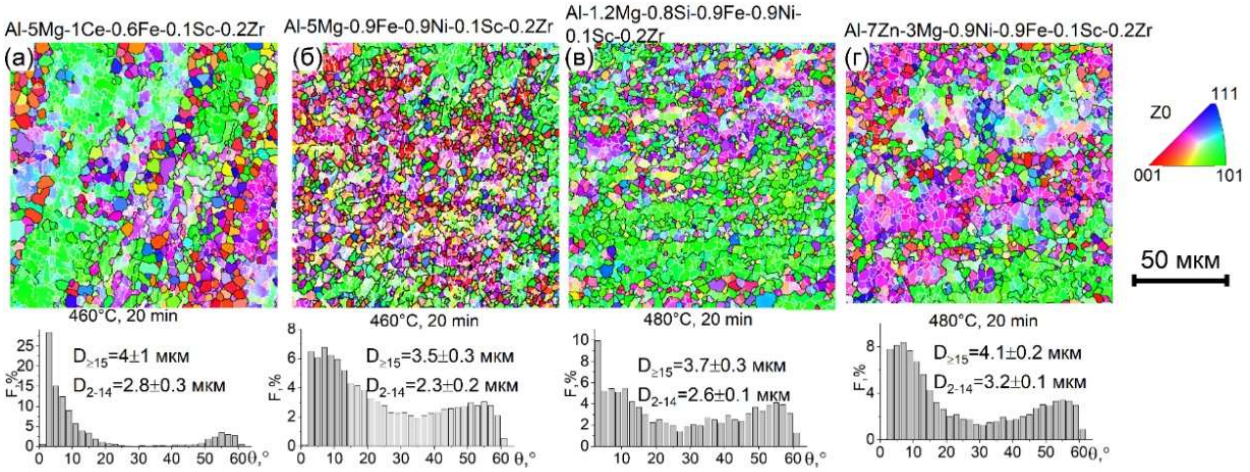


Рисунок 4.28 - ДОЭ карты распределения границ зерен в цветах ориентировок обратной полюсной фигуры сплавов разных систем легирования (составы указаны на рисунках а-г) с псевдоматричной структурой после 20 минут отжига при 460-480 °С [50,57,83,108]

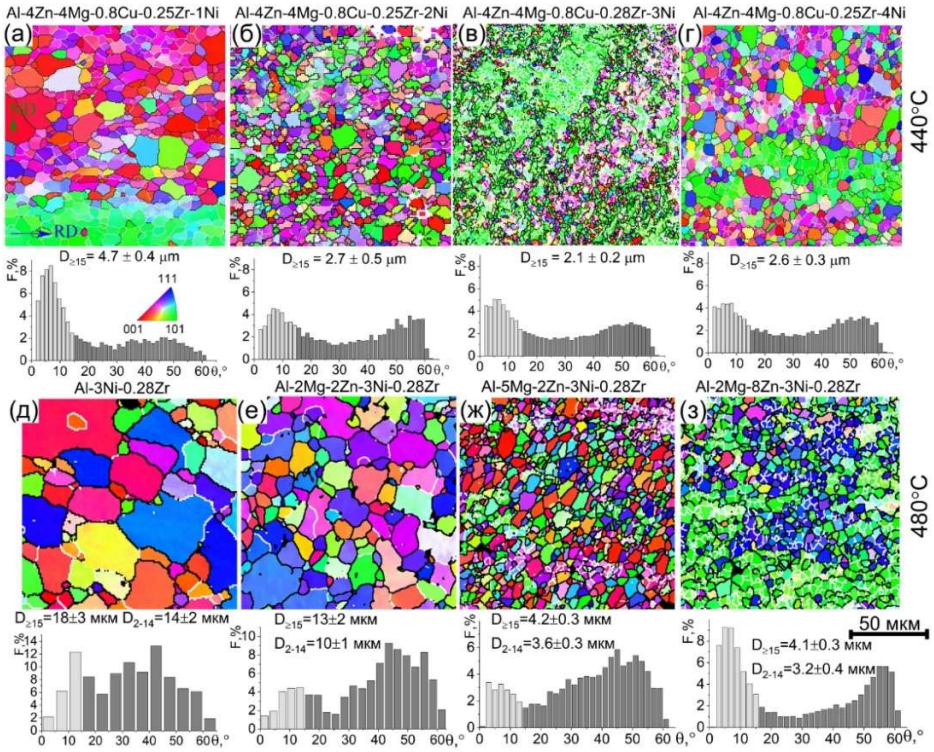


Рисунок 4.29 - ДОЭ карты распределения границ зерен в цветах ориентировок обратной полюсной фигуры в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr (составы указаны на рисунках а-з)[51]

С увеличением содержания растворимых элементов, размер субзерен и средний размер зерен уменьшается кратно с 14-18 мкм в сплаве с малолегированным твердым раствором до 3-4 мкм в сплавах с 6-10% суммарно Mg и Zn (рис. 4.29д-з). Существенное измельчение зерна с 11 до 3 мкм происходит при увеличении с 1%Mg до 4-5%Mg.

Помимо измельчения зерна повышение концентрации магния способствует увеличению доли высокоугловых границ. В сплавах с 4%Mg и 4%Zn и с 2%Mg и 8%Zn после выдержки при $0.97T_{пл}$ размер рекристаллизованных зерен и субзерен практически одинаков, тогда как доля ВУГ выросла с 50 до 80 % с ростом содержания магния, что подтверждает его ведущую роль в структурообразовании [42].

Повышение температуры отжига выше 500 °С в сплавах с $L1_2$-фазой приводит к увеличению доли рекристаллизованного объема, высокоугловых границ зерен на 10-15% и росту размера рекристаллизованных зерен и субзерен на 1-1.5 мкм во всех сплавах, очевидно, ввиду огрубления $L1_2$-фазы, трансформации в $D0_{23}$ и уменьшения силы Зинера.

Аналогично матричным сплавам, псевдоматричные сплавы с исходной частично нерекристаллизованной структурой разупрочняются на стадии устойчивого течения при постоянных скоростях деформации без признаков формирования шейки до значительных деформаций (рис.4.30). Эффект разупрочнения уменьшается с повышением температуры и снижением скорости деформации.

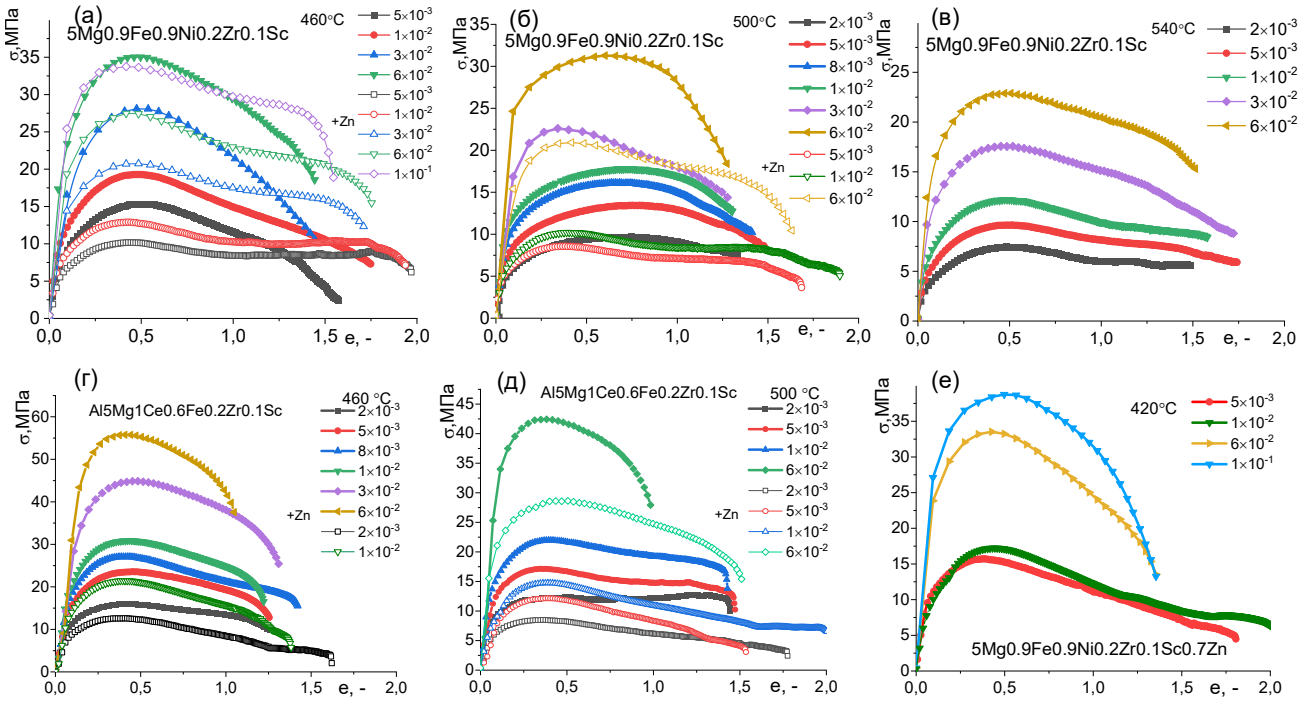


Рисунок 4.30 - Зависимости напряжения от деформации при постоянной скорости деформации сплавов на основе (а-в) системы Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc, (г-е) Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr с нанодисперсоидами $L1_2$-фазы и частицами размером 0.7-0.9 мкм f_e=0.045-0.06 при температурах 460-540 °С ($0.87-0.97T_{пл}$) (сплавы, температуры и скорости деформации указаны в легенде) [51,73,76,84,97]

Среднее значение относительного удлинения в сплавах Al-Mg (Al-(4.6-4.8)%Mg-(0.8-0.9)%Fe-(0.8-0.9)%Ni и Al-(4.6-4.8)%Mg-(0.6-0.9)%Fe-(0.8-1)%Ce с 0.15-0.2%Zr и 0.1%Sc) варьируется от 230 до 500%. Значения 200-300% получены при высоких скоростях (0.6-1)×10^{-1} c^{-1}, а наибольшие 400-500% – при (0.2-1)×10^{-2} c^{-1}. В сплавах с Fe и Ni и долей частиц 6%, относительное удлинение выше, а напряжение течения ниже, чем в сплаве с Fe и Ce с долей частиц 4.5%. Максимальное удлинение 500% при постоянной скорости деформации 1×10^{-2} c^{-1} достигнуто в сплавах с Fe и Ni.

Показатель *m* принимает максимум при скорости ~1×10^{-2} c^{-1}. Увеличение деформации до 1-1.2 обеспечивает максимальные значения показателя *m*=0.48–0.65, а при больших деформациях *m* снижается до 0.4 (рис.4.31а). При этом скоростное положение максимума *m* не зависит от степени деформации. Показатель *m* ниже, чем в сплавах с исходной рекристаллизованной структурой, и проходит через максимум с ростом степени деформации (рис.4.31в). Анализ деформационного поведения указывает на конкурирование процессов динамической рекристаллизации и роста зерен.

Малая добавка цинка в сплав Al-Mg-Fe-Ni-Sc-Zr в количестве 0.7% аналогично сплавам с рекристаллизованной структурой обеспечивает снижение напряжения течения, рост *m* и удлинений, расширяет область скоростей деформации, обеспечивающих удлинения более 550% (рис.4.30а,б,г,д,е, 4.31е,з).

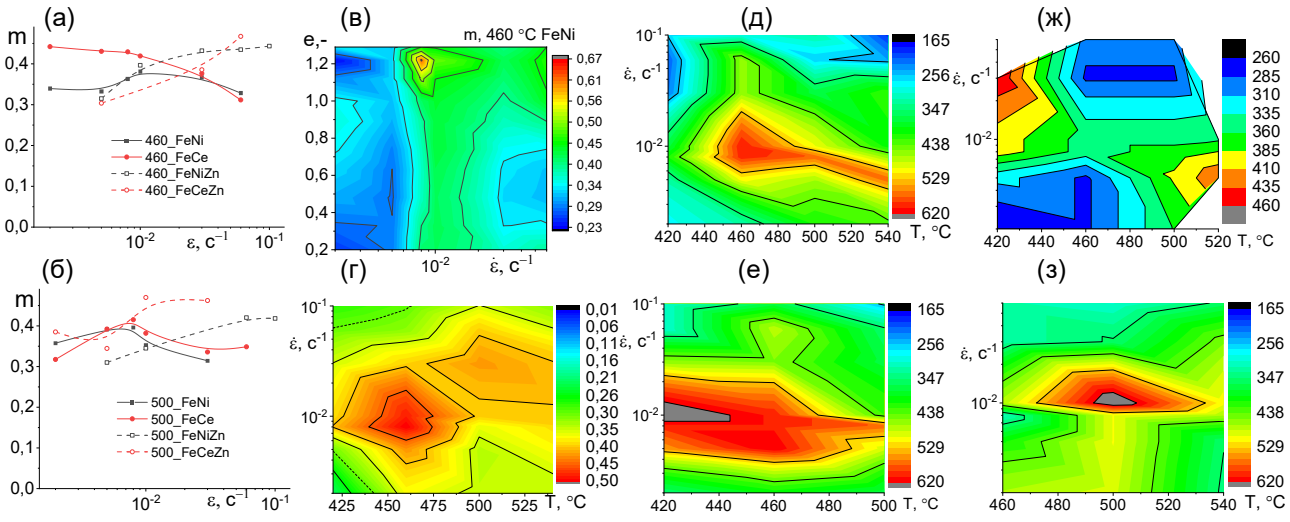


Рисунок 4.31 - Зависимость показателя *m* (а,б) от скорости деформации, (в) от скорости и величины деформации при температуре 460 °С, (г) от температуры и скорости деформации для сплавов Al4.8Mg0.9Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc и Al4.7Mg0.6Fe1Ce0.2Zr0.1Sc без и с добавкой 0.7Zn, (д-ж) относительные удлинения при разных температурно-скоростных условиях деформации (в,д) Al4.8Mg0.9Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc (г,е) Al4.8Mg0.9Fe0.9Ni0.2Zr0.1Sc0.7Zn (ж) Al4.7Mg0.6Fe1Ce0.2Zr0.1Sc (з) Al4.7Mg0.6Fe1Ce0.2Zr0.1Sc0.7Zn

В среднем максимальные значения удлинений и скоростной чувствительности относятся к одному скоростному диапазону (0.8-1)×10^{-2} c^{-1}, который можно считать

оптимальным для сверхпластической формовки, и который практически на порядок выше, чем у матричных сплавов. Отметим, что достаточное для сверхпластической формовки удлинение в магналиях 300% и $m \geq 0.3$ наблюдали при скорости деформации до 1×10^{-1} $с^{-1}$ при температуре 460 °С [57]. Высокая скоростная чувствительность и равномерность деформации при повышенных скоростях позволит улучшить формуемость, что важно при превышении скорости в критических точках – местах повышенных деформаций.

В высокопрочных сплавах **Al- Mg-Zn-(Cu)** с Ni/Fe рост *f/d* за счет $L1_2$-фазы при 0.25–0.3%Zr и особенно (0.15-0.2)%Zr и 0.1%Sc обеспечивает наилучшие показатели сверхпластичности. Устойчивое течение с относительным удлинением, превышающим 400 %, наблюдали при скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ и выше в зависимости от состава твердого раствора, содержания Ni/Fe и присутствия Sc (рис.4.32).

Содержание легирующих элементов в твердом растворе оказывает значимую роль на показатели сверхпластичности (рис.4.32а,б, 4.33). При отсутствии растворенных элементов Mg и Zn, сплавы с 0.25-0.3%Zr и 3%Ni не проявляют сверхпластичности. В сплавах с содержанием Zn и Mg менее 3% признаки сверхпластичности слабые. При увеличении содержания в растворе до ~7%Zn и до ~4%Mg показатели сверхпластичности улучшаются [42]. Отметим, что указанные концентрации позволяют сохранить фазовый состав сплавов, меняется только состав твердого раствора при температуре деформации. Наибольшие удлинения обеспечивает соотношение Zn/Mg ~ 4/4%.

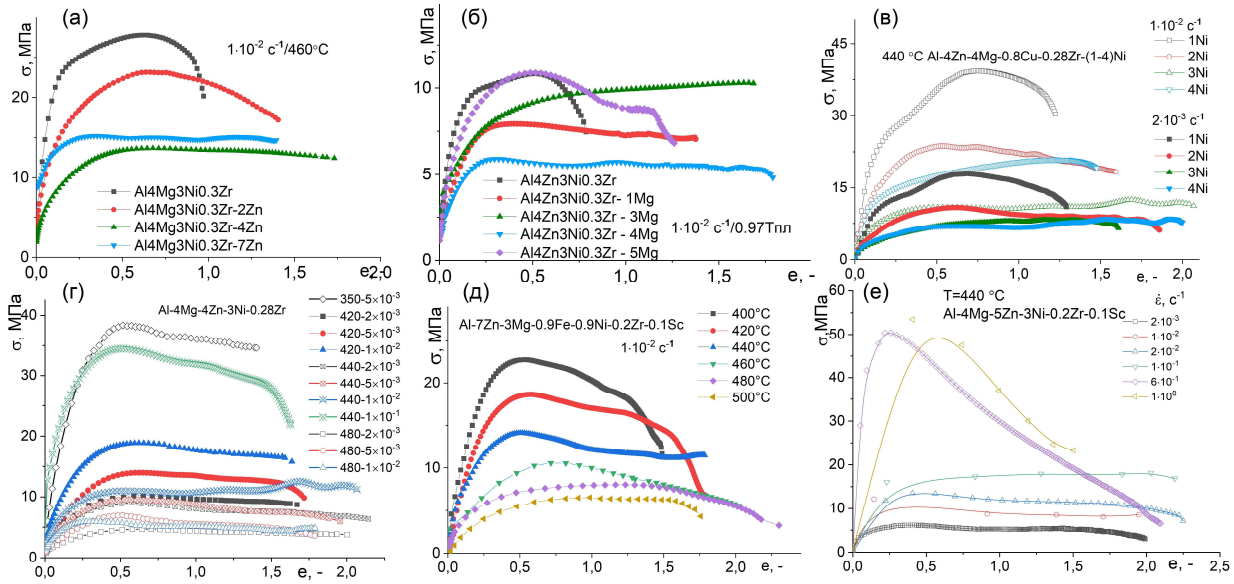


Рисунок 4.32 - Зависимости напряжение-деформация для сплавов Al-Zn-Mg-Cu-Ni-(Fe)-Zr-(Sc) с псевдоматричным типом структуры с разным содержанием легирующих элементов; составы, температуры и скорости деформации указаны на рисунках [42]

Кроме состава твердого раствора и параметров дисперсоидов на показатели сверхпластичности сплавов с частично нерекристаллизованной исходной структурой оказывает значимое влияние содержание малорастворимого никеля, т.е. объемная доля

крупных частиц фазы Al_3Ni. С увеличением доли частиц фазы Al_3Ni с 3-4 до 7% при 4%Zn и 4%Mg с увеличением содержания никеля с 1 до 3% происходит стабильное улучшение показателей сверхпластичности в широком диапазоне температур и скоростей деформации ввиду роста доли ВУГ и уменьшения среднего размера зерен. При этом увеличение Ni до 4% приводит к неоднородности свойств из-за неоднородной структуры – формирования участков более грубых частиц Al_3Ni, вероятно, кристаллизующихся первично [43].

В сплаве с 4%Zn и 4%Mg с 3%Ni показатель скоростной чувствительности, определенный при деформации 0.7, достигает максимум 0.5 при 10^{-2} $с^{-1}$, а удлинения равны 800% при 10^{-2} $с^{-1}$ и 400% при скоростях до 10^{-1} $с^{-1}$, т.е. сплав демонстрирует высокоскоростную сверхпластичность. При этом показатели сверхпластичности сплавов данной группы без меди слабо отличаются от содержащих 0.7-0.9%Cu. Дополнительное значимое улучшение показателей обеспечивает частичная замена Zr на Sc. В сплаве с 0.2Zr и 0.1Sc значения удлинений достигали ~900% при на порядок больших скоростях деформации до 1×10^{-1} $с^{-1}$, 630% при 6×10^{-1} $с^{-1}$ и 350% при 1 $с^{-1}$. Показатель *m*, определенный при деформациях 0.7-1.0, сохраняется на уровне 0.40-0.55 при высоких скоростях от 1×10^{-2} $с^{-1}$ до 1 $с^{-1}$. Эффект обусловлен ростом *f/d* для дисперсоидов в присутствии скандия и повышением силы Зинера.

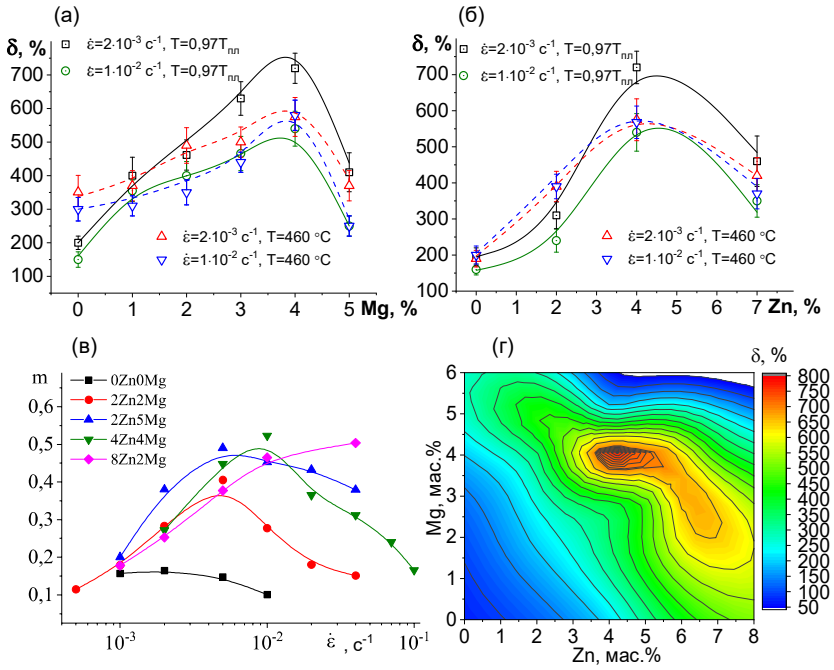


Рисунок 4.33 -Зависимость (а,б) относительного удлинения (а) сплава Al-4%Zn-3%Ni-0.8%Cu-0.3Zr от содержания магния, (б) сплава Al-4Mg-3Ni-0.8Cu-0.3Zr от содержания цинка при 0.97Тпл и 460 °С и постоянных скоростях деформации 10^{-3} и 10^{-2} $с^{-1}$ [42], (в) зависимость показателя m от скорости деформации и (г) удлинения от содержания Zn и Mg для сплавов с Al-Zn-Mg-1Cu-3Ni-0.28Zr

Для сплавов типа АК4-1 (Al-Cu-Mg-Fe-Ni), благодаря формированию повышенной доли $L1_2$-фазы, добавка 0.15-0.2% Zr и Sc также приводит к существенному росту

удлинений при скоростях деформации (3-8)×10^{-3} $с^{-1}$. Применение высокоскоростного нагрева листа существенно улучшает показатели для данной группы сплавов. Сплавы с частично рекристаллизованной структурой и размером зерен в рекристаллизованном объеме 2-3 мкм показали 400 % при нагреве на воздухе и 700% после предварительного нагрева в расплаве селитры.

Легирование марганцем сплавов со скандием (увеличение содержания с 0.2 до 0.8%) приводит к росту рекристаллизованного объема и среднего размера зерен, что негативно сказывается на относительном удлинении. Так как параметры частиц фазы Al_9FeNi не зависят от содержания марганца в указанном диапазоне концентраций, можно предположить, что изменения произошли в доле частиц $L1_2$-фазы. Авторы [233] показали, что фаза $L1_2$ зарождается на межфазной границе Mn-содержащих частиц, что приводит к снижению параметра *f/d* для дисперсоидов и огрублению зеренной структуры.

Состав твердого раствора определяет показатели сверхпластичности и сплавов типа авиаль Al-(1.2-2)%Mg-(0.1-1.1)%Si-0.9%Fe-0.9%Ni-0.2%Zr-(0.1-0.2)%Sc. Содержание растворенного кремния уменьшается, а содержание растворенного магния увеличивается с увеличением отношения Mg/Si в сплавах. Около 1.3%Mg остается в твердом растворе при температуре деформации в сплавах с низким содержанием кремния (0.1%), и 0.4%Mg в растворе при 1.1%Si. Сплав с 1.1% Si не сверхпластичен с 100-180% удлинения, m<0.3 при 440-520 °C. Сплавы с 0.1-0.8%Si демонстрируют сверхпластичное поведение при температурах 440-520 °C и скоростях от 10^{-3} до 10^{-2} $с^{-1}$ (рис. 4.34-4.35).

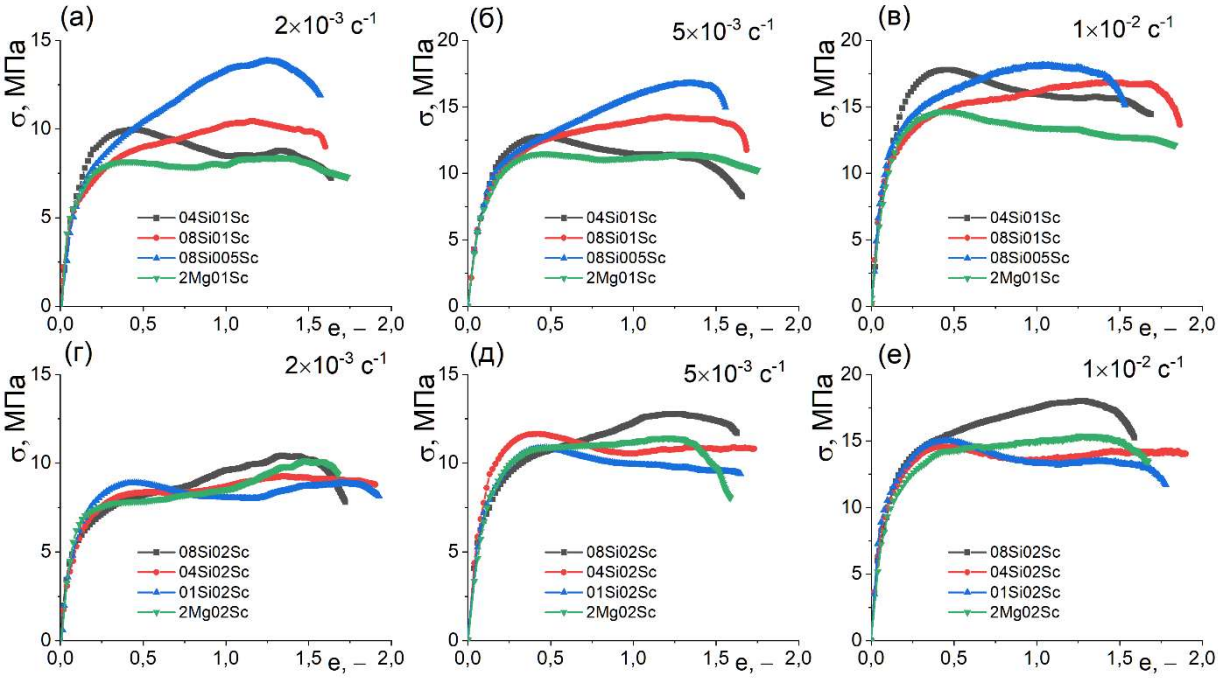


Рисунок 4.34 - Зависимости напряжения от деформации при температуре 480 °C с постоянной скоростью деформации (а,г) 2×10^{-3}, (б,д) 5×10^{-3} $с^{-1}$, (в,е) 10^{-2} $с^{-1}$ для сплавов Al-(1.2-2)Mg-(0.1-1.1)Si-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-(0.1-0.2)Sc (а-в) ~0.05-0.1%Sc и (г-е) ~0.2%Sc [108]

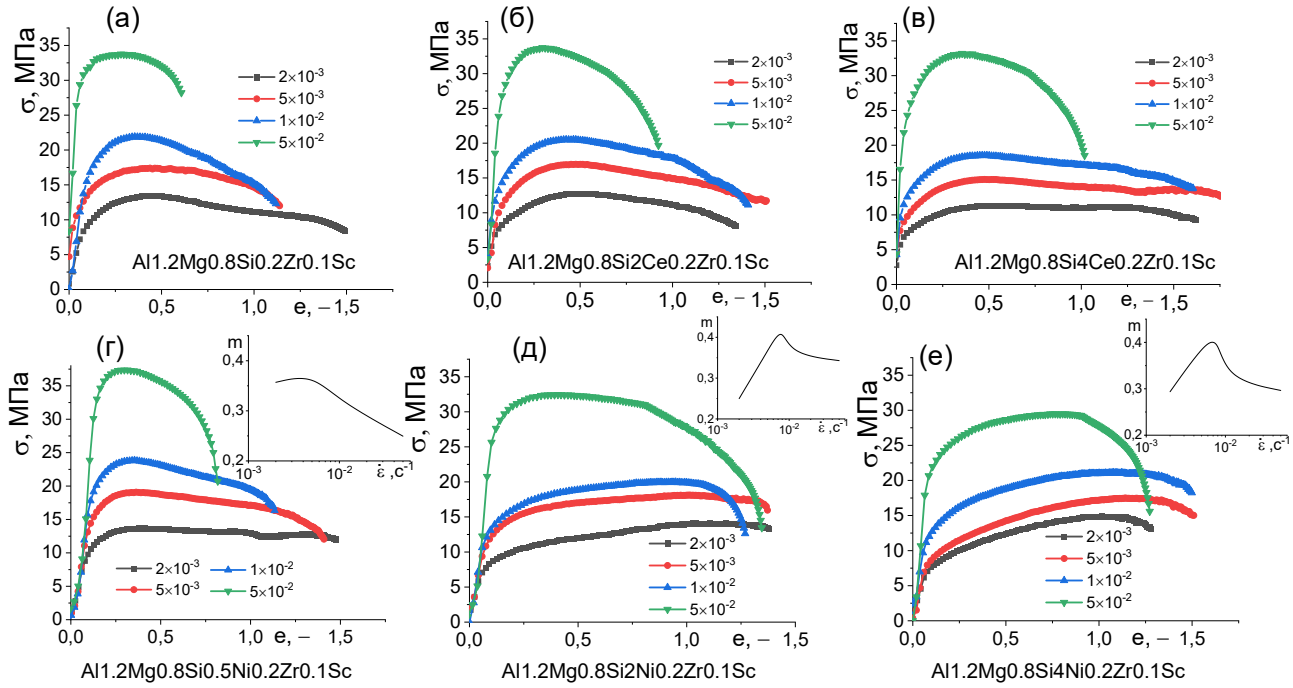


Рисунок 4.35 - Зависимости напряжения от деформации при растяжении при температуре 480 °С с постоянной скоростью деформации 2×10^{-3}- 10^{-2} $с^{-1}$ для сплавов (а-в) Al-1.2Mg-0.8Si-(0.5-4)Ni-0.2Zr-0.1Sc и (г-е) Al-1.2Mg-0.8Si-(0-4)Ce-0.2Zr-0.1Sc [85,95]

С ростом доли микронных частиц эвтектического происхождения Al_3Ni, $Al_{11}Ce_3$, AlCeSi показатели сверхпластичности Al-1.2%Mg-(0.7-0.8)%Si-0.2Zr-0.1Sc улучшаются, скоростной диапазон соответствующий высоким *m* и удлинениям смещается в сторону более высоких скоростей деформации (рис.4.35, 4.36).

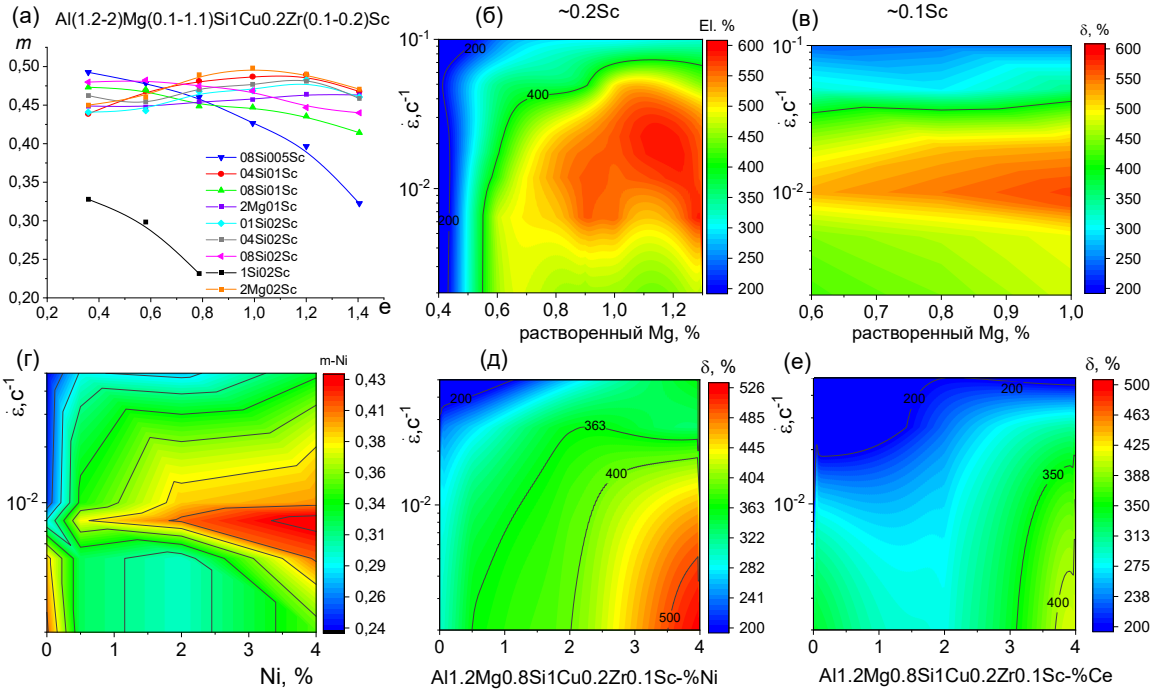


Рисунок 4.36 - Зависимость (а) коэффициента *m* от деформации при температуре 480 °С и скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ [108] (г) от скорости деформации и %Ni в сплавах, (б,в) относительного удлинения от скорости деформации и концентрации растворенного Mg (д,е) от скорости деформации и %Ni/Ce для исследуемых сплавов с (б) ~0.2% Sc и (в-е) ~0.1% Sc при 480°С

Коэффициент m = 0.45-0.5 для сплавов с 0.1-0.2Sc (рис. 4.36а), значение m уменьшается до 0.33 при увеличении деформации до 1.4 в сплаве с 0.05Sc. Максимальное удлинение до разрушения ~400-600 % наблюдали при скоростях деформации (1-2)×$10^{-2}$$c^{-1}$. Рост удлинения и расширение скоростного интервала сверхпластической деформации происходит с увеличением содержания растворенного Mg, в результате уменьшения соотношения Si/Mg в сплавах (рис.4.36б,в). Следует отметить, что сплавы с 0.1Sc и 0.2Sc, как и матричные сплавы этой системы без Fe и Ni, демонстрируют сопоставимый уровень показателей.

Относительные удлинения и скорость деформации, обеспечивающая их максимальные значения, растут с увеличением *f/d* для частиц вторых фаз так и с ростом легированности твердого раствора, особенно содержания магния (рис.4.37).

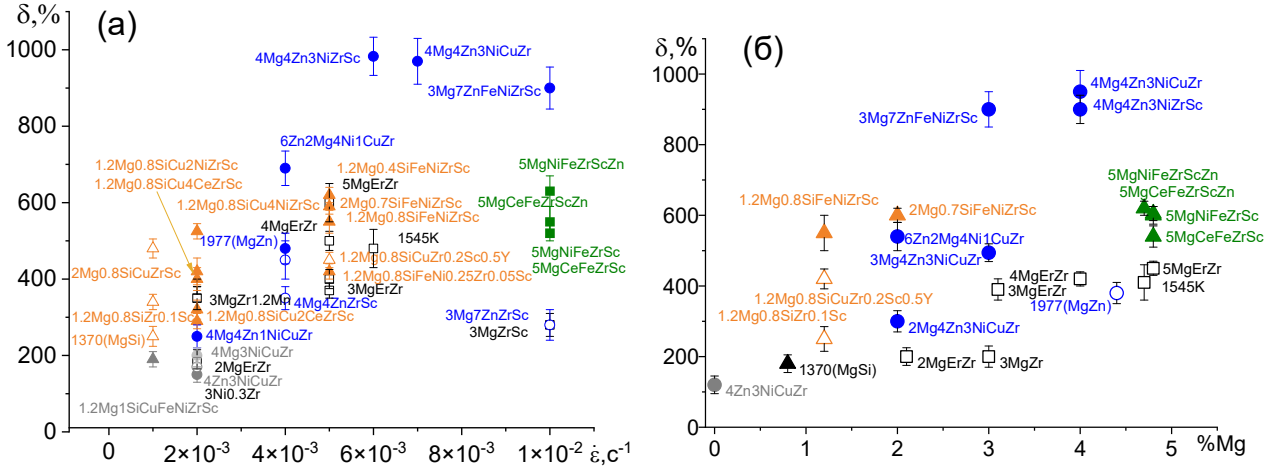


Рисунок 4.37 – (а) Значения относительного удлинения сплавов при оптимальной скорости деформации (обеспечивающей максимальные удлинения) и (б) при скорости 10^{-2} c^{-1} для основных сплавов с исходной нерекристаллизованной структурой (сравнение матричных и псевдоматричных сплавов)

Таким образом, высокоскоростную сверхпластичность обеспечивает рост степени гетерогенности структуры, т.е. рост содержания магния в твердом растворе и легирование цинком, повышенная доля до 4% дисперсоидов размером 45-50 нм (в магналиях) или 0.3% $L1_2$-фазы размером ~7-15 нм и 5-10% частиц размером ~1 мкм. Наилучшие показатели с удлинениями до 1000% у сплавов с близким соотношением Zn/Mg (по 4%) и максимальной долей равномерно-распределенных частиц вторых фаз – крупных Al_3Ni/Al_9FeNi и $L1_2$ Al_3Zr/$Al_3(Sc,Zr)$.

Температурный диапазон, соответствующий наиболее стабильному течению и высокоскоростной сверхпластичности, определяется двумя факторами: (1) необходимость высоких температур для ускорения контролируемых диффузией механизмов деформации и (2) предотвращение огрубления дисперсоидов и зеренной структуры. В отсутствии интенсивного роста зерен показатели сверхпластичности увеличиваются с увеличением

температуры. В сплавах с дисперсоидами $L1_2$-фазы температурный диапазон наибольших удлинений и значений *m* соответствует 0.8-0.9Тпл, при более высоких температурах дисперсоиды огрубляются, снижается сдерживающая сила Зинера и происходит динамический рост зерен и снижение показателей сверхпластичности.

Для сохранения размера дисперсоидов, их упрочняющего эффекта и улучшения пост-формовочных свойств более низкие температуры предпочтительнее. В высокопрочных сплавах с Zn температура проявления сверхпластичности ниже - наилучшие показатели получены при температурах 440 °С, в прочих сплавах – при ~460-480 °С. Так в сплаве Al-4Zn-4Mg-0.8Cu-3Ni-0.25Zr допустимые температуры формовки 350-400 °С, при которых удлинения не ниже 300%.

4.3 Сплавы, обработанные всесторонней изотермической ковкой или трением с перемешиванием

4.3.1 Матричные сплавы

ВИК в результате интенсивной деформации формирует равноосную ультрамелкозернистую структуру, в том числе в сплавах с высокой плотностью нанодисперсоидов. Механизмы формирования структуры определяются теми же факторами, что и при традиционной термомеханической обработке [17]. Практическая ценность метода состоит в получении объемных полуфабрикатов с микрозеренной структурой, которую невозможно обеспечить в заготовках повышенной толщины другими способами из-за ограничений степени деформации прокаткой и размеров слитков.

Недостаток процесса в неравномерности деформации из-за влияния трения между образцом и штампом. Интенсивность деформации в некоторых частях образца, в том числе в центральной, превышает, а в некоторых периферийных участках напротив значительно ниже номинальных значений, рассчитываемых как логарифм относительного изменения высоты образца (данные имитационного моделирования представлены в [105]). Неравномерность деформации сохраняет неоднородность зеренной структуры, даже при значительных накопленных деформациях. Проанализируем формирование структуры при ВИК сплавов с разными параметрами частиц и содержанием магния (рис.4.38,4.39).

Размер зерна определяют в первую очередь температура ВИК и накопленная деформация. При 150-200 °С формируются деформационные полосы (1-1.4 мкм), при $\sum e>12$ появляются мелкие рекристаллизованные зерна (доля МУГ>40%). При температурах >250 °С и $\sum e>12$ рекристаллизованная структура занимает >75 % центрального сечения. Размер зерна в центре в 2-2.5 раза меньше, чем на периферии и уменьшается с ростом $\sum e$.

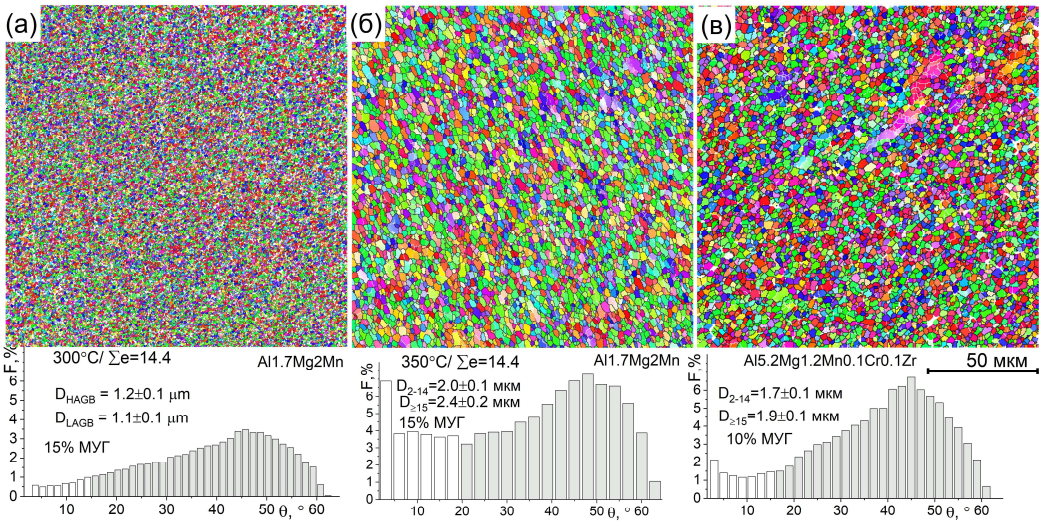


Рисунок 4.38 – Структура сплавов (сплавы указаны на рисунках) после ВИК с накопленной деформацией Σe=12-14 при (а) 300°C и (б,в) 350°C [74,109]

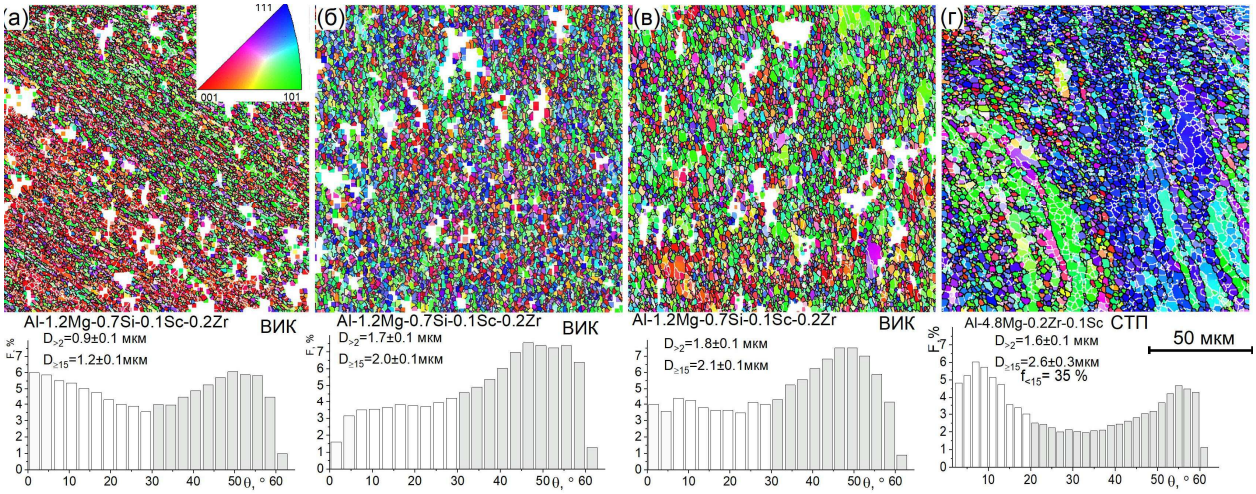


Рисунок 4.39 - Зеренная структура в центральном сечении образцов сплава Al-1.2Mg-0.7Si-0.1Sc-0.2Zr с 2% Mg_2Si после ∑e=14.4 ВИК при (а) 150 °C, (б) 250 °C и (в) 350 °C[100] и (г) зона СТП в сплаве Al-4.8Mg-0.2Zr-0.1Sc [101]

В сплавах с $Al_6(Mn,Cr)$-фазой при 300-350 °C и ∑e=12-14.4 формируется рекристаллизованное зерно размером 1.2-2.4 мкм; при 500 °C зерно 6-8 мкм. В сплавах с I-фазой (при 1.7% Mg, d=24 нм) после ВИК при 300°C размер зерна 1.2 мкм, при 350 °C и d~40 нм - 2.4 мкм. $L1_2$-фаза обеспечивает близкий размер зерна после ∑e = 14.4 равен 1.2 мкм при 150 °C и 2-3 мкм при 250-350 °C (рис.4.39). В целом, размер рекристаллизованных зерен и субзерен уменьшается с увеличением содержания Mg в магналиях и авиалях, как и в случае использования прокатки.

Промежуточный гетерогенизационный отжиг с выделением β-фазы (Al_3Mg_2) между циклами ВИК (Глава 1) измельчает зерно с 3.0±0.4 мкм в сплаве без отжига до 2.3±0.2 мкм уже после ∑e=6.3 и повышает однородность структуры за счет стимулирования рекристаллизации β-фазой и роста рекристаллизованного объема (рис.4.40). Аналогичный эффект крупных частиц Al_3Mg_2 фазы, стимулирующих рекристаллизацию в магналиях, наблюдали при использовании прокатки.

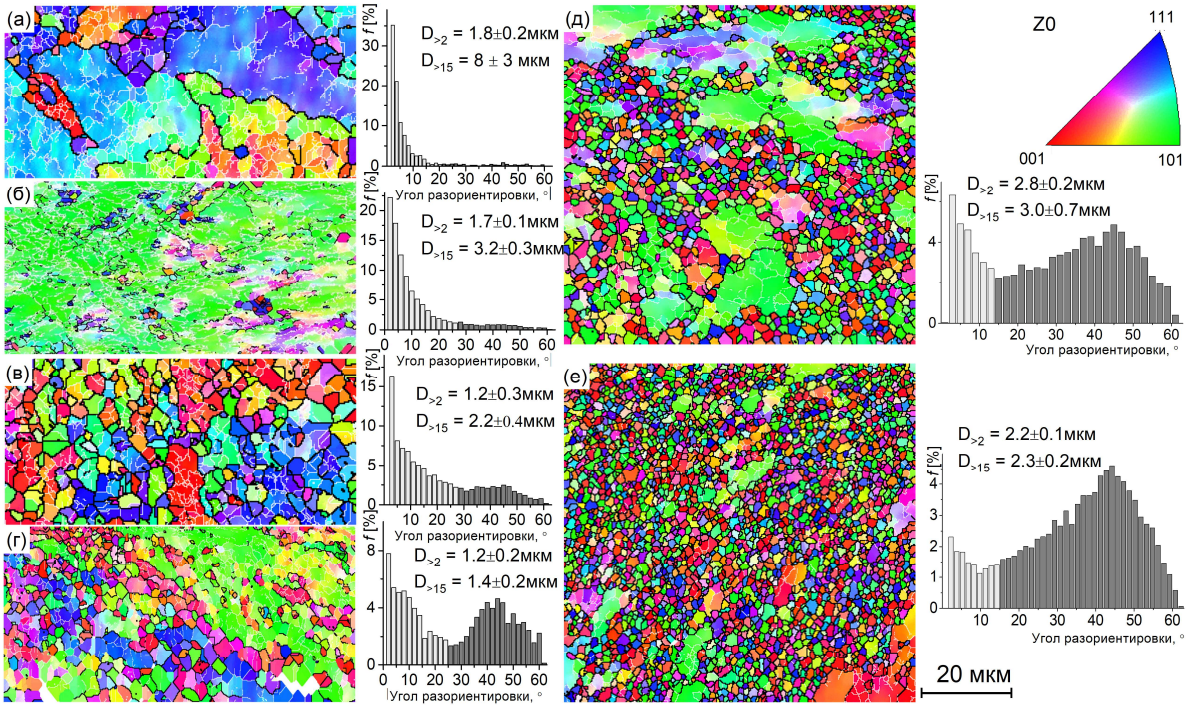


Рисунок 4.40 - Карты распределения границ зерен с распределением углов разориентировки после (а-г) первого цикла ВИК при 230 °С с накопленной деформацией ∑e=2.4 и (д-е) третьего цикла при 350 °С с деформацией ∑e=7.8 для Al-5.6Mg-0.7Mn-0.1Cr-0.1Zr сплава (а,б,д) с малой долей β-фазы и (в,г,е) сплава, обработанного по технологии с гетерогенизацией и долей крупных (около 1 мкм) β-фазы *f*=10%; образцы взяты из центра (б,г,д,е) и периферии (а,в) [94]

После ВИК зерно сплавов с дисперсоидами d~50 нм термически нестабильно: вырастает от 2-3 мкм (300-350 °С) до 50-150 мкм (400-540 °С), структура неоднородна с признаками аномального роста (рис. 4.41а-в) [74]. Сплавы не сверхпластичны при температуре 350 °С, вероятно ввиду недостаточно малого размера зерна для столь низкой температуры, а при повышении температуры ввиду огрубления зеренной структуры.

Аналогичную структуру и поведение демонстрируют сплавы с $Al_6(Mn,Cr)$ дисперсоидами после обработки или сварки трением с перемешиванием (ОТП/СТП). Методика описана в работах [101,104]. Зерно, сформированное в обработанной зоне, имеет средний размер 3-4 мкм, но выше 400 °С происходит аномальный рост зерен. При 400 °С средний размер зерна 4.2±0.4 мкм, при 500 °С - 20±2 мкм, при 550 °С - 29±4 мкм, при этом присутствуют зерна размером до 50 мкм (рис.4.41г-е). Последующая холодная прокатка на 50% снижает склонность к аномальному росту зерен. Размер зерна после отжига при 400 °С составляет 7.1±0.6 мкм, при 500 °С 7.6±0.5 мкм с сохранением равноосной структуры и КФ=1. В основном металле при этом формируется после отжига при 500 °С зерно среднего размера 11±1 мкм и вытянутой вдоль прокатки формы (КФ=0.6).

Большей термической стабильностью после ВИК и ОТП отличается зеренная структура сплавов с $L1_2$-фазой (рис.4.41ж-м). Зерно сохраняет средний размер ~4 мкм при температуре до 460 °С. Аномальный рост зерен начинается при 500 °С и выше, когда отдельные зерна достигают 50 мкм, а при в ОТП зоне сотен нанометров (рис.4.41м).

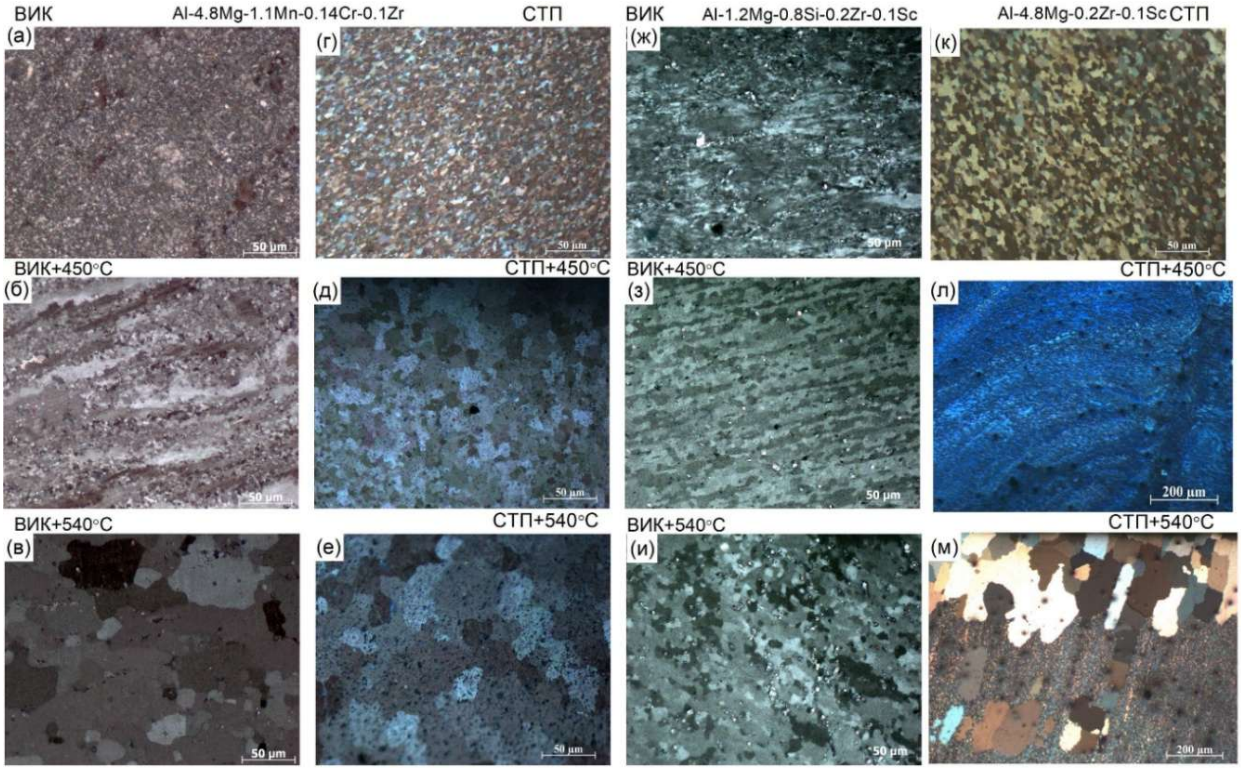


Рисунок 4.41 - Зеренная структура сплавов (а-в,г-е) Al-4.8Mg-1.1Mn-0.14Cr-0.1Zr с, (ж-и) Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-0.1Sc, (к-м) Al-4.8Mg-0.2Zr-0.1Sc (а,ж) после ВИК при с $\sum e$=14.4 при 350°С и (г,к) СТП, (б,д,з,л) 30 мин отжига при 460 °С (в,е,и,м) 30 мин отжига при 540 °С обработанных образцов

Сплав Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-0.1Sc, полученный ВИК (или ВИК и прокаткой), демонстрирует сверхпластичное состояние с удлинениями 200-310% и m=0.5 при температурах 350-440 °С и скоростях 10^{-3}-10^{-2} $с^{-1}$, т.е. проявляет сверхпластичность при более низких температурах, чем при получении просто прокаткой (440-500 °С) (рис.4.42а). Максимум удлинений имеем при 400-440 °С. Температуры 460-500 °С вследствие роста зерен приводят к снижению m до значений менее 0.4 и удлинений менее 200%.

В подвергнутых ВИК или ОТП магналиях с 4.8%Mg и $L1_2$ дисперсоидами показатель m около 0.5, а максимальное удлинение 270±10 % при 440-460 °С, тогда как сплав с Al_6Mn разрушается после 100 % деформации (рис.4.42в). Прокатка на 50% после ВИК с накопленной деформацией 14.4 не обеспечивает существенного улучшения показателей сверхпластичности в исследуемых сплавах с $L1_2$-фазой по сравнению с состоянием непосредственно после ВИК.

ВИК, в выбранных условиях, для сплавов матричного типа способствует снижению температуры проявления сверхпластичности, что может иметь технологическое преимущество и обеспечить некоторое повышение постформовочных прочностных характеристик. Кроме того, данным методом можно получить полуфабрикаты повышенной толщины с удовлетворительными показателями сверхпластичности.

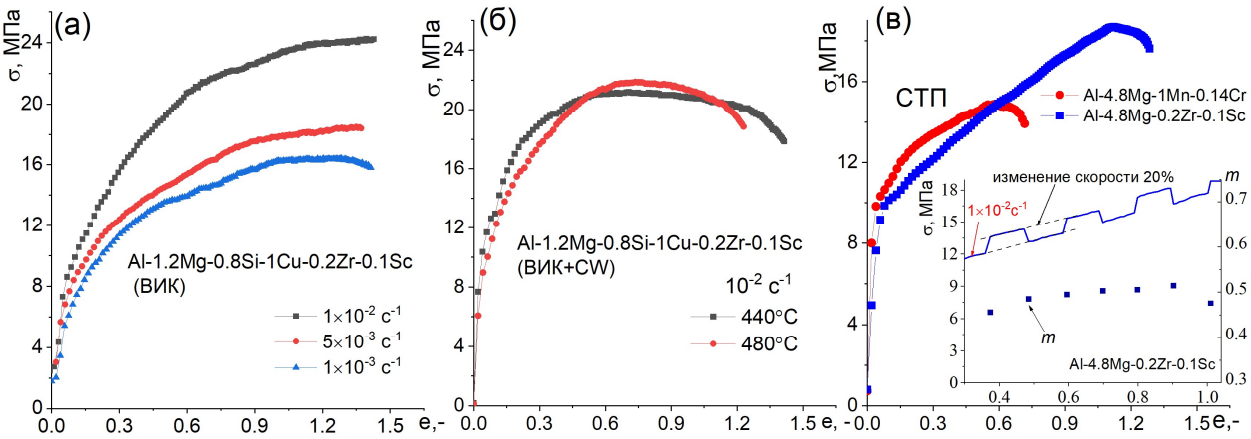


Рисунок 4.42 – Кривые деформации сплавов (а-в) Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc и (в) Al-Mg-Mn/Zr-Cr/Sc подвергнутых (а) ВИК (б) ВИК и прокатке и (в) ОТП (а,в) температура 440ºС (б) скорость деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ [101,104]

4.3.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры

Частицы фаз Al_3Ni/Al_9FeNi обеспечивают рост доли рекристаллизованных зерен и ВУГ, уменьшение среднего размера зерен и рост однородности структуры. Размер рекристаллизованных зерен и субзерен уменьшается с увеличением содержания Mg и соотношения *f/d* для дисперсоидов (рис.4.43-4.46).

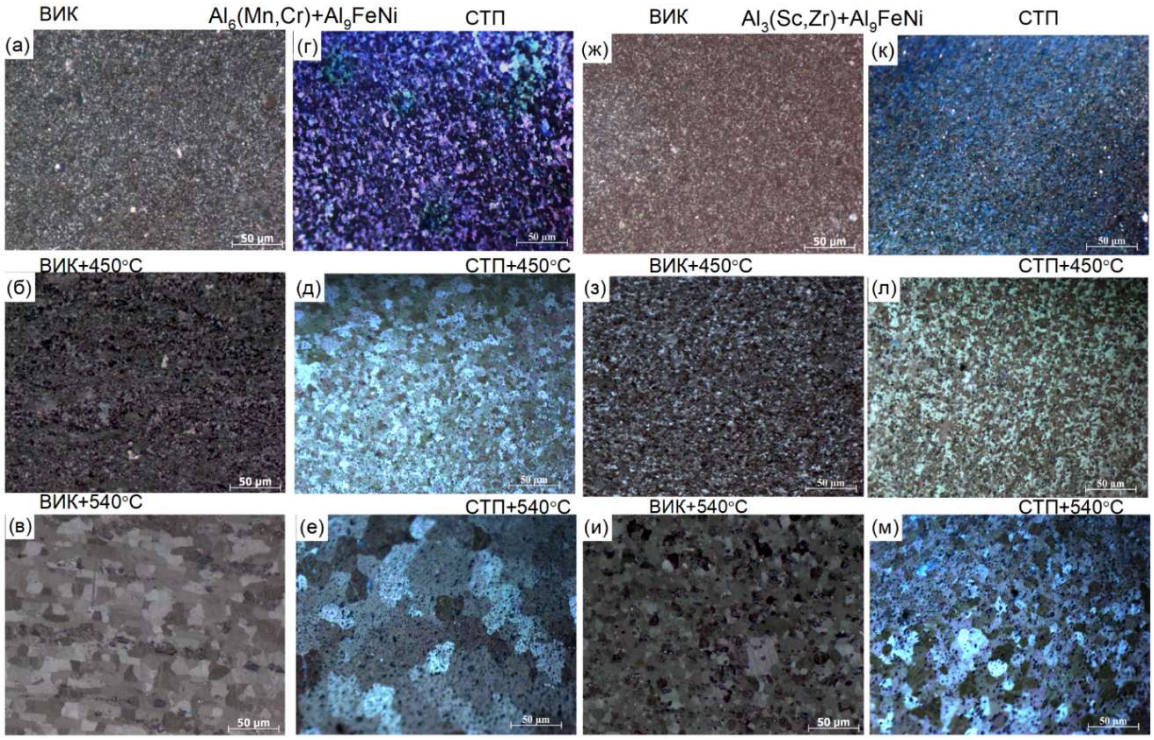


Рисунок 4.43 - Зеренная структура сплавов Al-4.8Mg с добавками переходных металлов (а-е) 0.7Mn, 0.2Cr, 0.6Fe, 1Ni, (ж-м) 0.9Fe, 0.9Ni, 0.2Zr, 0.1Sc, (а,ж) после ВИК с ∑e=14.4 при 350°C или (г,к) после СТП и последующего 30 мин отжига (б,д,з,л) при 460 °C (в,е,и,м) при 540 °C

В сплаве Al-4.8Mg-(0.6-0.9)Fe-(0.9-1)Ni с дисперсоидами $Al_6(Mn,Cr)$ при доле частиц Al_9FeNi~0.07 размер зерна после ВИК – 1.7±0.2 мкм, после СТП – 4.9±0.2 мкм (рис.4.43а-е), что существенно меньше, чем у аналога с малой долей крупных частиц.

При ∑e=12 увеличение объемной доли частиц Al_3Ni с ~2.5 до 7% в сплавах Al-4.8Mg-(1-4)%Ni-0.1Sc-0.2Zr приводит к росту объемной доли мелких рекристаллизованных зерен в центральном сечении с 50 до 95 % и уменьшению среднего размера зерна с 2.8 до 1.6 мкм (рис.4.44, 4.46).

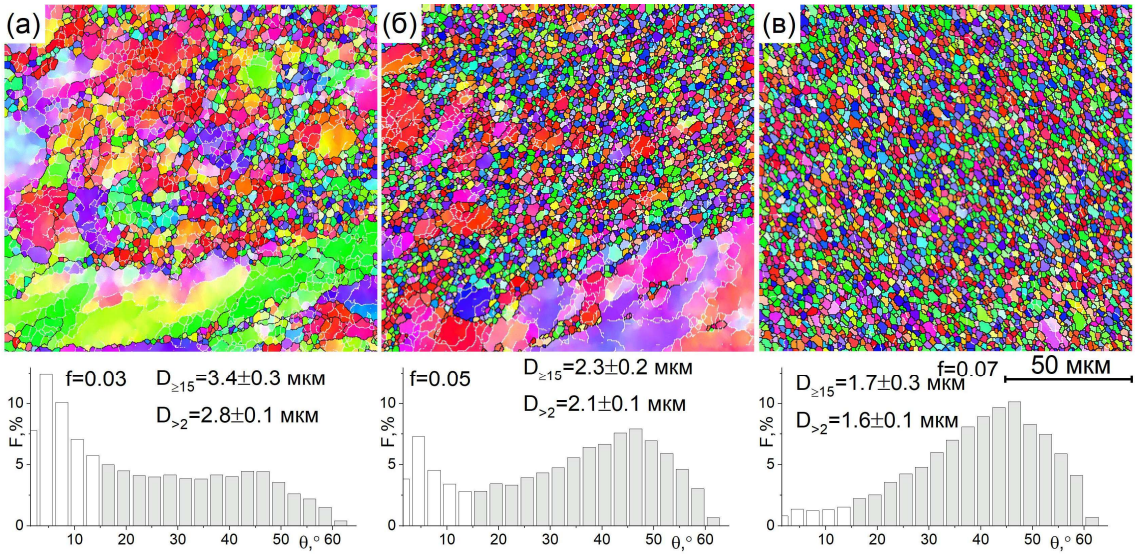


Рисунок 4.44 - Карты распределения границ зерен ДОЭ (окрашены в цвета обратной полюсной фигуры) с распределением углов разориентировки для сплавов (а) с 1%Ni, (б) 2Ni и (в) 4Ni после ∑e=12 [98]

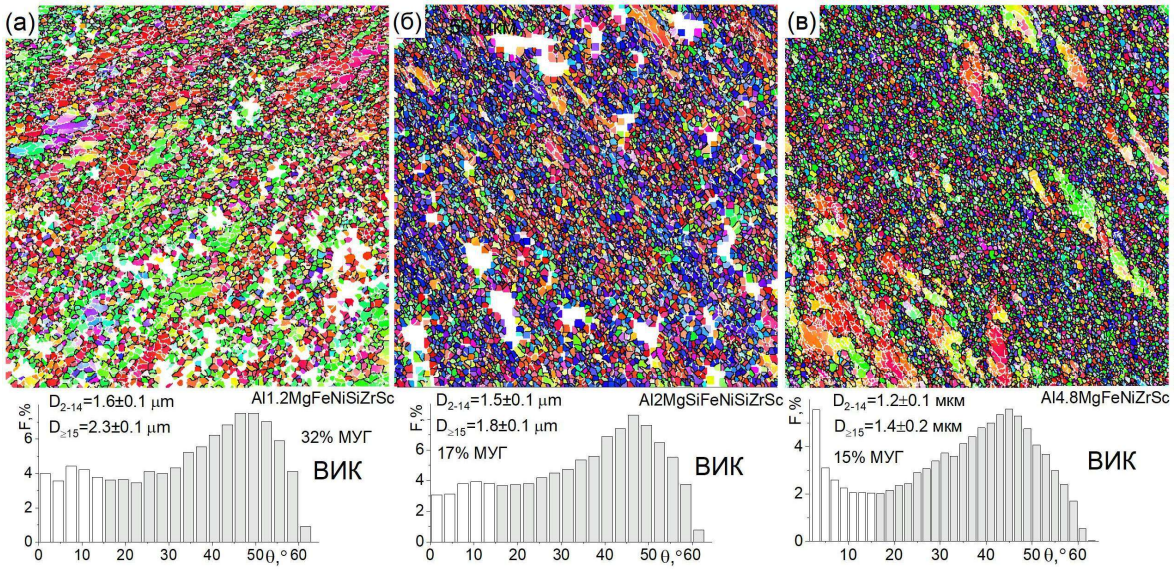


Рисунок 4.45 - ДОЭ карты распределения границ зерен в сплавах с разными параметрами структуры после ВИК с ∑e=14.4 при 350 °C (состав сплавов указан под картами)

Благодаря частицам Al_9FeNi фазы с *f*=0.06 в сплавах с 1.2-2%Mg с $L1_2$-Al_3(Sc,Zr) дисперсоидами (d=10-11 нм, *f*=0.004) происходит уменьшение среднего размера зерна с 2.3 мкм в сплаве без частиц до 1.8 мкм в сплаве с частицами (рис.4.45а,б) [106]. При увеличении содержания магния уменьшается средний размер зерна, увеличивается доля рекристаллизованного объема и ВУГ с 60-70% до ~85-90%. При 4.8%Mg и аналогичных параметрах частиц вторых фаз средний размер зерен уменьшается до ~1.5 мкм, а доля МУГ

сокращается до 15 % (рис.4.45в). Аналогичные значения среднего размера зерен около 2 мкм получены в матричных исследуемых сплавах и в Al-Mg-Sc-Zr в работах [269,270].

Таким образом, в магналиях и авиалях с дисперсоидами от 10 до 80 нм и 5-7% частиц эвтектических фаз размером около 1 мкм формируется практически рекристаллизованная однородная зеренная структура после ВИК при 350 °С с ∑e=12 ~90% площади центрального сечения образцов с долей ВУГ – 68-75% (рис.4.43, 4.45, 4.46б). Отжиг после ВИК и ОТП при температурах выше 400 °С приводит к завершению рекристаллизации - росту доли ВУГ до 88-92% (рис. 4.47).

Обработка трением с перемешиванием в сплаве с 4.8%Mg обеспечивает зерно среднего размера 2.1±0.1 мкм, что близко к значениям после ВИК. После 30 минут выдержки при температуре 450±10 °С (рис.4.43д-з) средний размер зерен увеличивается, до 4.5±0.5 мкм в сплавах с $Al_6(Mn,Cr)$ и незначительно растет до 1.6±0.1 мкм и 2.8±0.5 мкм в сплавах с $L1_2$ нанодисперсоидами (рис.4.43з,л, рис.4.47).

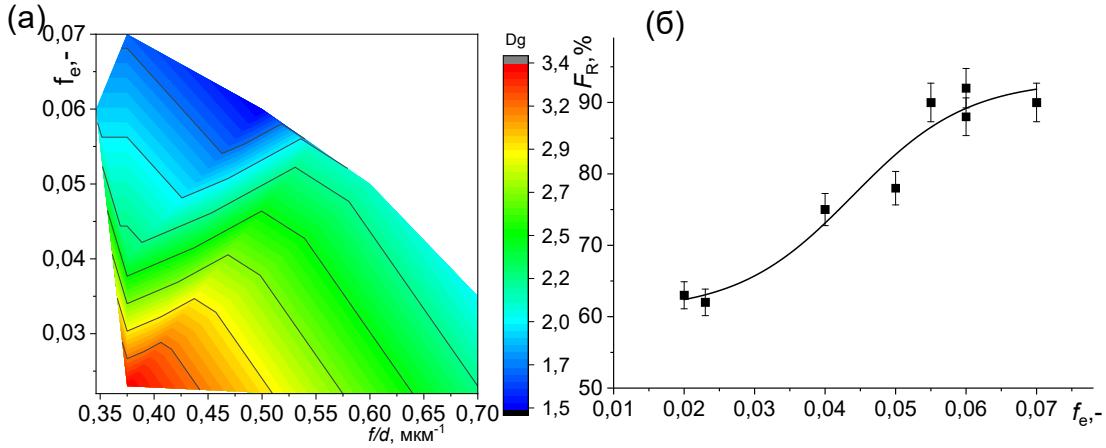


Рисунок 4.46 - Зависимость (а) размера зерен и (б) доли мелкозернистой рекристаллизованной структуры F_R в центральном сечении от параметров частиц вторых фаз (f_e- объемная доля частиц эвтектического происхождения, *f/d* – соотношение доля/размер для дисперсоидов) в сплавах с разными параметрами структуры после 6 циклов ВИК при 350 °С

Повышение температуры отжига до 520±20 °С (рис.4.43и-м) интенсифицирует рост зерен. Средний размер увеличивается до 18±5 мкм после ВИК и до 6.5±0.3 мкм после ОТП в сплавах с Al_6Mn дисперсоидами, и до 11±2 мкм после ВИК и до 6.5±0.3 мкм после ОТП в сплавах с $L1_2$ более дисперсными частицами. При этом появляются признаки аномального роста зерен с формированием зерен от 50 мкм, выраженные в сплавах с Al_6Mn дисперсоидами.

Отметим, что в присутствии частиц эвтектического происхождения, зеренная структура после отжига сохраняет большую однородность и меньший размер зерна после нагрева в сравнении с описанными выше матричными сплавами. Наиболее однородной и стабильной структурой во всех случаях обладают сплавы с $L1_2$-фазой *d*~10 нм и *f*~0.07 крупных эвтектических частиц с *d* ~1 мкм.

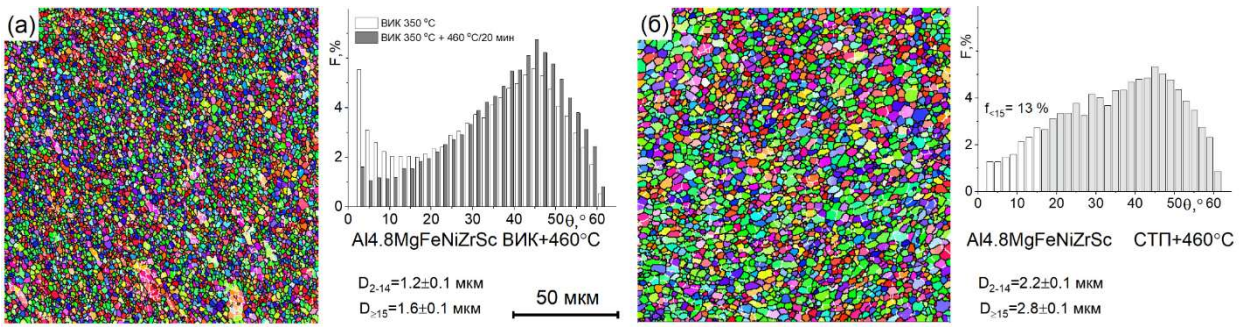


Рисунок 4.47- Карты распределения границ зерен/субзерен после (а) ВИК при температуре 350 °С Σe=12 и отжига при 460 °С (гистограмма распределения углов разориентировки границ зерен для двух состояний – до и после отжига), (б) ОТП и отжига при 460 °С [101]

Сплавы, подвергнутые ВИК, демонстрируют упрочнение на кривых деформации, характерное для динамического роста зерен (испытания для сравнения при 450±10 °С) (рис.4.48).

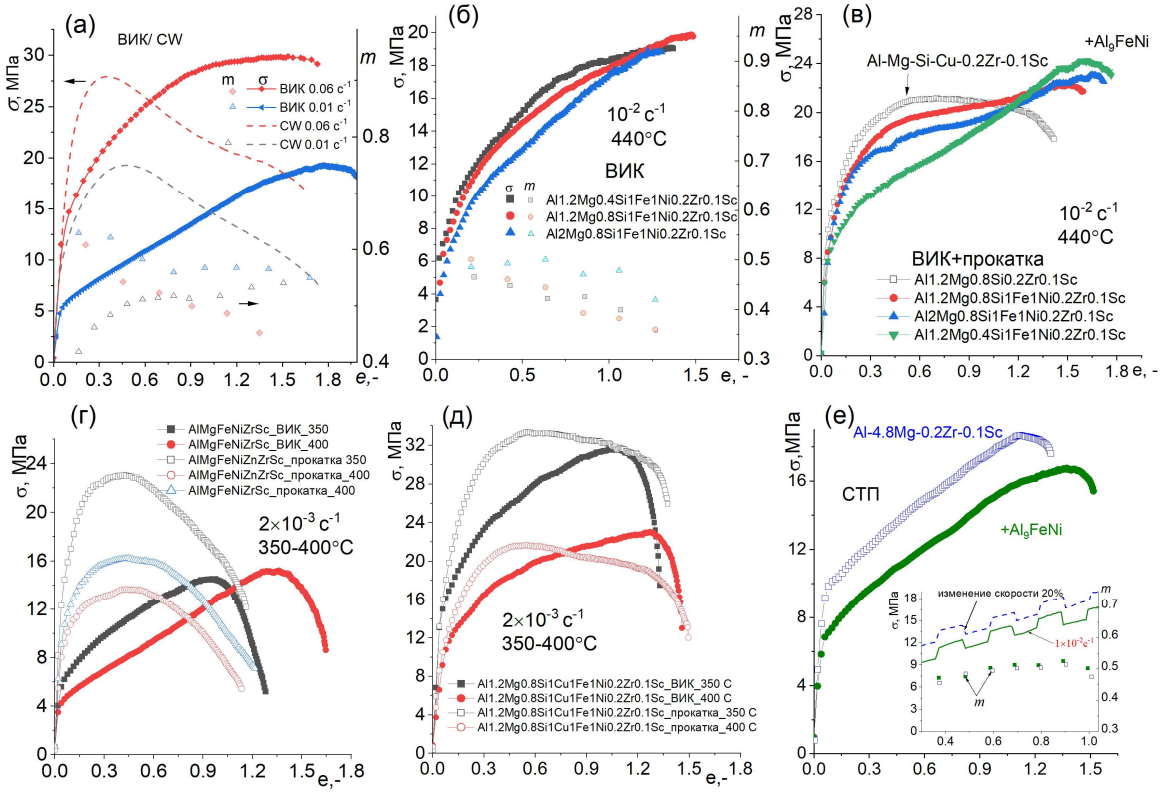


Рисунок 4.48 - Зависимости напряжения и показателя m от деформации образцов, обработанных разными способами (ВИК, прокатка (CW-холодная прокатка, HW – прокатка при 325-420 °С) для сплавов систем Al-Mg-(Zn)-Zr-Sc и Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc, легированных Fe и Ni [100,101,105,106,117]

Показатель скоростной чувствительности прокатанных сплавов с частично нерекристаллизованной структурой увеличивается при деформации на начальном этапе (до 100-200%), а для сплавов, полученных ВИК, с рекристаллизованной структурой несколько уменьшается с увеличением степени деформации (пример для сплава Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc, полученного по двум технологиям ВИК и ТМО с прокаткой на рис.4.48а). При этом в среднем ВИК обеспечивает аналогичные удлинения в сравнении с прокаткой для

магналиев (рис.4.49а). Преимущества ВИК в снижении напряжений на начальной стадии деформации, что уменьшит усилия формовки и важно для массивных заготовок. Присутствие крупных частиц обеспечивает повышение однородности структуры и более мелкое зерно после ВИК, что приводит к большим удлинениям и меньшим напряжениям в сплавах с псевдоматричной структурой по сравнению с матричными.

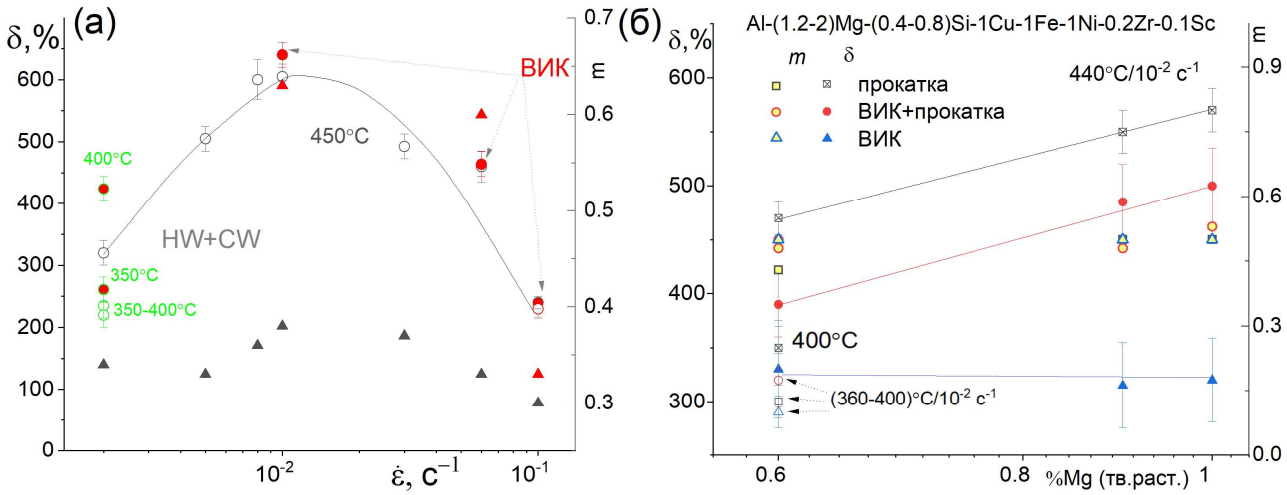


Рисунок 4.49 - Зависимость относительного удлинения и показателя m от (а) скорости деформации для сплава AlMgFeNiZrSc и (б) содержания магния в растворе для сплавов системы Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc, обработанных разными способами (ВИК или прокаткой), сплавов систем легирования Al-Mg-Zr-Sc и Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc, легированных Fe и Ni

Комбинирование ВИК с последующей прокаткой для сплавов с псевдоматричной структурой не обеспечивает рост удлинений магналиев. При ~5%Mg, ввиду относительно высокой однородности структуры, ВИК в качестве единственной обработки обеспечивает близкий к ТМО уровень показателей *m* и удлинений, но меньшие напряжения течения. Отметим, что СТП и ВИК дают близкие значения напряжения, что создает возможность получения СПФ методом изделий из сваренных заготовок, при этом удлинения в зоне СТП ниже, что нужно учитывать при проектировании технологий СПФ.

В менее легированных авиалях из-за неоднородности структуры, которая сохраняется при больших накопленных деформациях, ВИК приводит к снижению относительного удлинения по сравнению с прокаткой, несмотря на более высокие значения *m* на начальной стадии деформации. Наибольшую однородность структуры и максимальные удлинения в данных сплавах обеспечивает простая обработка с деформацией прокаткой, при этом увеличение степени горячей прокатки при уменьшении холодной обеспечивает лучшие характеристики (рис.4.49б).

Так как структура сплавов при ВИК и обработке/сварке трением с перемешиванием формируется в результате рекристаллизации, то и механизмы ее формирования зависят от тех же параметров структуры и процесса, что при прокатке, что при нагреве

холоднодеформированного листа. Эволюция структуры и ее термическая стабильность подчиняются единым закономерностям формирования зеренной структуры в гетерогенных сплавах. А именно, определяются температурой, степенью и скоростью деформации, и для исследуемых алюминиевых сплавов составом твердого раствора и параметрами частиц вторых фаз.

В зависимости от среднего размера зерна *D*, параметра $\frac{f}{d}$, для частиц можно проанализировать склонность сплавов к нормальному и аномальному росту зерен через параметр Зинера (*Z*)[140]:

$$Z = \frac{3fD}{d} \quad (4.1)$$

где Z описывает взаимосвязь размера зерен D и $\frac{f}{d}$, и *Z*=0 для нормального роста зерен, 0.1<*Z*<0.25 – для обоих механизмов, 0.25<*Z*<1 – для аномального роста зерен, и *Z*>1 – не должно быть роста зерен.

Для дисперсоидов во всех исследуемых сплавах Z >2, т.е. они должны эффективно сдерживать рост зерен. При температурах ВИК и отжигах до 350 ºС близкие параметры зеренной структуры в исследуемых сплавах с разными параметрами частиц вторых фаз и достаточно высокая стабильность структуры. Вероятно, при пониженной температуре 350 °С достаточно присутствия магния в растворе и дисперсоидов с *f/d* >0.4 мкм$^{-1}$. Оба параметра обеспечивают рекристаллизацию при ВИК и ограничивают рост зерен в области пониженных температур [101].

Отжиг при 450-460 °С при *f/d*=0.3-0.6 мкм$^{-1}$ для сплавов с дисперсоидами размером 10-50 нм приводит к аномальному росту зерен, несмотря на Z>2. Однородность структуры после отжига увеличивается в присутствии дополнительной фракции частиц размером 0.7-1.5 мкм с *f* >0.05. Наименее выражен рост зерен в сплавах с $L1_2$-фазой с *d*=10 нм и *f/d* ~ 0.4 мкм$^{-1}$, частицами Al_9FeNi/Al_3Ni размером около 0.7 мкм и *f/d*~0.1 мкм$^{-1}$. При тех же параметрах крупных частиц и близких соотношениях *f/d* ~0.3-0.5 мкм$^{-1}$ дисперсоиды марганцовистой фазы размерами 45-50 нм слабее сдерживают рост зерен, чем дисперсные частицы $L1_2$-фазы размером 10-15 нм.

Вне зависимости от используемой технологии важным является механизм увеличения числа зародышей при рекристаллизации в присутствии крупных частиц, которые повышают однородность структуры, деформируют сплав «изнутри». Ввиду неоднородного распределения деформаций при ВИК в сплаве с крупными частицами критическая степень деформации необходимая для зарождения рекристаллизованного зерна достигается при меньшей накопленной деформации, что приводит к рекристаллизации в большем объеме образца и росту однородности структуры как при

ВИК, так и последующем отжиге до 460 °С.

Важным фактором является стимулирование зарождения новых зерен при сварке/обработке трением с перемешиванием. В присутствии крупных частиц фазы Al_9FeNi размером 1 мкм повышается однородность структуры после обработки и растет термическая стабильность зеренной структуры. Как и для сплавов, подвергнутых ВИК, после ОТП/СТП наилучший результат обеспечивает высокая степень гетерогенности структуры в присутствии наноразмерных дисперсоидов и крупных частиц эвтектического происхождения, положительный эффект оказывает повышение содержания магния.

4.4 Закономерности формирования зеренной структуры и сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах

Закономерности формирования структуры и сверхпластического течения в данных сплавах определяются тремя параметрами – *f/d* для дисперсоидов, *f/d* для крупных частиц вторых фаз эвтектического происхождения и содержанием растворимых элементов.

Первым фактором, определяющим средний размер зерна, является размер и доля дисперсоидов (d <0.1 мкм). Дисперсные частицы сдерживают рост зерен, сила Зинера увеличивается с увеличением отношения *f/d* [180]. Крупные частицы эвтектического происхождения способны стимулировать зарождение зерен при рекристаллизации и слабо ограничивают миграцию границ зерен.

Оценить эффект частиц в торможение роста зерен можно по закону Зинера, согласно которому размер зерна уменьшается, так как сила (уравнение 4.2), действующая на границу, увеличивается с ростом параметра *f/d* [140,180].

$$p_z = \frac{3f\gamma_{GB}}{d}, \tag{4.2}$$

где энергия границ зерен γ_{GB}=*0.*32 Дж·м$^{-2}$, *f* и *d* доля и средний диаметр выделений.

В исследуемых сплавах с дисперсоидами Mn, Cr, Zr, Sc, Er, содержащих фаз *d/f* от 0.4 до 0.5 мкм$^{-1}$, сила Зинера составляет от 0.3 до 0.4 МПа. При этом при прочих равных и близких значениях *f/d* когерентные матрице частицы $L1_2$-фазы Al_3(Sc,Zr) размерами 7–12 нм обеспечивают более высокую стабильность зеренной структуры, чем Mn-частицы размерами более 40 нм. Сравнивая данные, полученные для сплавов с разной степенью гетерогенности по размеру зерен и их термической стабильности, можно сделать вывод, что несмотря на близкие значения *f/d* (около 0.4 мкм$^{-1}$), когерентные и мелкие частицы $L1_2$-фазы эффективнее сдерживают рост зерен, чем некогерентные частицы Mn-фазы. При этом при прочих равных более высокая термическая стабильность структуры наблюдается при повышенной доле когерентных дисперсоидов I-фазы (в области температур ее существования). Таким образом кроме *f/d* для анализа стабильности структуры необходимо

учитывать и когерентность частиц, которая может влиять на энергию связи частицы и границы зерна, а также способность мигрирующей границы отрываться от частицы.

Для крупных частиц эвтектического происхождения в исследуемых сплавах сила Зинера на порядок меньше и их вкладом в сдерживание роста зерен можно пренебречь и учитывать только способность стимулировать зародышеобразование. В присутствии разных типов исследуемых дисперсоидов (когерентных $L1_2$ фазы, I фазы и не когерентных Mn и Cr средними размерами от 9 до 90 нм) на 1-2 порядка более крупные частицы эффективно стимулируют зарождение новых зерен при рекристаллизации, что также приводит к дополнительному уменьшению среднего размера рекристаллизованных зерен и, что важно при ВИК и при самой сверхпластической деформации, ускорению рекристаллизации и росту рекристаллизованного объема. С увеличением объемной доли крупных частиц однородность структуры и доля ВУГ увеличивается в сплавах, подвергнутых простой ТМО и ВИК. В результате бимодальное распределение частиц по размерам, крупных 0.6-1.5 мкм и мелких <0.1 мкм, позволяет задействовать оба пути управления рекристаллизацией - увеличение скорости зарождения центров и ограничение их роста. Растворимые при температурах сверхпластического течения частицы не способны повлиять на формирование структуры в процессе деформации и не обеспечат стимулирование рекристаллизации в сплавах с высокой долей $L1_2$-фазы.

Отношение *f/d* для крупных эвтектических частиц – *второй важный фактор,* определяющий исходный размер зерна и показатели сверхпластичности. Крупные частицы обеспечивают стимулирование зарождения новых зерен при статической и динамической рекристаллизации в исследуемых сплавах. Эффект способствует измельчению зерен, увеличению доли высокоугловых границ зерен и, как следствие, облегчению ЗГС. Крупные частицы ~1 мкм равномерно распределены в алюминиевой матрице и, в сочетании с дисперсоидами, обеспечивают сверхпластичность при высоких скоростях деформации для исследуемых сплавов.

Третьим ключевым фактором, которому в отличие от параметров дисперсоидов было уделено мало внимания в литературе на момент начала работ, но который позволяет эффективно управлять размером зерна и сверхпластичным состоянием, является состав твердого раствора. По сути атомы растворенного вещества, как и частицы вторых фаз создают дополнительную гетерогенность в структуре на атомном уровне, способны сегрегировать на границы зерен, т.е. этот параметр также укладывается в принципы оптимизации гетерогенности структуры. Наиболее эффективно позволяет уменьшать средний размер зерна рост содержания Mg в твердом растворе, что работает в сплавах разных систем легирования (Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Zn-Cu, Al-Mg-Si-Cu) и с разными

параметрами частиц вторых фаз. Наиболее выраженный эффект имеет увеличение содержания магния до 6.5 мас% в магналиях, которое приводит к закономерному уменьшению среднего размера рекристаллизованных зерен при близких параметрах частиц вторых фаз. Повышение концентрации магния также увеличивает долю ВУГ в сплавах с повышенной плотностью распределения частиц $L1_2$-фазы, способствует уменьшению размера субзерен и рекристаллизованных зерен.

Влияние растворенного магния на размер рекристаллизованного зерна имеет одинаковую природу в разных группах сплавов, причем значения размера зерна укладываются на усредненную линейную зависимость размера рекристаллизованного зерна от содержания магния для всех исследуемых сплавов при близких режимах термомеханической обработки и параметрах частиц вторых фаз.

Объяснить формирование более мелкого зерна (как и снижение эффекта от повышения скорости нагрева в сплавах с повышенным содержанием магния) можно (1) ростом деформационного упрочнения, обусловленного значительными различиями в атомных размерах Mg и Al [248], что способствует ускорению рекристаллизации благодаря повышению плотности дислокаций при деформации, (2) снижением подвижности дислокаций из-за их закрепления растворенными атомами магния или снижения ЭДУ и, как следствие, сдерживания процессов возврата [81]. Кроме того, магний имеет склонность сегрегировать на границах зерен и может сдерживать их рост по этой причине [271,272].

Легирование сплавов цинком приводит к улучшению показателей сверхпластичности – малая добавка 0.7% снижает напряжения, увеличивает m и обеспечивает рост удлинений в магналиях с разным структурным типом и авиалях, а сплавы с повышенным содержанием цинка высокопрочной группы при максимальной гетерогенности структуры обладают наиболее высокоскоростной сверхпластичностью – до 1 $с^{-1}$. Легирование медью авиалей также улучшает показатели сверхпластичности. Отметим, что медь в данной группе сплавов необходима для образования упрочняющих фаз Q', C и L в процессе старения и достижения высоких прочностных характеристик при комнатной температуре [273].

В статически рекристаллизованных магналиях, полученных прокаткой, сочетание ~6 мас.% Mg и бимодального распределения частиц (5–7 % эвтектических фаз и Mn-дисперсоидов) дает наименьший средний размер зерна ~3.8 мкм. Для сплавов, рекристаллизующихся динамически, минимальный размер рекристаллизованных зерен, высокую долю ВУГ (60-80 %) и субзерен (1-2 мкм) обеспечивают повышенные концентрации Mg (до 2 % в авиалях и до 5 % в магналиях и высокопрочных сплавах) в присутствии крупных частиц кристаллизационного происхождения (f = 0.05–0.07).

Данные значение нельзя назвать граничными, так как уменьшение размера зерна возможно при повышении степени гетерогенности структуры и степени деформации. Для *f/d* ~1 мкм$^{-1}$ необходимо обеспечивать размер частиц 6-7 нм и увеличить их долю до 0.007 (0.7%), для чего содержание скандия должно быть 0.3-0.4 %, а не желаемые 0.1% и меньше. Кроме того, для формирования столь мелких частиц необходимо использовать низкотемпературные и длительные режимы гомогенизационного отжига, что не всегда реализуемо для многокомпонентных сплавов. Для авиалей повышение с 0.1 до 0.2%Sc не обеспечивает роста *f/d* ввиду связывания его в фазы кристаллизационного происхождения. Совместное легирование 0.15-0.2 % Zr и 0.1%Sc эффективно как с точки зрения поддержания стабильности размера частиц, так и с позиции роста их объемной доли. Для увеличения содержания циркония потребуется существенное увеличение скорости охлаждения при литье, необходимое для диспергирования структуры и роста растворимости. Последние имеют размерные ограничения и не смогут технически обеспечить получение листовых заготовок для последующей СПФ. Для формирования пересыщенного 0.7%Zr алюминиевого твердого раствора необходимы скорости, соответствующие быстрой кристаллизации тонких слитков или гранул, что невозможно реализовать при получении листа из технико-экономических соображений.

Частицы эвтектического происхождения являются дополнительным инструментом управления состоянием сверхпластичности. Среди рассмотренных элементов универсальной парой является Fe и Ni, образующие Al_9FeNi с достаточной дисперсностью и объемной долей. Увеличение доли частиц эвтектического происхождения эффективно при околосферической морфологии частиц, однако ограничено возможностями легирования (эвтектической концентрацией в сложнолегированных сплавах, недопустимостью связывания в нерастворимые фазы значительной концентрации основных и дисперсоидообразующих элементов) и технологической пластичностью (особенно значительном ее снижении при росте доли частиц фазы Mg_2Si в авиалях).

Таким образом, учитывая ограничения природы сплавов и используемых технологических процессов, значимо увеличить *f/d* через управление составом и термообработкой в сложнолегированных алюминиевых сплавах не представляется возможным.

Применение ВИК не позволяет значимо улучшить показатели, особенно псевдоматичных сплавов, но обеспечивает сверхпластичное состояние полуфабрикатам повышенной толщины. Увеличение степени деформации возможно через интенсификацию пластической деформации, использование КГВ, что за пределами задач представленной работы.

4.5 Двухфазные сплавы с микродуплексной структурой

К данной группе относятся двухфазные сплавы с близким соотношением объемных долей фаз, каждая из которых имеет размеры зерен от 1 до 10 мкм. В отличие от сплавов с псевдоматричной структурой обе фазы способны деформироваться при сверхпластическом течении. К представителям данной группы относятся исследованные нами медные [120–124] и титановые [125–129] сплавы, для которых далее обобщим влияние состава на параметры структуры и показатели сверхпластичности. Зеренная структура и ее стабильность для данных сплавов определяются в первую очередь соотношением фаз.

4.5.1 Зеренная структура и показатели сверхпластичности латуней

Слитки латуней равных составов (таблица 4.1) получали наполнительным литьем, а листы толщиной 1.1±0.1 мм обрабатывали по режимам, описанным в патенте RU 2699423 C1. 4.1. Согласно микроструктурному анализу и данным ThermoCalc, все исследованные латуни имеют двухфазную (α + β) структуру в интервале 525-600 °C и близкое кажущееся содержание цинка (~40 %). Упорядочение с формированием β' - фазы[4] происходит ниже 454 °C и не сказывается на процессах СПД. Al, Sn и Mn растворяются в α и β фазах, Fe формирует включения (Fe) d=0.3-5 мкм и f ~0.03. Mn и Al растворяются в α и β фазах, а Sn (в ЛЖМц-59-1-1) обнаружено только в β-фазе.

Таблица 4.1 – Химический состав исследуемых сплавов на основе меди и их температура солидус

Сплав	Массовая доля компонента, %						Tсол°C
	Cu	Zn	Al	Fe	Mn	Sn	
Л59	60.0	40.0	-	-	-		903
ЛА59-0.5	59.1	40.5	0.4	-	-		895
ЛА61-1	61.2	37.8	1.0	-	-		902
ЛА65-2	64.5	33.3	2.2	-	-		919
ЛЖМц59-1-1	58.5	39.7	0.3	0.6	0.5	0.4	892
ЛАЖ60-1-1	61.0	37.0	0.8	0.8	0.4		905

В температурной области от 525 до 600 °C сплавы имеют структуру (α + β) с рекристаллизованными зернами обеих фаз. В α-зернах появляются характерные двойники отжига (рис. 4.50а-е). Указанный интервал температур соответствует 0.65-0.75 от $T_{пл}$ (температуру солидуса см. в таблице 4.1) [123]. Увеличение температуры приводит к уменьшению доли α фазы и росту зерен, при температуре 750 °C формируется «бамбуковая» структура β-зерен. В многокомпонентных латунях, особенно Fe-содержащих, размер зерна меньше (рис. 4.50ж), что объясняется как растворенными

[4] Далее использовано обозначение β-фаза при этом, подразумевая, что при охлаждении до комнатной температуры проходит упорядочение и формирование β′

атомами легирующих элементов, так и частицами (Fe), ограничивающими рост зерен. При 550 °С объемная доля α- и β-фаз практически одинакова (≈50/50, рис. 4.50з) и в пределах доверительного интервала не зависит от состава.

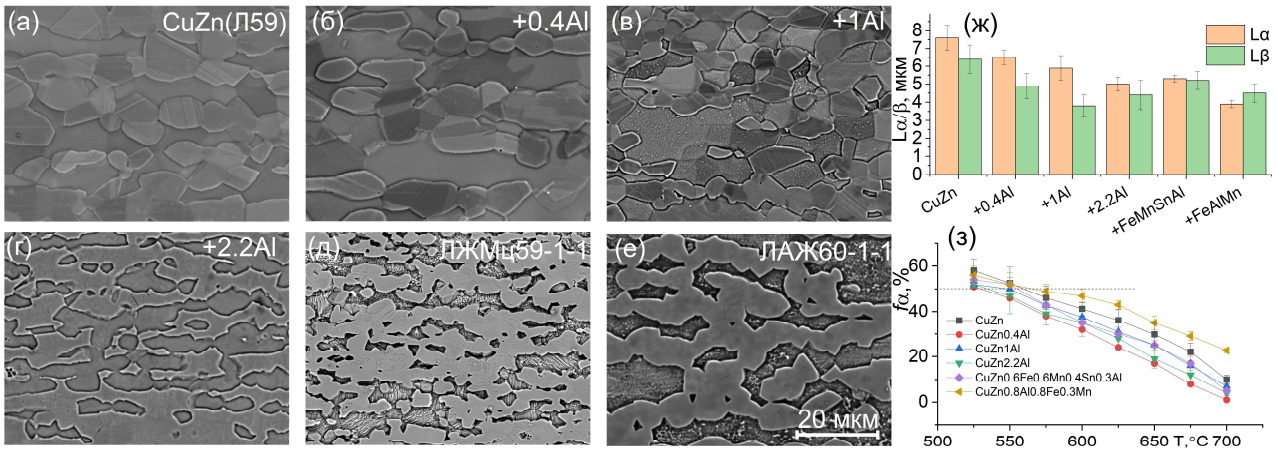


Рисунок 4.50 – (а-е) Микроструктура латуней [123] (ж) размер зерна в латунях после прокатки и 20 минут отжига при температуре 550 °С в продольном сечении листа (L–S) и (з) зависимость объемной доли α-фазы от температуры отжига

Зависимости напряжения от скорости деформации в логарифмических координатах в двухфазной области температур 525-600 °С имеют классическую сигмоидальную форму (рис. 4.51). Значения m = 0.4-0.6 для всех сплавов принадлежат скоростям 5×10^{-4}-1×10^{-2} $с^{-1}$, а скорость 1×10^{-3} $с^{-1}$ принадлежит максимальным значениям m и обеспечивает δ=450-500 % (рис.4.52). Дополнительное легирование обеспечивает снижение напряжения течения и рост относительного удлинения по сравнению с двойным сплавом. Наибольшие удлинения 500% получены в сплавах с 0.8-1.1%Al при скорости деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$. С увеличением содержания алюминия до 2.2 % напряжение течения растет.

Оптимальная температура и скорость сверхпластической деформации латуней – ~550 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$ [124]. При данной температуре соотношение фаз α/β≈1/1, что должно обеспечивать наибольшую стабильность зерен в сплавах с дуплексной структурой и наиболее устойчивое течение при сверхпластической деформации [274]. При температуре 600 °С относительные удлинения незначительно ниже.

Скорость $1\times10^{-3}с^{-1}$ соответствует наибольшим значениям показателя m. При заданных температурно-скоростных условиях деформации латунь с 0.4 %Al и сложнолегированные сплавы демонстрируют меньшие напряжения течения и большие значения относительного удлинения, (460-500)±30% против 300±40%. На стадии устойчивого течения в интервале значений деформации 0.2-1.2 показатель скоростной чувствительности m = 0.48-0.57 и слабо зависит от состава сплава (рис.4.51г, врезка).

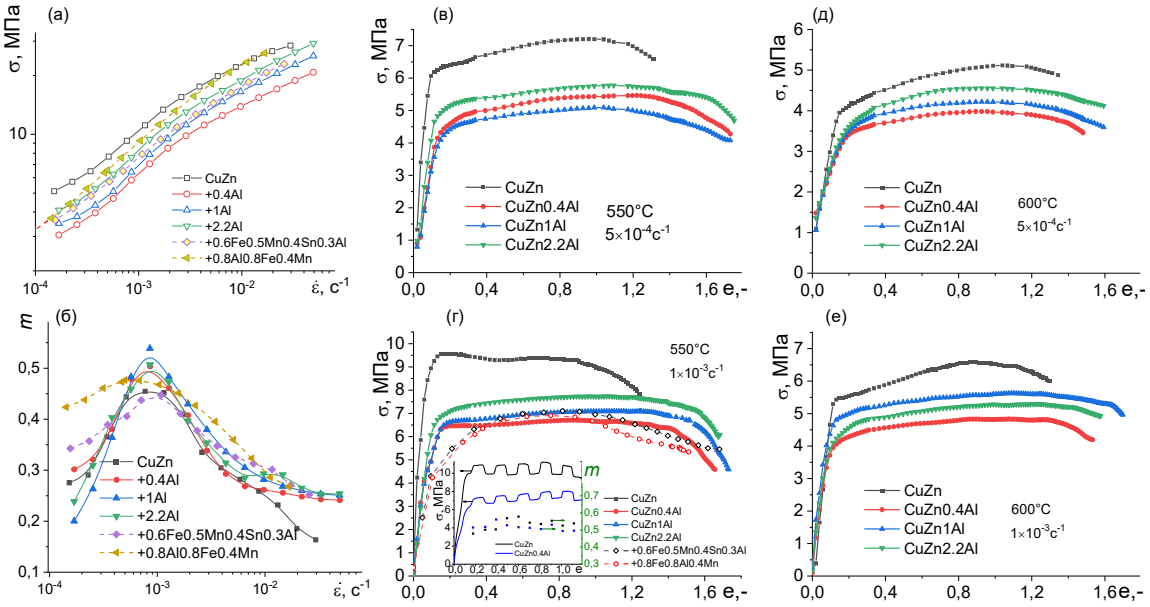


Рисунок 4.51 – Зависимости (а) напряжения и (б) показателя m от скорости деформации при 550 °С (в-е) кривые напряжение-деформация при растяжении с постоянной скоростью деформации 5×10^{-4} $с^{-1}$ и 1×10^{-3} $с^{-1}$; врезка на (г) изменение напряжения и показателя скоростной чувствительности при испытаниях со скачковым увеличением скорости на 20% относительно номинального значения 1×10^{-3} $с^{-1}$ для сплавов Cu-40%Zn и Cu-37.2%Zn-0.4%Al [121,123]

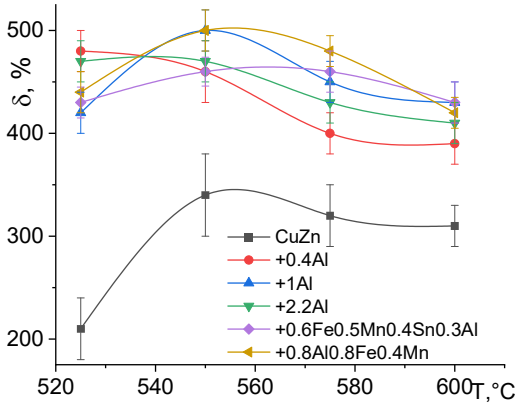


Рисунок 4.52 – Зависимости относительного удлинения латуней от температуры деформации при постоянной скорости деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$

4.5.2 Зеренная структура и показатели сверхпластичности сплавов на основе титана

Сравнивали промышленные сплавы псевдо-α ОТ4-1 (Ti-2.5Al-1.8Mn), α+β типа ВТ6 (Ti-6Al-4V) и ВТ14 (Ti-4%Al-3%Mo-1%V). Последний получали по двум режимам (А – горячая прокатка с началом при температурах β области и концом в α+β с непрерывно снижающейся температурой деформации; В – с промежуточной закалкой из β-области перед операцией прокатки), обеспечивающим различную исходную структуру [129]. Технология обработки с закалкой и последующей горячей деформацией в двухфазной области была разработана Портным В.К. и механизм формирования структуры через рекристаллизацию с последующей фрагментацией и глобуляризацией мартенситных

пластин при такой обработке описан в его докторской диссертации и связанных публикациях [142]. Кроме того, анализировали сплав экспериментального состава с концентрацией по основным элементам как у ВТ14 и добавкой 2%Fe и 0.1%B, образцы которого получены в лабораторных условиях по технологии с закалкой, режим близкий к В. Методика описана в работах [126,128,129].

Температура β-трансуса (начала полиморфного превращения β→α при охлаждении) является критической, так как в однофазном состоянии в ОЦК и β фазе происходит интенсивный рост зерна. Температура β-трансуса сплавов ОТ4-1 - 906 °С, ВТ6 - 935 °С, ВТ14 - 922 °С, значения близки по данным ДТА и ThermoCalc (рис. 4.53а,б).

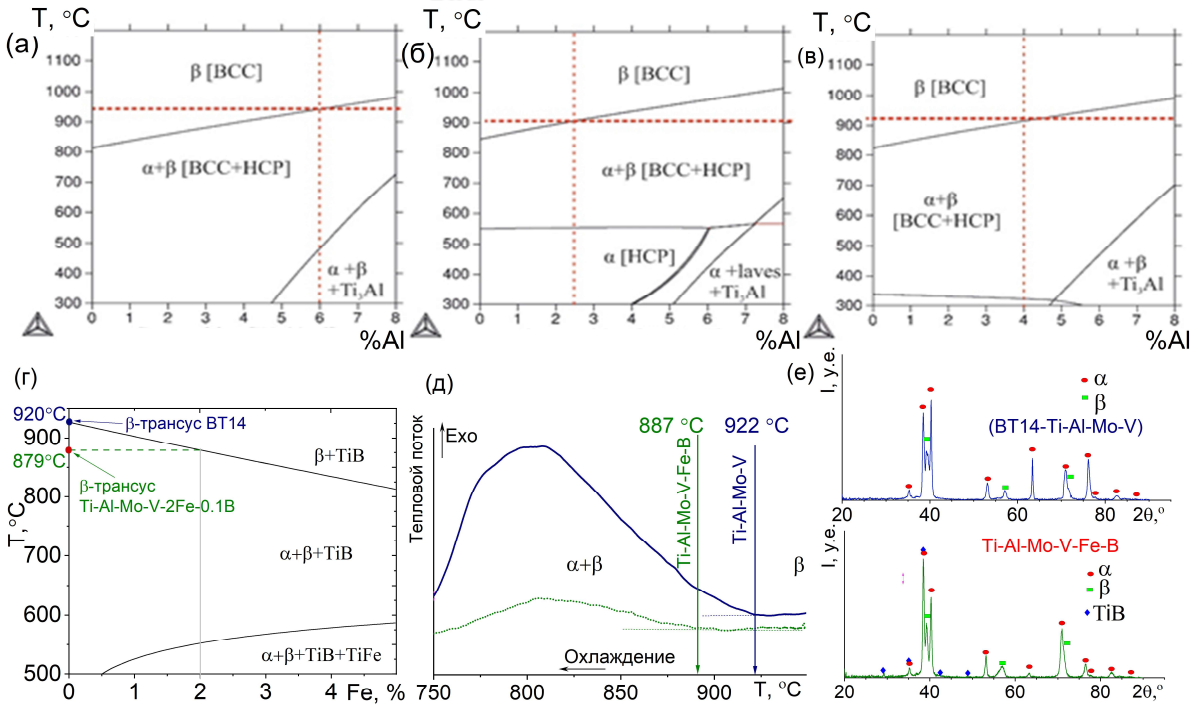


Рисунок 4.53 - (а-г) Политермические разрезы для (а) Ti-4V-xAl, (б) Ti-1.8Mn-xAl, (в) Ti-4Al-3Mo-1V (г) Ti-4Al-3Mo-1V-0.1B-xFe, построенные при помощи Thermo-Calc, (б) ДТА кривые сплава ВТ14 и сплава с железом, (в,г) дифрактограммы (в) ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V) и (г) сплава с 2Fe и 0.1B после прокатки [128]

Расчетная температура β-трансуса сплава с Fe (ThermoCalc) –879°С, по данным ДТА – 887 °С (рис. 4.53в,д), т. е. 2%Fe снижает на ~35-40°С температуру β-трансуса (рис.4.53г,д). Малая добавка бора влияет незначительно на β→α. Исходная структура после прокатки зависит от режима обработки и состава. РФА обнаруживает α и β во всех сплавах и TiB в сплаве Ti-Al-Mo-V-Fe-B (рис. 4.53е).

По результатам микроструктурного анализа (рис.4.54а,б) после прокатки объемная доля фаз в ОТ4-1 α/β = 92±3 /7±2%, в ВТ6 - 78±3 /15 ± 3%. В сплавах формировалась равноосная зеренная структура с d_β = 1.2±0.2 мкм в ОТ4-1 и d_β=1.5±0.1 мкм в сплаве ВТ6.

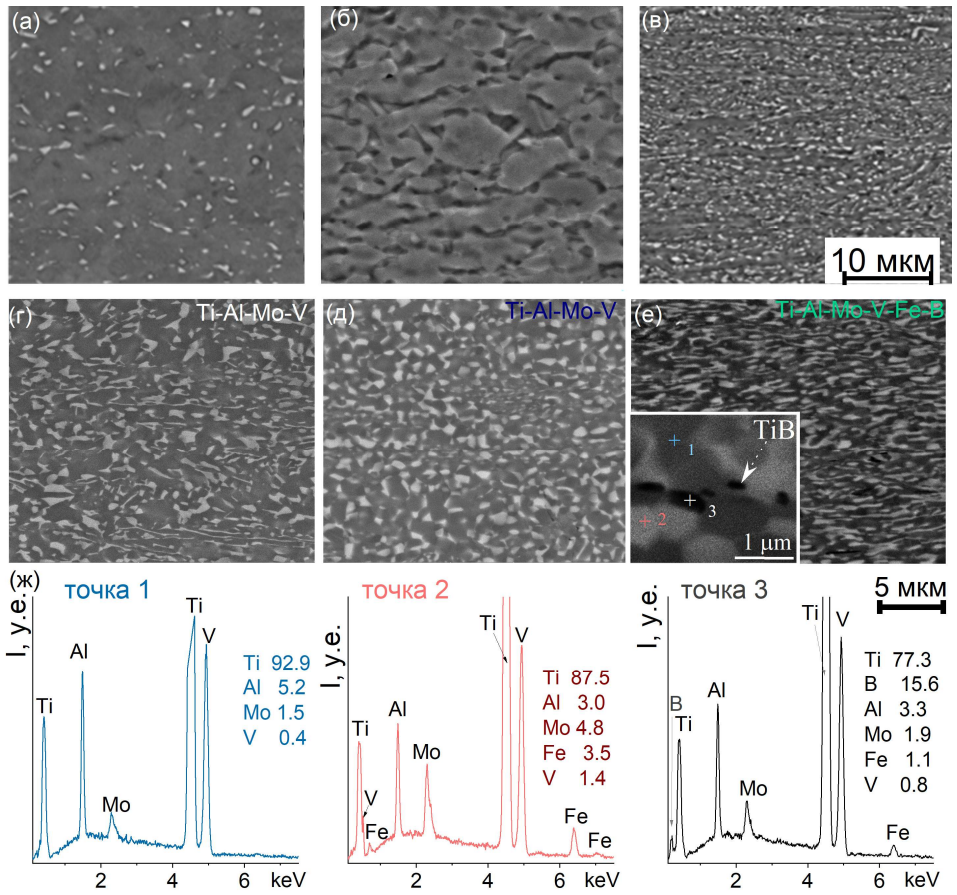


Рисунок 4.54 – Микроструктуры прокатанных листов сплавов (а) ОТ4-1 (б) ВТ6 (в-д) ВТ14 Ti-4Al-3Mo-1V [129], (в) сплава с Ti-4Al-3Mo-1V-2Fe-0.1B на врезке микроструктура при большем увеличении, демонстрирующая фазы в сплаве с железом и (г) ЭДА-спектры от разных составляющих в обозначенных точках [128]

В ВТ14 соотношение фаз $\alpha/\beta = 78\pm3/23\pm2$ %, в сплаве с добавкой железа – 64±3/37±2%. После прокатки ВТ14 демонстрирует смешанную структуру из вытянутых и равноосных зерен (рис. 4.54в). Для режима А доля несформированной пластинчатой структуры 45±5% (рис. 4.54г), для режима В - 22±3% (рис.4.54д). В сплаве с железом формируется однородная структура с несколько вытянутыми вдоль прокатки зернами β фазы. Средняя толщина вытянутых зерен β-фазы равна (0.7-0.8)±0.1 мкм (рис.4.54е) [129].

Для анализа параметров зеренной структуры листы отжигали 30 минут в атмосфере аргона в интервале температур двухфазной области 625-900 °С. После отжига следовала закалка в воду и происходило полиморфное/мартенситное превращение, т.е. часть β фазы меняла тип решетки, но без изменения состава, в результате СЭМ в отраженных представляет структуру близкую к высокотемпературному состоянию (рис.4.55,4.56). Объемную долю рассчитывали при помощи Thermo-Calc (пунктирные линии) и экспериментально (сплошные линии на рис. 4.57в,г). Количественный анализ структуры и расчет в условиях термодинамического равновесия при помощи Thermo-Calc дают близкие значения. Можно считать, что фазовое соотношение в сплавах близко к равновесному уже перед началом сверхпластической деформации за 30-40 минут выдержки при температуре

деформации. Формирование примерно равной объемной доли фаз (50±5%) происходит в интервале 850-875 °С для ОТ4-1, 875-900 °С для ВТ6, 850-875 °С для ВТ14 и 775-800 °С для сплава с Fe.

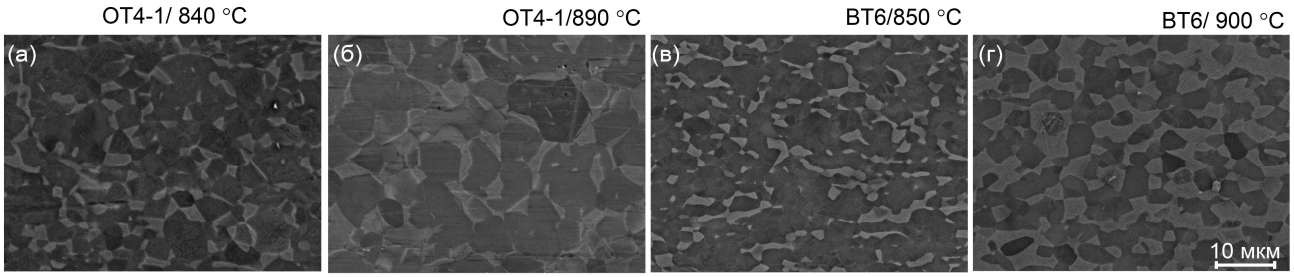


Рисунок 4.55 - Микроструктуры листов сплавов (а,б) Ti-Al-Mn [130] и (в,г) Ti-Al-V [132] после 30 минут отжига при разных температурах (указаны на рисунках) с последующим охлаждением в воде

С повышением температуры отжига происходит изменение соотношения фаз, рост зерен и изменение их формы (рис. 4.55-4.57).

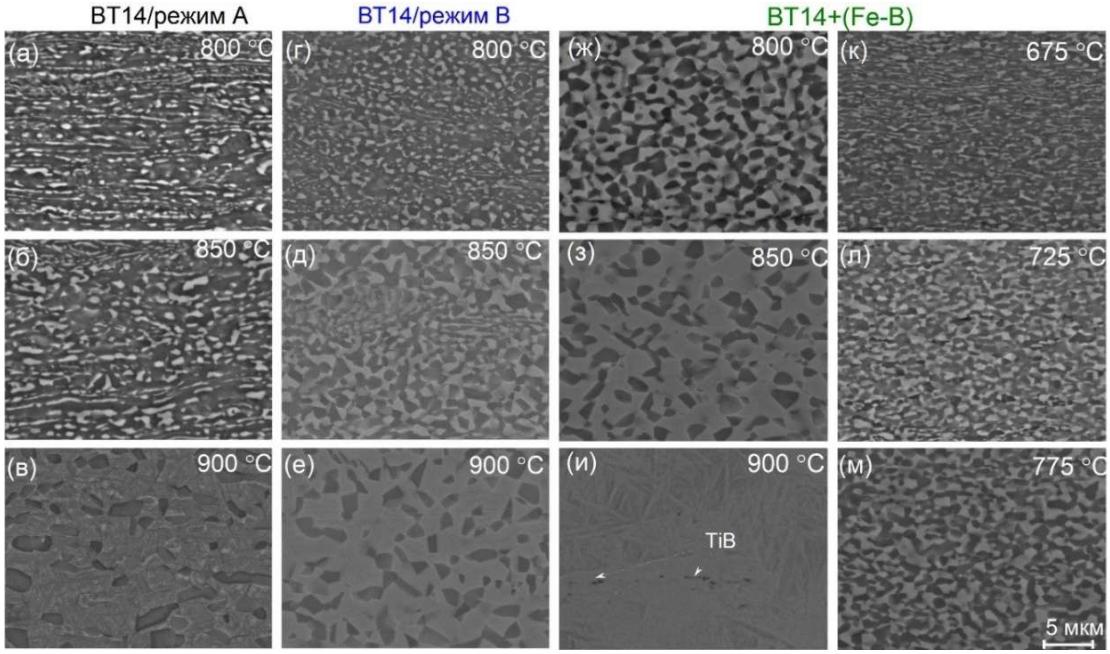


Рисунок 4.56 - Микроструктуры листов сплава (а-е) ВТ14 (Ti-Al-Mo-V), полученного по режимам (а-в) без закалки из β-области (режим А) и (г-е) с закалкой перед прокаткой (режим В) и (ж-м) сплава с 2Fe и 0.1B после 30 минут отжига при разных температурах (указаны на рисунках) с последующим охлаждением в воде [125,128,129]

В сплавах ОТ4-1 [130] и ВТ6 [132] структура однородная, рекристаллизованная и зерна имеют околоравноосную форму. В Ti-4%Al-3%Mo-1%V (ВТ14) вплоть до 775 °С сохраняется морфология, близкая к прокатанной; в железосодержащем сплаве рекристаллизация и глобуляризация с формированием практически равноосных зерен обеих фаз начинаются уже при 675 °С. К 850–875 °С доля вытянутых участков в ВТ14 уменьшается до (25-30)% (режим А) и (9-11)% (режим В). При 900 °С структура ВТ14 становится полностью равноосной (рис. 4.58в,е), в сплаве с 2%Fe ожидаемо фиксируется только β-фаза (при охлаждении превращенная в мартенсит, рис. 4.58м).

В сплаве ОТ4-1 наибольший средний размер зерна среди исследованных – 1.5-3.3 мкм для зерен α-фазы и 3.5-4.7 мкм для зерен β-фазы в исследуемом интервале температур. В сплаве ВТ6 средний размер β зерен слабо растет при температуре менее 825 °С, составляя 1.5-2 мкм и увеличивается до 4 мкм при 900 °С (рис. 4.55в,г). Размер зерен α-фазы в этом диапазоне температур 3.4-3.9 мкм.

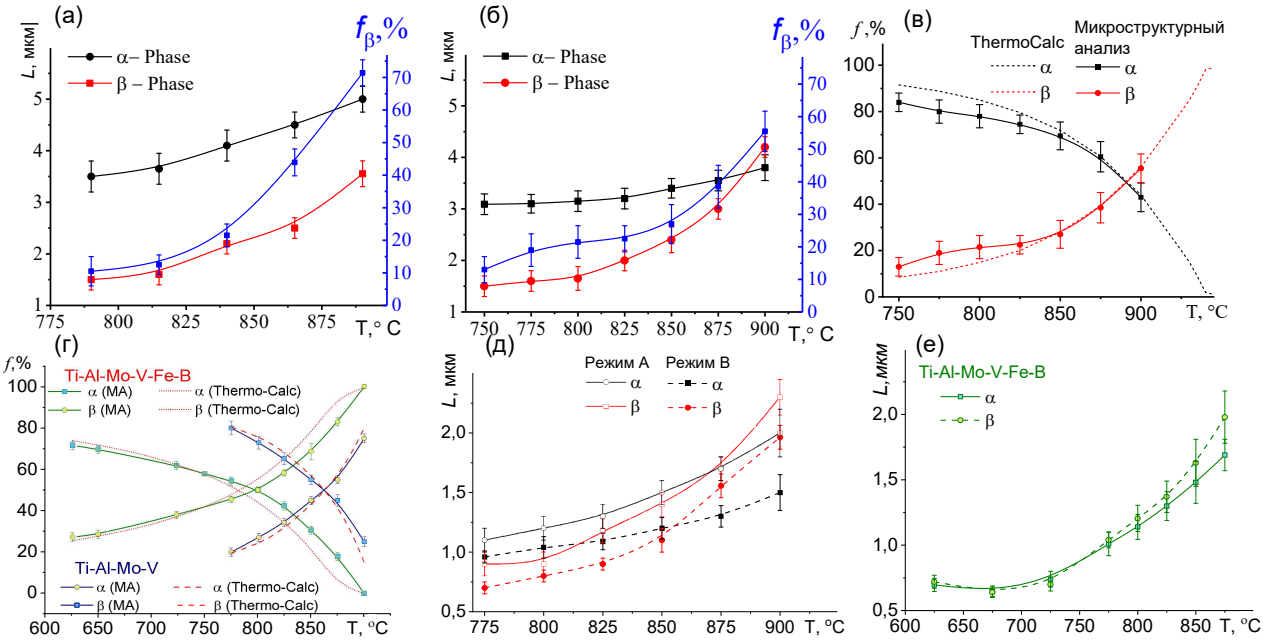


Рисунок 4.57 - Зависимости (а) теоретически рассчитанной в ThermoCalc и определенной при помощи микроструктурного анализа объемной доли и (б,в) размера зерна фаз от температуры отжига в (б) сплаве ВТ14 полученном по разным режимам [129] и (а,в) сплаве с Fe [128]

В сплаве ВТ14 за 30 минут отжига в интервале температур 775-850 °С размер рекристаллизованного зерна обеих фаз меньше и практически не меняется в пределах доверительного интервала, не превышая 1.0-1.3 мкм. При повышении температуры отжига до 900 °С увеличивается до 1.5-2.2 мкм. Размер зерна для листа, полученного с высокотемпературной закалкой (режим В) на 0.2-0.4 мкм меньше. После 850 °С зерно растет главным образом за счет β-фазы, а при 900 °С микроструктурные различия между режимами не обнаружены. В сплаве с Fe укрупнение зерен идет быстрее ввиду повышенной доли β-фазы и высокого коэффициента диффузии атомов железа в титане. Скорость диффузии железа в титане сопоставима с элементами внедрения [260,275]. Однако размер зерна даже в сплаве с железом при 875 °С не превышает 2.3 мкм.

Таким образом, структура сплавов ВТ14 и Ti-Al-Mo-V-Fe-B ожидаемо отличается высокой термической стабильностью в двухфазной области. Зеренная структура сплава Ti-Al-Mo-V полученного по режиму В и Ti-Al-Mo-V-Fe-B перед началом деформации значительно более равноосная и однородная, чем Ti-Al-Mo-V, обработанного по режиму А [125,128,129]. Структура сплава по сравнению с ВТ6 и ОТ4-1 отличается меньшим размером

зерна, но большей долей участков с вытянутой структурой [130,132].

Кривые log(σ) – log($\dot{\varepsilon}$) имеют классическую сигмоидальную форму, а с ростом температуры напряжение снижается, а II скоростной диапазон расширяется и смещается к более высоким скоростям деформации (рис. 4.58а,б, 4.59а,б).

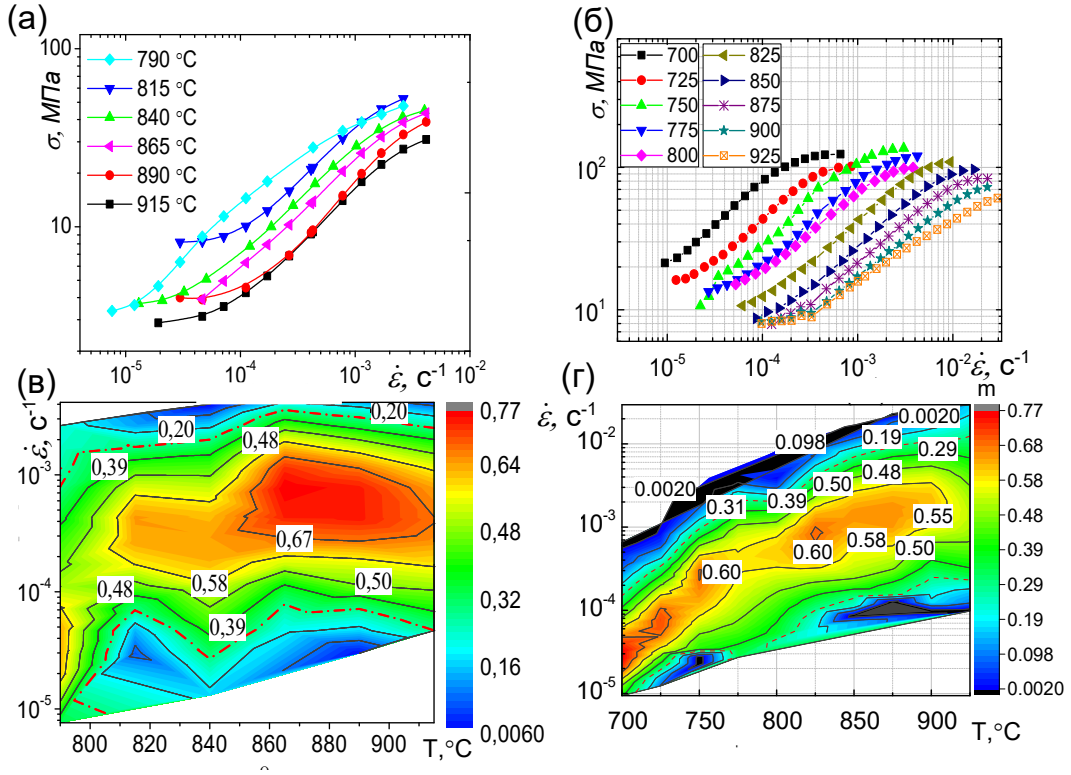


Рисунок 4.58- (а,б) Кривые напряжение - скорость деформации в логарифмических координатах и коэффициент скоростной чувствительности *m* в зависимости от температуры (ось x) и скорости деформации (ось y) для сплава (а,б) ОТ4-1 и (б,г) ВТ6

Для сплавов ВТ6 и ОТ4-1 значение *m*>0.5 при температурах 840-890 °С и 850-900 °С в интервале скоростей 1×10^{-4}-1×10^{-3} с$^{-1}$ (рис.4.58в,г) [132]. В сплаве ВТ14 максимальное значение *m* при скорости 1×10^{-3} с$^{-1}$ и 875 °С и составляет для режима А - 0.45, для режима В - 0.51, причем в последнем случае диапазон скоростей с *m* > 0.3 шире, а абсолютные значения *m* выше (рис.4.59). По результатам испытаний с постоянной скоростью удлинения >400 % обеспечивает температура 775 °С и скорости <1×10^{-4} с$^{-1}$, а максимальные удлинения наблюдаются при 875 °С и скорости не выше 1×10^{-3} с$^{-1}$.

Сплавы ОТ4-1 и ВТ14 упрочняются при постоянной скорости деформации (рис.4.60а,г). Повышение температуры и снижение скорости деформации приводят к снижению напряжения и росту коэффициента *n* (показатель степени в уравнении зависимости σ от e^n) [127,133].

Деформация сплава ВТ14 сопровождается разупрочнением при малых степенях деформации (до 0.5-1.0) и дальнейшим упрочнением (рис. 4.58а-в). Повышение температуры и снижение скорости деформации приводят к уменьшению напряжения и

коэффициента *n*. Минимальные значения напряжения и коэффициент n ≈ 0 (в интервале деформаций 0.2-1.0) при 875 °С (рис.4.61е,ж). Для листа, полученного по режиму В, деформационное разупрочнение менее выражено, а напряжения ниже, чем для режима А [129].

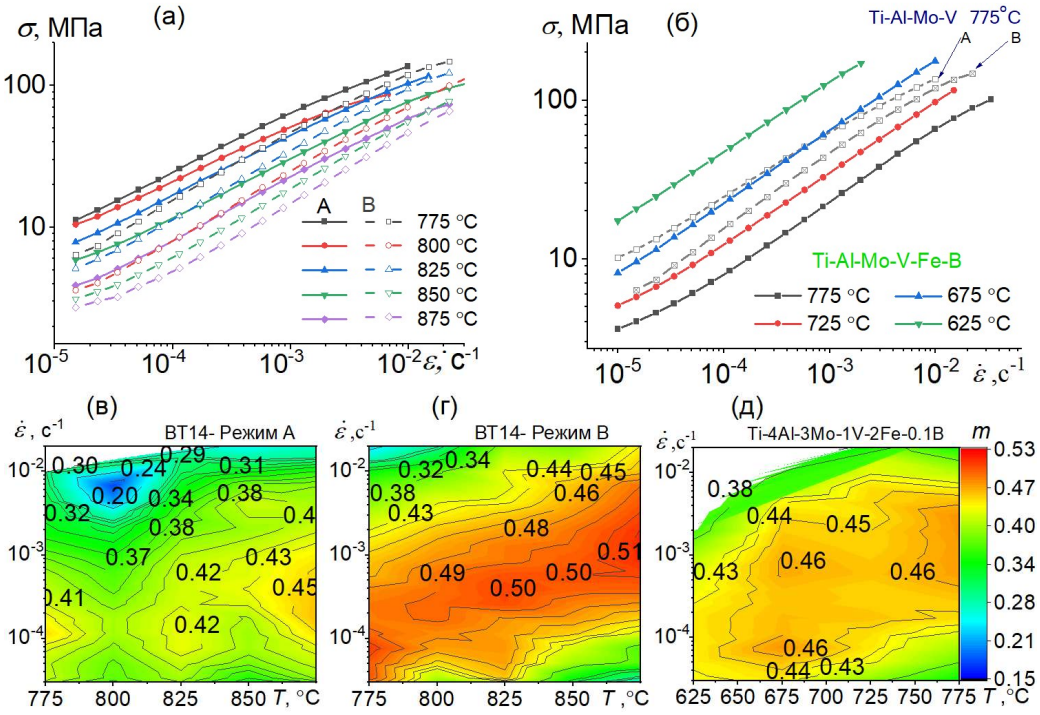


Рисунок 4.59- (а,б) Кривые напряжение – скорость деформации в логарифмических координатах, полученные по испытаниям с пошаговым понижением скорости деформации в интервале температур 775-875 °С для листов сплава ВТ14 (режимы А и В) и сплава с железом при температурах 625-775 °С; (в-д) коэффициент скоростной чувствительности *m* в зависимости от температуры (ось х) и скорости деформации (ось у) для (в) ВТ14 режим А, (г) ВТ14 режим В [129], (д) сплав с железом [128]

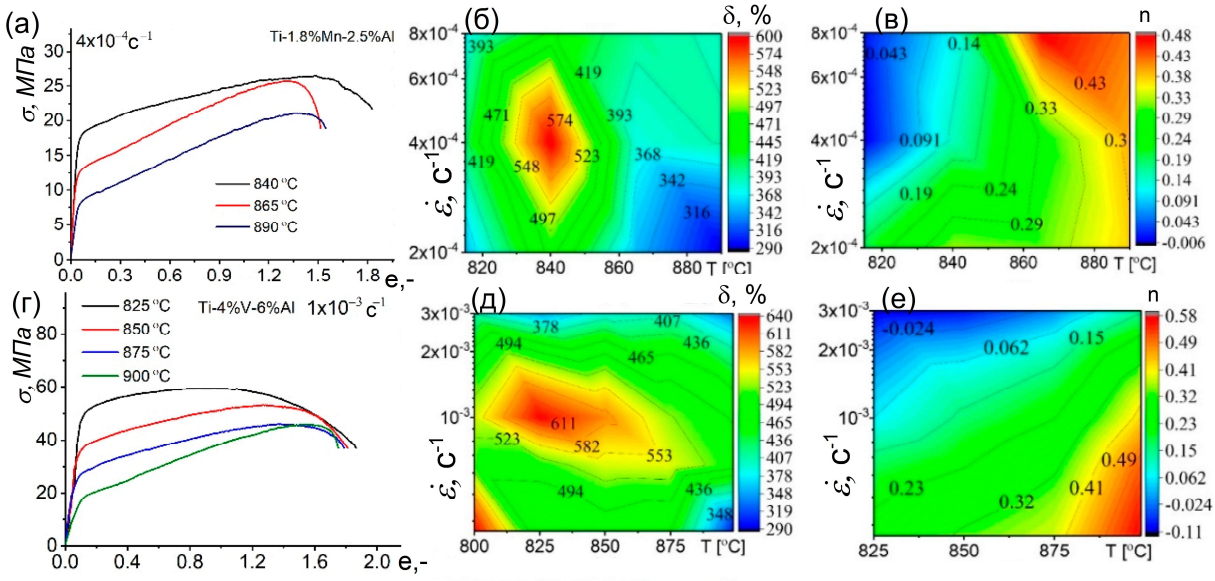


Рисунок 4.60 - (а,г) Кривые деформации, (б,д) зависимость относительного удлинения и (в,е) коэффициента *n*, характеризующего деформационное упрочнение от температуры и скорости деформации сплавов (а-в) ОТ4-1 (г-е) ВТ6

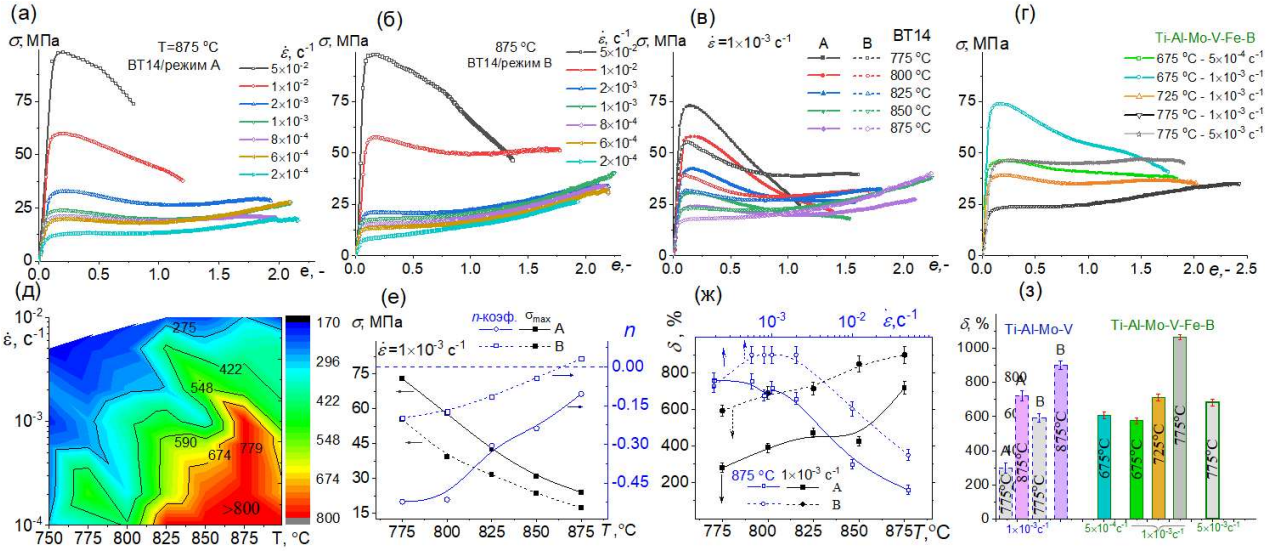


Рисунок 4.61 - (а-г) Кривые деформации, (д) зависимость относительного удлинения от температуры и скорости деформации сплава ВТ14 (режим В); (е) зависимость максимального напряжения и коэффициента *n*, характеризующего деформационное упрочнение от температуры деформации при скорости 1×10^{-3} $с^{-1}$; (ж) зависимости относительного удлинения от температуры деформации при скорости 1×10^{-3} $с^{-1}$ и от скорости деформации при 875 °С в сплаве ВТ14, полученном по режимам А и В [129] и (з) относительное удлинение сплава Ti-4%Al-1%V-3%Mo-2%Fe-0.1%B в сравнении с Ti-4%Al-1%V-3%Mo [128]

При температурах 750 - 775 °С при всех скоростях кроме $(1\text{-}2)\times10^{-4}$ $с^{-1}$ и при скорости 5×10^{-2} $с^{-1}$ и 875 °С уменьшение напряжения следствие дополнительно геометрического разупрочнения и неравномерности течения ввиду не сверхпластичного состояния [129]. Образование шейки начинается после 100–150 % деформации для режима А. Максимальные удлинения 740% для режима А и 900% для режима В обеспечивает температура 875 °С и скорость деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$. При 775 °С удлинение ниже 300% для А и 600% для В.

В отличие от ВТ14, сплав с железом демонстрирует стабильно высокие значения m в более широкой области температур и скоростей деформации (при 675–775 °С – 1×10^{-4} - 1×10^{-2} $с^{-1}$), а при пониженной температуре 625 °С – при скоростях менее 1×10^{-3} $с^{-1}$. Наилучшие показатели (m ≈ 0.45 в диапазоне $(1\text{–}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$) получены при 775 °С (рис. 4.61б).

Сплав Ti-Al-Mo-Fe-B показывает δ=1004±16% при 775 °С, δ=712±20% при 725 °С и 576±17% при 675 °С при постоянной скорости деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$. Равномерное течение на начальной стадии и упрочнение после 1.1 обеспечивает 725 °С (*n* = 0.07) и 775 °С (*n*=0.3). В оптимальных температурно-скоростных условиях (775 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$) деформация сплава с железом сопровождается деформационным упрочнением при e>1.0, как и при более высоких температурах в базовом сплаве ВТ14. При пониженной температуре 675 °С на стадии устойчивого течения напряжение снижается без признаков геометрического разупрочнения.

В отличие от сплава ВТ6 и ОТ4-1, глобулярная структура в котором формируется при нагреве и сверхпластическая деформация которого сопровождается упрочнением и ростом зерна [127,133], поведение сплава ВТ14 с медленно-диффундирующим Mo значительнее зависит от режима получения листа и температурно-скоростных условий СПД. Выдержка 30 минут образцов ВТ14 перед началом деформации при 875 °С не формирует полностью рекристаллизованную структуру и разупрочнение при постоянной скорости деформации, как и в Al сплавах с исходной нерекристаллизованной структурой, вероятно с динамической рекристаллизацией.

Необходимо отметить, что в сильнолегированных β-стабилизаторами сплавах ВТ6ии ВТ14 удлинения увеличиваются с ростом температуры в двухфазной области, достигая максимума ожидаемо вблизи 50% доли фаз. Напротив, в наименее легированном сплаве ОТ4-1 максимум удлинений соответствует 30% β-фазы при температуре 840°С. Кроме соотношения фаз при температуре деформации на стабильность зеренной структуры может влиять состав фаз. С увеличением температуры в бетта фазе в сплаве ОТ4-1 сильно снижается содержание Mn, с 3% при 840 °С до 1.7% при 890 °С, что может выступать дополнительным фактором, снижающим стабильность β-зерен.

В следующей Главе 5 рассмотрим важные особенности эволюции зеренной и дислокационной структуры сплавов разного структурного типа, и проанализируем влияние различных структурных и технологических факторов на соотношение действующих механизмов сверхпластической деформации.

Выводы по Главе 4

1. Размер зерна и показатели сверхпластичности исследуемых матричных и псевдоматричных сплавов определяются объемной долей, размером частиц вторых фаз (*f/d*) и составом твердого раствора на основе алюминия. Показано, что бимодальное распределение частиц вторых фаз (дисперсоидов размером 10-50 нм и дополнительно частиц эвтектических фаз с *d*=0.7-2 мкм и *f*=0.05-0.08 для псевдоматричного типа структуры) является эффективным инструментом управления зеренной структурой и показателями сверхпластичности. С ростом доли крупных частиц усиливается влияние механизма стимулирования зародышей при статической и динамической рекристаллизации, а дисперсоиды ограничивают рост рекристаллизованных зерен, что обеспечивает уменьшение размера зерна, рост однородности зеренной структуры и удлинения 400-1000% при $10^{-2}с^{-1}$, а для наиболее легированных сплавов до $10^{-1}с^{-1}$.

2. Наилучшие показатели сверхпластичности обеспечивает гомогенизация при ~480 °С для Mn/Cr-содержащих сплавов и двухступенчатая гомогенизация (350-360 °С и

420-500 °C) для Zr/Sc-содержащих сплавов, за счет формирования максимальной доли наноразмерных дисперсоидов и высокой однородности частиц эвтектического происхождения. Формирующаяся при низкотемпературном отжиге слитков 350-380 °C дисперсная I-фаза в сплавах с Mn сдерживает рекристаллизацию до температур 400 °C, но термически не стабильна при более высоких температурах и, ввиду ослабления кинетики рекристаллизации, не обеспечивает формирование микрозеренной структуры в матричных сплавах. В псевдоматричных сплавах, легированных Fe и Cr, I-фаза имеет повышенную термическую стабильность ввиду растворения в ней указанных элементов, а рекристаллизация обеспечена присутствием частиц среднего размера ~1 мкм при f=0.05-0.08, что приводит к уменьшению среднего размера зерна и улучшению показателей сверхпластичности.

3. Когерентные дисперсоиды $L1_2$-фазы (Al_3Zr, $Al_3(Sc,Zr)$) размером 9-12 нм эффективнее сдерживают рост зерен, чем частицы $Al_6(MnCr)/Al_{18}Mg_2Cr_3$ размером 45–50 нм при близких значениях *f/d*, обеспечивая сверхпластичность при скоростях деформации на порядок выше, 10^{-2}-10^{-1} $с^{-1}$ против 10^{-3}-10^{-2} $с^{-1}$, и при более низких гомологических температурах (0.8-0.9 Тпл против 0.95-0.97 Тпл).

4. Магний является ключевым элементом, необходимым для формирования микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах с матричным и псевдоматричным типом структуры. Увеличение содержания Mg в сплавах на основе систем Al-Mg, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg закономерно уменьшает размер зерна и повышает оптимальную скорость деформации, соответсвующую максимуму m. Эффект объяснен совокупным влиянием Mg на энергию дефекта упаковки Al, ослаблением полигонизации, ускорением зародышеобразования при рекристаллизации и формированием зернограничных сегрегаций атомов, ограничивающих рост зерен.

5. Показано, что малая добавка цинка (~0.7 %) в магналии и авиали не влияет на параметры исходной зеренной структуры, но обеспечивает снижение напряжения течения, рост скоростной чувствительности напряжения и относительного удлинения алюминиевых сплавов. В сплавах высокопрочной группы соотношение Mg/Zn ~ 1/1 при предельной легированности твердого раствора и максимальной степени гетерогенности структуры по частицам вторых фаз обеспечивает наилучшие показатели.

6. Методы всесторонней ковки (ВИК) или обработки трением с перемешиванием (ОТП) формируют структуру с размером зерна 1-2 мкм; однородность и термическая стабильность структуры определяются соотношением *f/d* для частиц вторых фаз. Увеличение параметра *f/d* для микронных частиц приводит к уменьшению среднего размера зерен, увеличению доли рекристаллизованного объема непосредственно после

ВИК/ОТП и повышению термической стабильности структуры при нагреве, как и уменьшение среднего размера дисперсоидов. Сплавы с бимодальным распределением крупных частиц и дисперсоидов сохраняют микрозеренную структуру до 460 °С, тогда как в сплавах матричного типа при температурах выше 400 °С идет аномальный рост зерен.

7. Показана эффективность применения гетерогенизационного отжига при температуре 0.9 от температуры сольвуса в качестве промежуточной операции в процессе холодной прокатки или ВИК, для выделения β-фазы в магналиях, которая обеспечивает уменьшение среднего размера зерна на 1-3 мкм перед сверхпластической деформацией, повышение однородности структуры и доли рекристаллизованного объема при ВИК и улучшение показателей сверхпластичности.

8. Легирование 0.4-2.2%Al, Mn (растворяются в α- и β-фазах) и Fe (формирует частицы субмикронных и микронных размеров) двухфазных латуней приводит к снижению напряжения и росту относительного удлинения с 300 %, в двойном сплаве, до 460-500 % в многокомпонентных при температуре деформации 550 °С и постоянной скорости деформации $1\times10^{-3}c^{-1}$.

9. В отличие от характерного для титановых сплавов деформационного упрочнения при сверхпластическом течении наблюдаемого в сплавах ВТ6 и ОТ4-1 с глобулярной структурой, деформация сплава ВТ14 с Mo и высокой долей нерекристаллизованной структуры сопровождается разупрочнением. Использование обработки с промежуточной закалкой из β-области, обеспечивает более однородную рекристаллизованную и глобулярную структуру сплава ВТ14, обеспечивая рост показателя скоростной чувствительности *m* с 0.45 до 0.51 и удлинения с 740 % до 900 % при 875 °С и оптимальной скорости деформации 1×10^{-3} c^{-1}. Дополнительное легирование 2%Fe снижает температуру β-трансуса на ~35-40 °С, ускоряет глобуляризацию структуры при отжиге и снижает температурный интервал проявления сверхпластичности до 675–775 °С, при этом относительное удлинение увеличиваются до 1000%.

ГЛАВА 5 ОСОБЕННОСТИ ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ И ДЕЙСТВУЮЩИХ МЕХАНИЗМОВ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В СПЛАВАХ РАЗНОГО СТРУКТУРНОГО ТИПА

Состояние сверхпластичности является промежуточным между ползучестью, проявляющейся при низкой скорости деформации, и горячей деформацией при высоких скоростях и отличается определенным соотношением механизмов, действующих и при ползучести. Основной механизм СП деформации – зернограничное скольжение[5]. Развитое ЗГС результат высокой плотности высокоугловых границ зерен и межфазных границ [276,277]. Аккомодация ЗГС осуществляется дислокационной (в Al-Mg возможно вязкое скольжение дислокаций [278]) и диффузионной ползучестью. Большая удельная поверхность границ и рост концентрации вакансий при ЗГС могут ускорять диффузионный массоперенос [9–11]. С уменьшением размера зерна ЗГС и его аккомодация также закономерно облегчаются, в первую очередь, ввиду ускорения диффузионных процессов.

В исходно-рекристаллизованных сплавах ЗГС может доминировать с малых деформаций, а с исходно нерекристаллизованной структурой (типа Супрал) деформация на начальной стадии контролируется дислокационным скольжением, необходимым для непрерывной динамической рекристаллизации и формирования высокоугловых границ, а затем должно доминировать ЗГС [9,157,226,227].

Систематические данные о соотношении вкладов механизмов в зависимости от состава сплава и температурно-скоростных условий деформации на момент постановки задач отсутствовали. В некоторых работах [8,266] было сделано предположение, что для Al-Cu и Al-Mg сплавов при подсолидусных температурах вклад ЗГС всего 10-15 %, и предполагалось, что остальную деформацию обеспечивают дислокационная и диффузионная ползучесть сопровождающиеся непрерывной динамической рекристаллизацией [279]. Ограниченное ЗГС может быть связано с высокой плотностью дисперсоидов (Al_6Mn и $Al_{20}Cu_2Mn_3$) в данных сплавах и зернограничными сегрегациями [254,256,257,265]. Теоретические расчеты [280–282] показывают, что Mg и Cu, формируя ЗГ сегрегации [254] и кластеры с атомами Al, замедляют ЗГ диффузию и сдерживают ЗГС, тогда как Zn и Si, напротив, облегчают [283], что объясняет экспериментально обнаруженное (Глава 4) улучшение сверхпластичности магналиев и авиалей при малых добавках Zn.

В сплавах с дуплексной структурой, считается, что доминирует ЗГС по межфазным

[5] Научная школа академика А.А. Бочвара, представителем которой является автор, традиционно использует термин зернограничное скольжение, а не зернограничное проскальзывание, как в некоторых других научных школах, при этом, суть явления неизменна.

границам [284]. Однако, учитывая значительную разницу между кристаллической решеткой и свойствами двух фаз, роль их в процессе деформации и ее механизмы не могут быть идентичны для обеих фаз. В сплавах данного типа роль твердого раствора в процессе сверхпластической деформации и соотношении вкладов деформации также мало изучена.

Вышеизложенное явилось основной предпосылкой для изучения влияния и использования состава твердого раствора в качестве инструмента управления механизмами деформации и улучшения показателей сверхпластичности. Основными структурными факторами, влияние которых прямо или опосредованно проанализировано в работе это размер зерна, размер и доля частиц вторых фаз, состав фаз (для сплавов Al - твердого раствора на его основе) при температуре сверхпластической деформации.

Структуру в объеме образцов (размер зерна, дислокации, пористость) изучали методами световой, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, а для количественной оценки вкладов ЗГС, внутризеренной деформации и диффузионного массопереноса использовали эволюцию регулярных маркерных сеток, нанесенных ионным пучком на предварительно полированную поверхность образцов. Габаритные размеры сеток до 100×100 мкм^2. Наносили от двух до четырех сеток на разные участки рабочей части, что позволяло провести статистический анализ вкладов действующих механизмов. Глубина сеток составляла 0.1-0.15 мкм, что в 10 раз меньше среднего размера зерна в самом мелкозернистом сплаве.

Расчет вклада ЗГС проводили по смещениям линий сетки и углу разворота зерен после деформации, согласно описанной ниже методике, разработанной В.К. Портным [285]. Для оценки логарифмической зернограничной деформации ($e_{\text{ЗГС}}$), уравнения (5.1) и (5.2) использованы [93]:

$$\varepsilon_{\text{ЗГС}} = \frac{\sum(U_i * tan\ \theta_i)}{l_0}, \tag{5.1}$$

$$e_{\text{ЗГС}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{ЗГС}}), \tag{5.2}$$

где $\varepsilon_{\text{ЗГС}}$ – инженерная деформация, обеспеченная зернограничной деформацией,

U_i – продольное смещение поперечной линии сетки на i границе зерна,

угол θ_i – угол между i границей зерна и осью растяжения,

l_o – исходная длина поперечной линии сетки.

Внутризеренную деформацию рассчитывали по уравнению (5.3):

$$e_{\text{ВД}} = \ln \frac{a_i}{a_0}, \tag{5.3}$$

где a_0 - расстояние между линиями сетки до испытания на растяжение,

a_i - расстояние между линиями сетки после деформации в том же зерне.

Деформацию за счет полосчатых зон рассчитывали по уравнению (5.4):

$$e_{ПЗ} = \ln\frac{l}{l - l_{ПЗ}}, \quad (5.4)$$

где l - длина секущей вдоль направления растяжения после деформации,

$l_{ПЗ}$ - сумма длин полосчатых зон на секущей.

Вклады разных механизмов $e_{ЗГС}$, $e_{ВД}$, $e_{ПЗ}$ в общую деформацию (e) определяли как $\frac{e_{ЗГС}}{e}\times 100$ %, $\frac{e_{ВД}}{e}\times 100$ %, $\frac{e_{ПЗ}}{e}\times 100$ % соответственно.

В Главе 5 обобщены результаты работ автора [38,39,42,43,45–47,49–51,56,57,59,61,63,68–70,72,73,75,76,80,82–85,87,89–91,93,95,97–108,112,115,117,118,120–126,128,129]. Методы исследования изложены в указанных работах.

5.1 Анализ эволюции микроструктуры в объеме образцов при сверхпластической деформации в сплавах на основе алюминия с матричным и псевдоматричным типом структуры

5.1.1 Эволюция зеренной структуры в сплавах с исходным рекристаллизованным зерном

Листы сплавов системы Al-Mg-Mn-(Cr) (типа 5083), Al-Mg-Zn-(Cu)-Cr (типа AA7475) с дисперсоидами размером 45-80 нм ($Al_6Mn/Al_6(MnCr)/\varepsilon$ фаз) после нагрева до температуры 0.95-0.97Тпл имеют средний размер зерна 5-10 мкм в зависимости от состава и режима обработки (рис.5.1а,б, 5.2, 5.3).

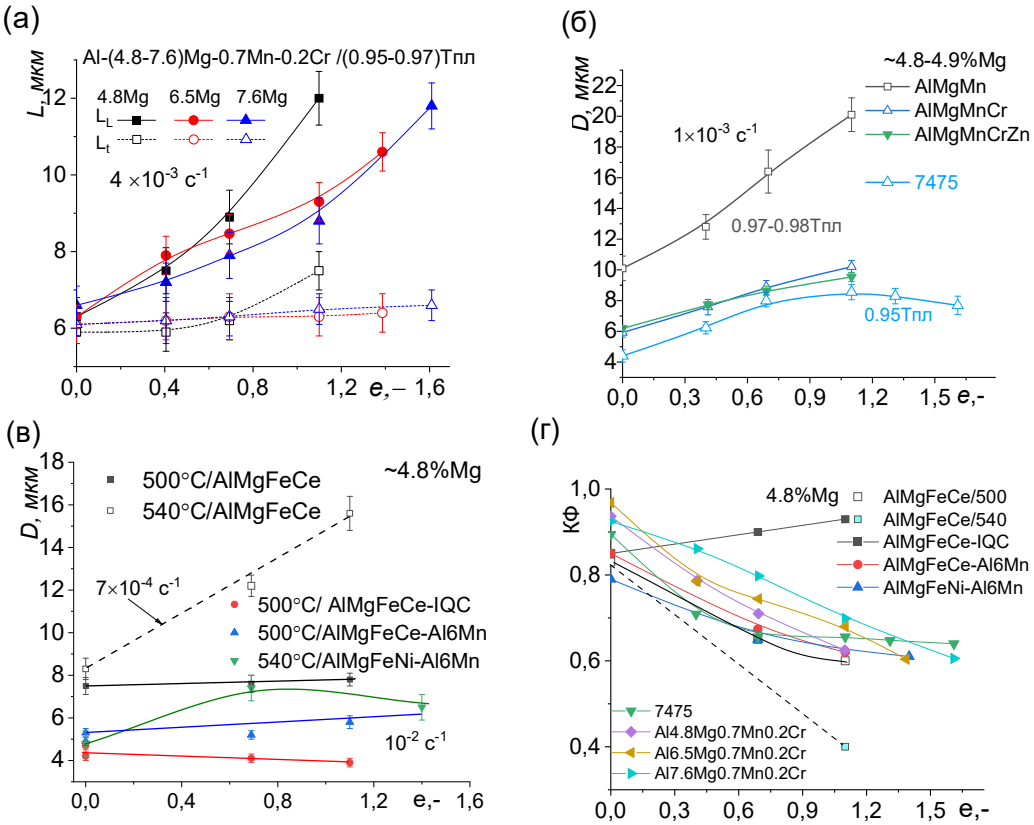


Рисунок 5.1 - Зависимость (а) среднего линейного размера зерна и (б,в) эквивалентного диаметра (по данным ДОЭ) от степени деформации (а,б) в сплавах с матричного типа, (в) псевдоматричного типа, (г) эволюция коэффициента формы зерен при деформации в разных сплавах

До и после деформации в структуре сплавов доминируют высокоугловые границы зерен (рис.5.2,5.3). Статический рост зерен во всех направлениях одинаков, коэффициент формы зерен при отжиге не меняется. Динамический рост зерен в продольном направлении значительнее, чем в поперечном, КФ уменьшается с 0.85-0.95 до ~0.6, т.е. зерно вытягивается вдоль оси деформации [45]. Хром обеспечивает более высокую термическую стабильность размера зерен при сверхпластической деформации. При одинаковом содержании Mg и e=1.1 в сплавах без хрома продольный размер зерна (L) увеличивается в ~1.9 раз, до 22 мкм, тогда как в сплавах с хромом только в ~1.5 раза и, что важно, не превышает 15 мкм. Цинк оказывает слабое влияние на эволюцию среднего размера зерен и субзерен, оба параметра (рис.5.2д,е, эквивалентный диаметр по данным ДОЭ на рис.5.1б) близки в пределах доверительного интервала.

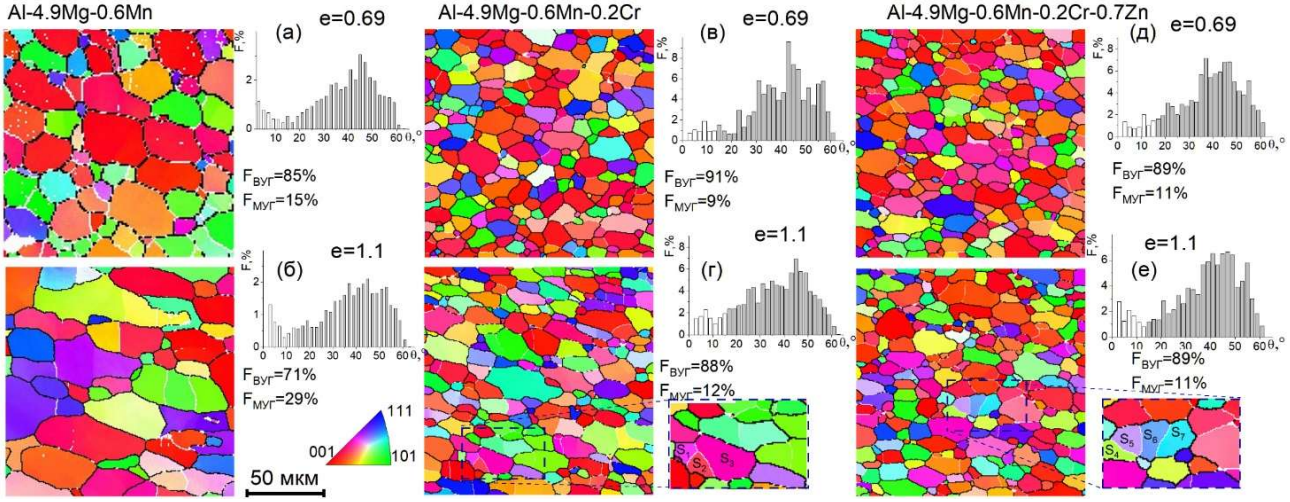


Рисунок 5.2 - ДОЭ карты распределения границ зерен для сплавов Al4.9Mg0.6Mn-(0.2Cr) и Al4.9Mg0.6Mn0.2Cr0.7Zn при 540 °C (0.96Tпл) и 1×10^{-3} c^{-1} [45,97]

С увеличением содержания магния в сплавах Al-Mg-Mn-Cr с ~4.5-5 до 6.5-7.5% при близком исходном размере зерна[6] также повышается стабильность зеренной структуры. После e=0.69-1.1 значения L=8-9 мкм при 6.5-7.7%Mg, что на 1-3 мкм меньше, чем при 4.8-4.9%Mg. Таким образом, лучшие показатели сверхпластичности (Глава 4) в Cr-содержащих сплавах с повышенной концентрацией Mg определяет стабильность зеренной структуры при сверхпластической деформации.

В сплаве АА7475 средний размер зерна при деформации при 500 °C растет с 4.5 до ~6 мкм в поперечном направлении и с 4.7 до ~9 мкм в продольном направлении (рис. 5.3) [63]. Вытягивание зерен идет на начальной стадии деформации до e=0.69 (100%): коэффициент формы зерна ($\eta = t/L$) уменьшается с 0.9 при e=0 до 0.6 при e=1.6. Доля МУГ слабо возрастает с ~4-5% при малых деформациях <0.69 до ~10% после e=1.6.

[6] Меньший размер зерна сплава с ~4.8%Mg обеспечен применением технологии с отжигом-гетерогенизацией [62]

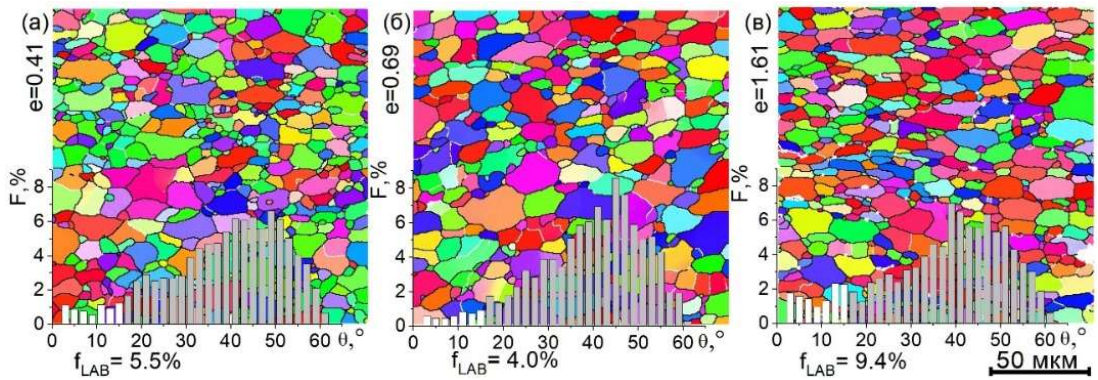


Рисунок 5.3 - ДОЭ карты распределения границ зерен для 7475 после деформации (а) 0.41, (б) 0.69, (в) 1.61 при 500 °С со скоростью 2×10^{-3} $с^{-1}$ [63]

В условиях деформации, обеспечивающих максимум скоростной чувствительности и удлинений, сравнивали магналии псевдоматричного типа с близким содержанием магния ~4.8%Mg и отличающиеся параметрами частиц вторых фаз (рис.5.4). В присутствии только крупных частиц эвтектического происхождения максимум m=0.6 и удлинение ~300% наблюдали в области подсолидусных температур 540 °С и скоростей $(5\text{-}7)\times10^{-4}$ $с^{-1}$ (Глава 4). Размер зерна после деформации в таких условиях увеличивается в два раза с 8 до 16 мкм, коэффициент формы уменьшается с 0.75 до 0.43, при e=1.1 средняя деформация зерна ~0.85 (рис.5.4а), что говорит о значительном вкладе внутризеренных механизмов. Вклад в изменение размера зерна и КФ также должна вносить компонента динамического роста зерен за счет миграции слабо закрепленных границ под напряжением в продольном направлении, учесть которую без прицельной съемки нельзя. В данном сплаве при пониженной температуре 500 °С и повышенной скорости 10^{-2} $с^{-1}$ после деформации 1.1 (200% до разрушения) средний размер зерна не меняется, составляя ~7.8 мкм до и после деформации (рис.5.4б). При этом зерно вытягивается с уменьшением в поперечном и увеличением в продольном размере КФ уменьшается с 0.75 до 0.6. Доля МУГ повышается с 3% до 10%, МУГ преимущественно образуются поперек оси деформации. Рост доли МУГ свидетельствует о действии дислокационной ползучести (возможно вязкое скольжение дислокаций в магналиях) и возврата [76].

В псевдоматричных сплавах с дисперсоидами размером ~45-50 нм КФ зерен снижается с 0.8 до 0.6 после деформации 1.1-1.4 при 0.92-0.97 $T_{пл}$ и 1×10^{-2} $с^{-1}$ (рис. 5.4в,д); динамический рост зерен усиливается при подсолидусной температуре и уменьшается в присутствии Fe и Ni. В сплаве типа 5083 с близкими параметрами дисперсоидов зерно растет с 5 до 10 мкм после e = 1.1, а в псевдоматричных сплавах рост зерен ограничился размером 5.8-6.5 мкм после e = 1.1-1.4 при аналогичных температурно-скоростных условиях (500-540 °С и 3×10^{-3}-10^{-2} $с^{-1}$). Вытягивание зерен (уменьшение КФ) (рис. 5.1г) наблюдается и в псевдоматричных сплавах, что указывает на действие дислокационной

и/или диффузионной ползучести [73].

В псевдоматричных магналиях с 5-7% частиц с Fe, Ce, Ni среднего размера 0.7-0.9 мкм дисперсоиды *I*-фазы размерами ~30-35 нм обеспечивают сохранение равноосности зерен (рис. 5.4г) без признаков динамического роста (КФ~0.9, D=3.9 мкм при e=0-1.1). Присутствие I-фазы в псевдоматричной структуре обеспечивает наименьший средний размер зерен среди сплавов с исходной рекристаллизованной структурой и дисперсоидами Mn-содержащих фаз. В сплавах без эвтектикообразующих Fe/Ce/Ni гомогенизированных при режимах, обеспечивающих выделение I-фазы, ввиду низкой скорости статической рекристаллизации при высоких температурах и меньшей стабильности размеров дисперсоидов формируется крупное зерно и сверхпластичное состояние не проявляется.

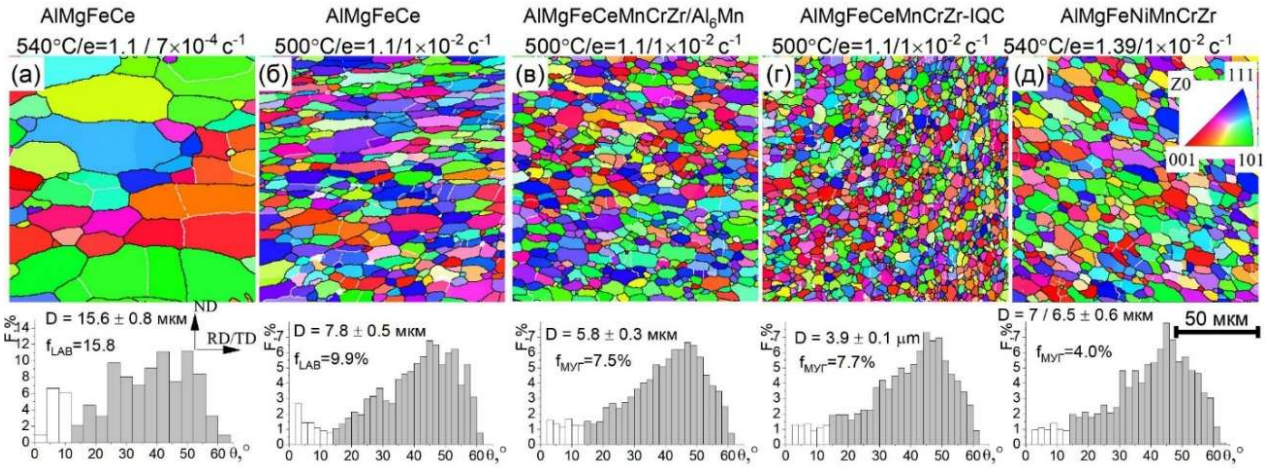


Рисунок 5.4 – ДОЭ карты в сплавах Al-Mg с псевдоматричным типом структуры; сплавы и режимы деформации указаны на рисунках [73,76]

Эволюция зеренной структуры основной массы сплавов говорит об удлинении зерен, росте доли малоугловых границ на начальной стадии деформации и перед разрушением, в сплавах с исходной рекристаллизованной структурой, что может говорить о различиях в механизмах деформации на данных стадиях. При этом, часто малоугловые границы расположены поперек оси деформации и делят вытянутые зерна на части. Динамическая полигонизация может быть частью процесса непрерывной динамической рекристаллизации. Динамическая рекристаллизация как способ поддержания равноосной структуры в сплавах с зерном около 10 мкм и слабовыраженным ЗГС была предположена Новиковым И.И. и Портным В.К., обнаружившими в световом микроскопе поперечные границы зерен и рост дислокационной активности в ПЭМ [8,279,286]. ДОЭ определяет по крайней мере часть поперечных границ как малоугловых, что укладывается в теорию непрерывной динамической рекристаллизации путем формирования, а затем трансформации малоугловых границ в высокоугловые.

5.1.2 Эволюция зеренной структуры в сплавах с исходной нерекристаллизованной структурой

Эволюция зеренной структуры при сверхпластической деформации отличается в сплавах с $L1_2$ дисперсоидами: с увеличением степени деформации доля МУГ непрерывно уменьшается, а ВУГ увеличивается, средний размер зерна уменьшается, что однозначно говорит о динамической рекристаллизации (рис.5.5-5.11).

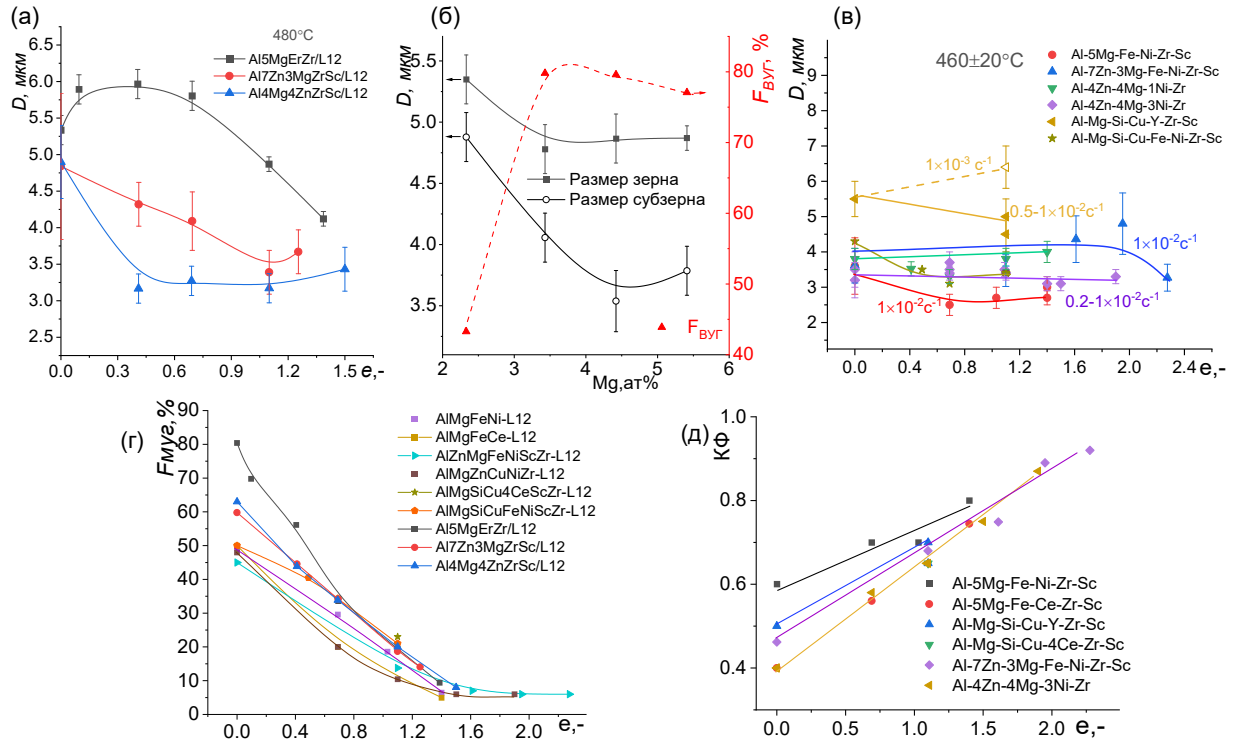


Рисунок 5.5 – Зависимости размера зерна от степени деформации для сплавов (а) с матричным и (в) с псевдоматричным типом структуры, (б) размер зерна и субзерна после деформации 1.1 и доли ВУГ от содержания магния в сплавах Al-Mg-Er-Zr, (г) эволюция доли МУГ, (д) КФ от степени деформации

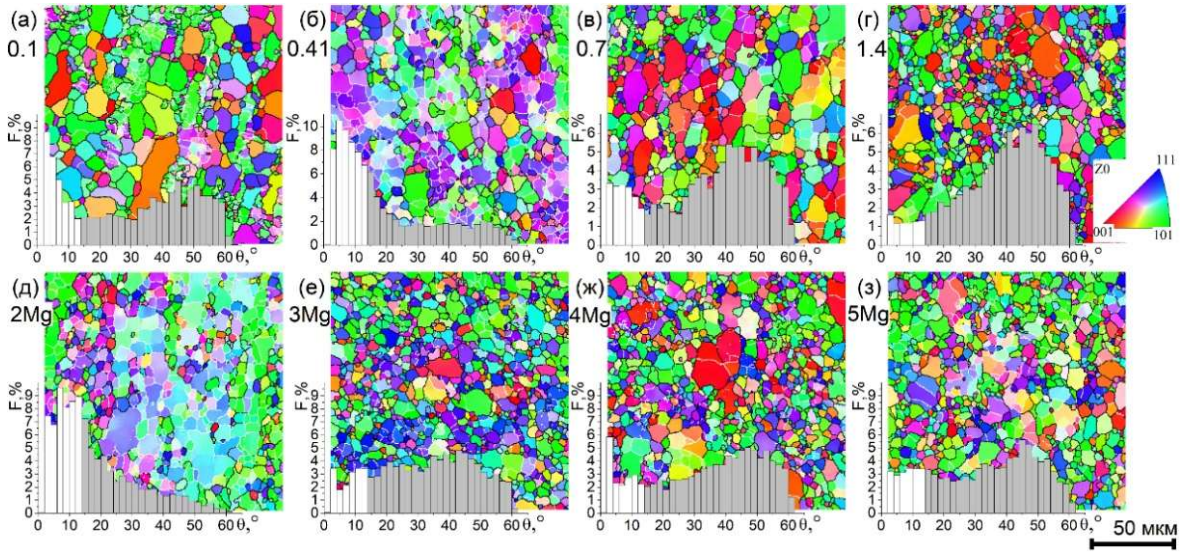


Рисунок 5.6 - Карты распределения границ зерен (а-г) в сплаве с 5Mg в зависимости от степени деформации и (д-з) для сплавов с разным содержанием магния после e=1.1 со скоростью 10^{-2} c^{-1} при температуре 480 °C [91]

Сплавы данной группы имеют высокие значения m и δ при скоростях деформации от ~5×10^{-3} до 5×10^{-2} $с^{-1}$ и температурах 420-480 °С, необходимых для сохранения стабильности $L1_2$-фазы и, соответственно, микрозеренной структуры. При уменьшении скорости деформации до 1-2×10^{-3} $с^{-1}$ и росте температуры происходит более интенсивный рост зерен, который обусловливает снижение удлинений. Кроме температуры и скорости деформации существенно влияют на зеренную структуру частицы кристаллизационного происхождения и содержание элементов в растворе.

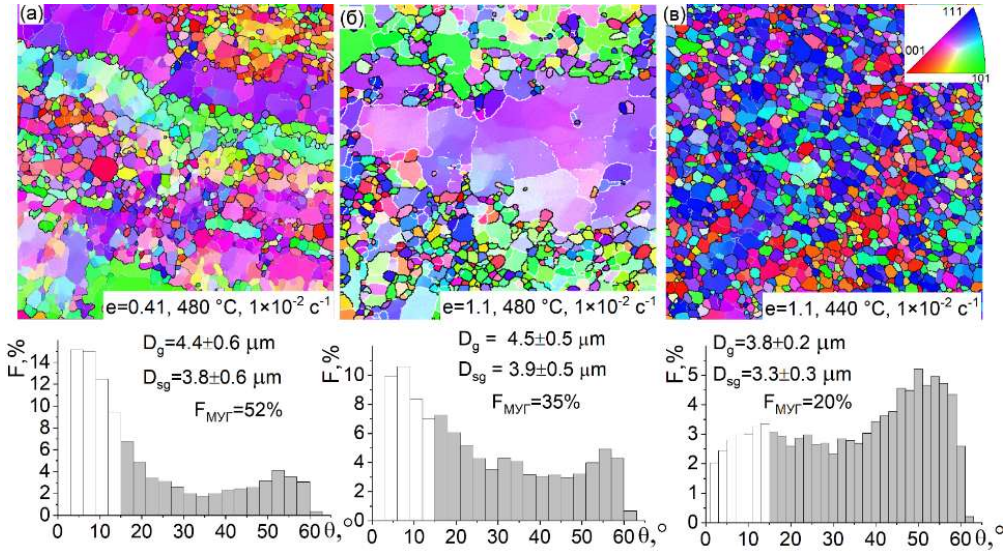


Рисунок 5.7 – ДОЭ карты распределения границ зерен (а-б) в сплаве с Al-6.9Zn-2.8Mg-0.2Zr-0.1Sc [50] и (в) Al-3.7Zn-4.2Mg-0.8Cu-0.2Zr-0.2Sc (1977) [51] после деформации 50% (e=0.41) и 200% (e=1.1) со скоростью 10^{-2} $с^{-1}$ при температуре 440-480 °С

Крупные частицы эвтектического происхождения, присутствующие в структуре, ускоряют динамическую рекристаллизацию. В матричных сплавах доля МУГ остается высокой даже при больших деформациях, при e=1.1 МУГ представляют до 50% всех границ зерен, вплоть до сохранения участков нерекристаллизованной структуры до разрушения (при 400%). Уже в результате статической рекристаллизации при нагреве до температуры деформации доля МУГ в сплавах с fe <0.03 составляет 60-80 %, а при fe=0.05-0.08 снижается до 40-50 %. Существенные различия сохраняются на начальной стадии деформации (e = 0.41), в матричных сплавах доля МУГ остается на уровне ~60 %, тогда как при fe = 0.05-0.08 менее 45 %. Аналогичный эффект ускорения рекристаллизации наблюдается при легировании авиалей иттрием, формирующем крупные частицы вторых фаз (fe = 0.02): по сравнению со сплавом без иттрия доля ВУГ после деформации в одинаковых условиях заметно выше (рис. 5.8).

Кинетика динамической рекристаллизации также существенно зависит от содержания Mg и Zn в твердом растворе. Малые удлинения матричного сплава Al-Mg-Er-Zr с ~2 % Mg объясняются слабой динамической рекристаллизацией; увеличение концентрации Mg до 3.1-4.9 % интенсифицирует рекристаллизацию, повышает долю ВУГ

и ведет к формированию микрозеренной структуры (рис. 5.5б, 5.6). Аналогичная закономерность прослеживается в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu с ростом соотношения Mg/Zn (рис. 5.7), и в авиалях с ростом Mg/Si. Улучшение показателей сверхпластичности с ростом растворенного элемента согласуется с работой [8].

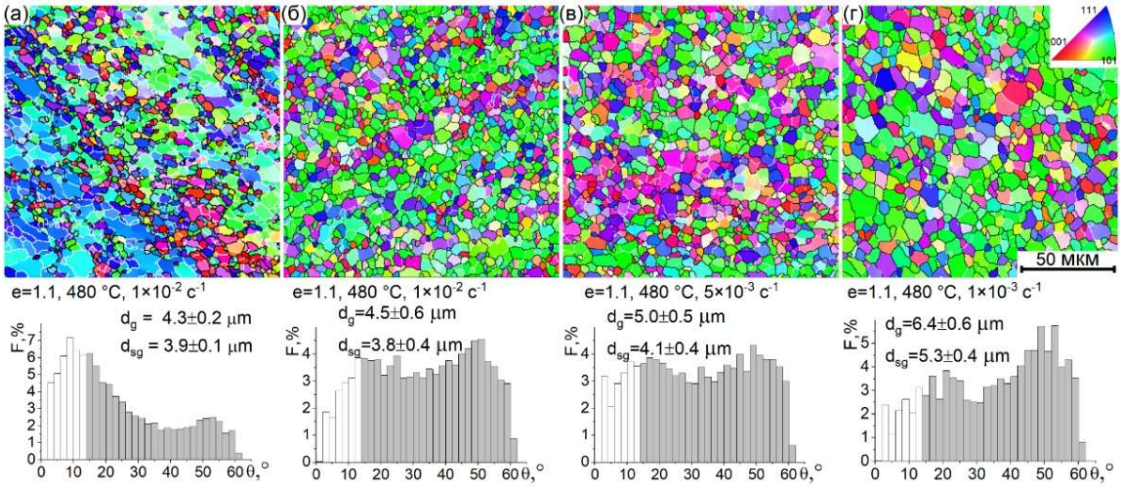


Рисунок 5.8 - Карты распределения границ зерен в сплавах (а) Al1.2Mg0.8Si1Cu0.2Zr0.1Sc и (б-г) Al1.2Mg0.8Si1Cu0.2Zr0.2Sc0.5Y [90] после 200% деформации (e=1.1) при температуре 480 °C (а,б) со скоростью 10^{-2} c^{-1}, (в) 5×10^{-3} c^{-1}, (г) 1×10^{-3} c^{-1}

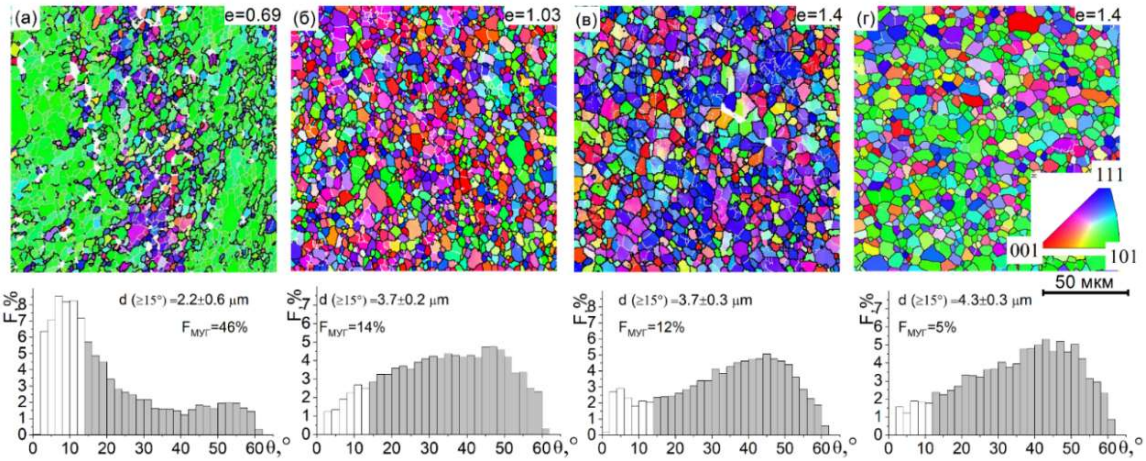


Рисунок 5.9 – ДОЭ карты распределения границ зерен после сверхпластической деформации в сплавах с псевдоматричным типом структуры (а-в) сплав Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc [57] и (г) сплав Al-4.8Mg-0.6Fe-0.9Ce-0.2Zr-0.1Sc после деформации со скоростью 10^{-2} c^{-1} при 460 °C

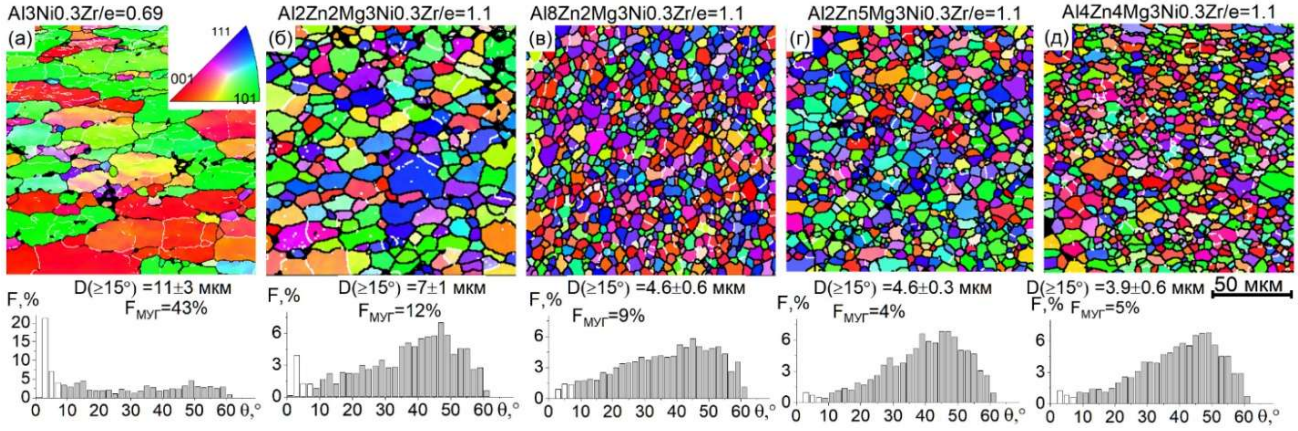


Рисунок 5.10 – ДОЭ карты распределения границ зерен в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr с псевдоматричным типом структуры после деформации со скоростью 10^{-2} c^{-1} при 0.97Tпл, сплавы и деформация указаны на рисунках

Чем более легирован твердый раствор, тем больше доля ВУГ и меньше размер зерна после деформации. В сплавах Al-Ni-Zr/Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr с 0.25-0.3 % Zr и до 2 % Zn, и 2 % Mg после деформации 0.69-1.1 размер зерна составляет 7-10 мкм (рис. 5.10а,б), и как результат сплав имеет низкие показатели СП. С повышением содержания Zn и Mg размер зерна уменьшается до 2-4 мкм, а доля ВУГ растет (рис. 5.10в д, 5.11). С изменением соотношения Zn/Mg с ~(7-8)/2 % до ~4/4 % размер зерна уменьшается с 3-4 мкм до 2-3 мкм. К аналогичному эффекту приводит легирование Sc, но за счет роста *f/d* для дисперсоидов.

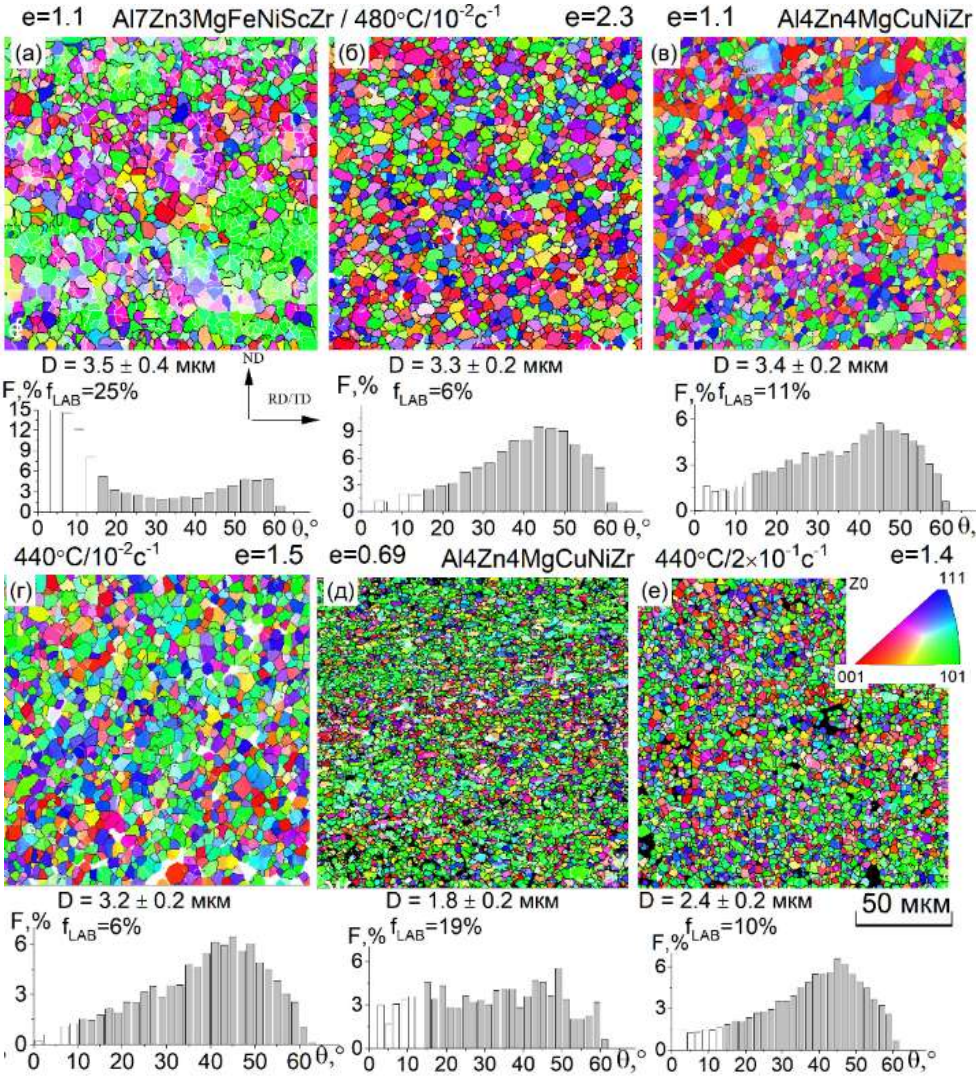


Рисунок 5.11 – ДОЭ карты распределения границ зерен в сплавах (а,б) Al-7Zn-3Mg-1Ni-1Fe-0.2Zr-0.1Sc и (д,е) Al-4Zn-4Mg-0.8Cu-3Ni-0.26Zr с псевдоматричной структурой после деформации со скоростью 10^{-2} c^{-1} и 2×10^{-1} c^{-1} при 440-480 °C, сплавы и режимы указаны на рисунках

При прочих равных условиях сплавы с концентрацией Zn и Mg около 4 % каждого характеризуются минимальным размером зерна и максимальной долей высокоугловых границ, что и обеспечивает наилучшие показатели сверхпластичности.

В авиалях со Sc и Zr размер зерна составляет 3-4 мкм; тенденция к росту доли ВУГ и измельчению зерна с увеличением растворенного Mg (при снижении Si от 0.8 до 0.1 % и увеличении Mg от 1.2 до 2 %) также наблюдается [108] (рис. 5.12). При этом уменьшение с

0.2 до 0.1 % Sc при деформации до 1.1 не влияет на зеренную структуру.

Во всех исследуемых сплавах увеличение скорости деформации в интервале 5×10^{-3} - 2×10^{-1} $с^{-1}$ обеспечивает уменьшение среднего размера зерна, но приводит к уменьшению доли ВУГ. В сплаве Al-4Zn-4Mg-0.8Cu-3Ni-0.28Zr при скорости 2×10^{-1} $с^{-1}$ и температуре 440 °С средний размер зерна наименьший среди прокатанных сплавов - 1.8 мкм, что, однако, не обеспечивает роста относительного удлинения при столь высокой скорости деформации, максимум удлинений сплав проявляет при $(1\text{-}2)\times10^{-2}$ $с^{-1}$.

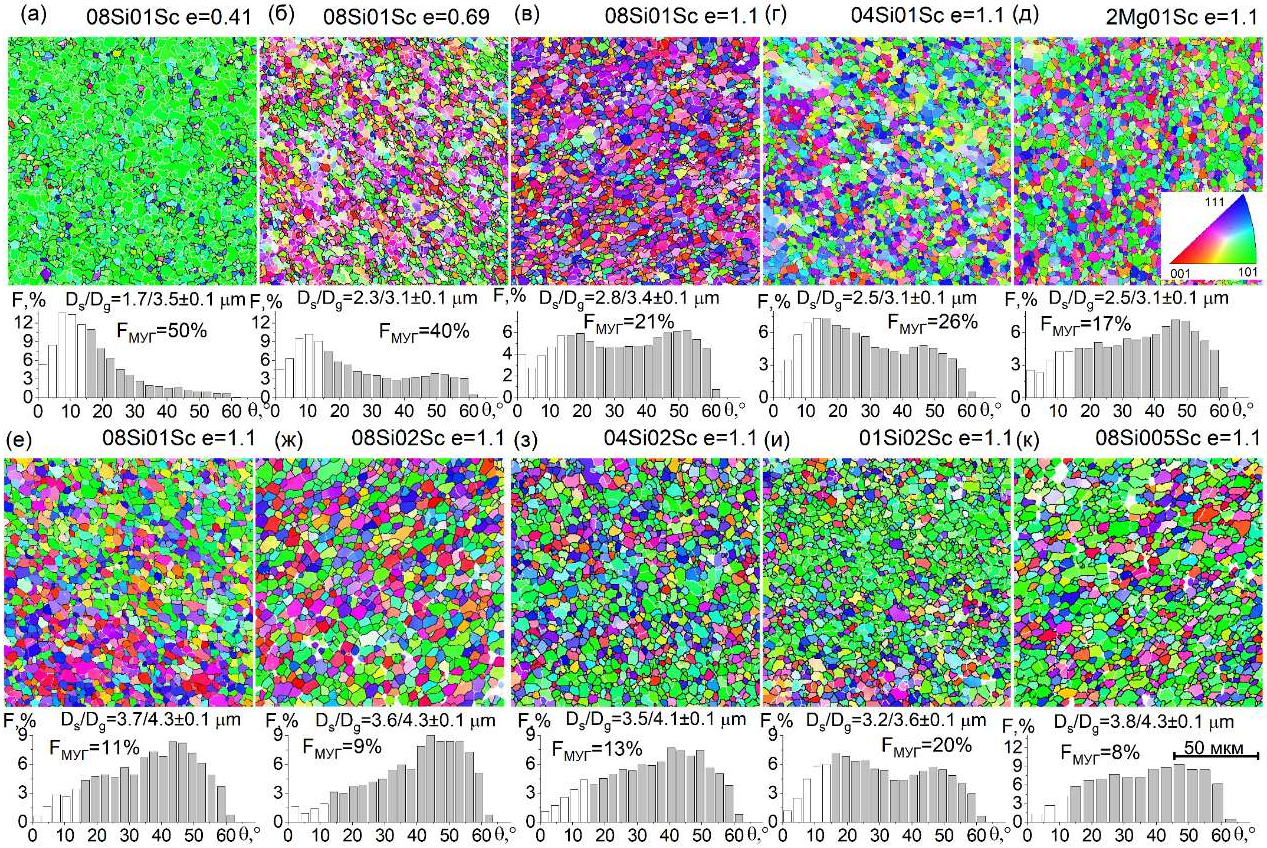


Рисунок 5.12 – ДОЭ карты распределения границ зерен в сплавах Al-(1.2/2)Mg-(0.1-0.8)Si-1Cu-1Fe-1Ni-0.2Zr-(0.05-0.2)Sc после деформации со скоростью (а-д) 10^{-2} $с^{-1}$ и (е-к) 5×10^{-3} $с^{-1}$ при 480 °С, содержание варьируемых элементов (Mg,Si,Sc) и деформация указаны на рисунках [108]

Благодаря наноразмерной $L1_2$-фазе, размер зерна уменьшается на начальной стадии деформации в результате динамической рекристаллизации и сохраняется высокая термическая стабильность зеренной структуры. Ускорение динамической рекристаллизации за счет крупных частиц является ключевым фактором, обеспечивающим высокоскоростную сверхпластичность псевдоматричных сплавов. Если в сплавах с матричной структурой при скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ и выше происходит разрушение при деформации менее 1.4 с сохранением частично нерекристаллизованной структуры, то крупные частицы обеспечивают формирование высокоугловых границ зерен и проявление сверхпластичности при данных скоростях деформации. Кроме параметров частиц вторых

фаз важное значение имеет состав твердого раствора. В сплавах с повышенным содержанием Mg благодаря формированию после e=0.69-1.1 практически рекристаллизованной структуры с размером зерна 2-4 мкм сверхпластичность наблюдается при скоростях 10^{-2}-10^{-1} $с^{-1}$ и температурах 420-480 °С, при этом размер зерна уменьшается с повышением скорости и понижением температуры деформации.

Сплавы системы Al-Mg-Ni-Fe-Sc-Zr-(Zn), полученные прокаткой деформируются с разупрочнением, а полученные ВИК упрочняются при сверхпластическом течении (Глава 4). Различия объяснимы динамической рекристаллизацией и динамическим ростом зерен соответственно. При получении образцов ВИК ВУГ доминируют (>90%), начиная с деформации 0.69, а размер зерна увеличивается в два раза с 1.7-1.8 мкм до 2.7-4.0 мкм. При этом средний размер зерен в одинаковых условиях деформации при e>1 близок к размеру зерен сплавов, полученных прокаткой (рис.5.13).

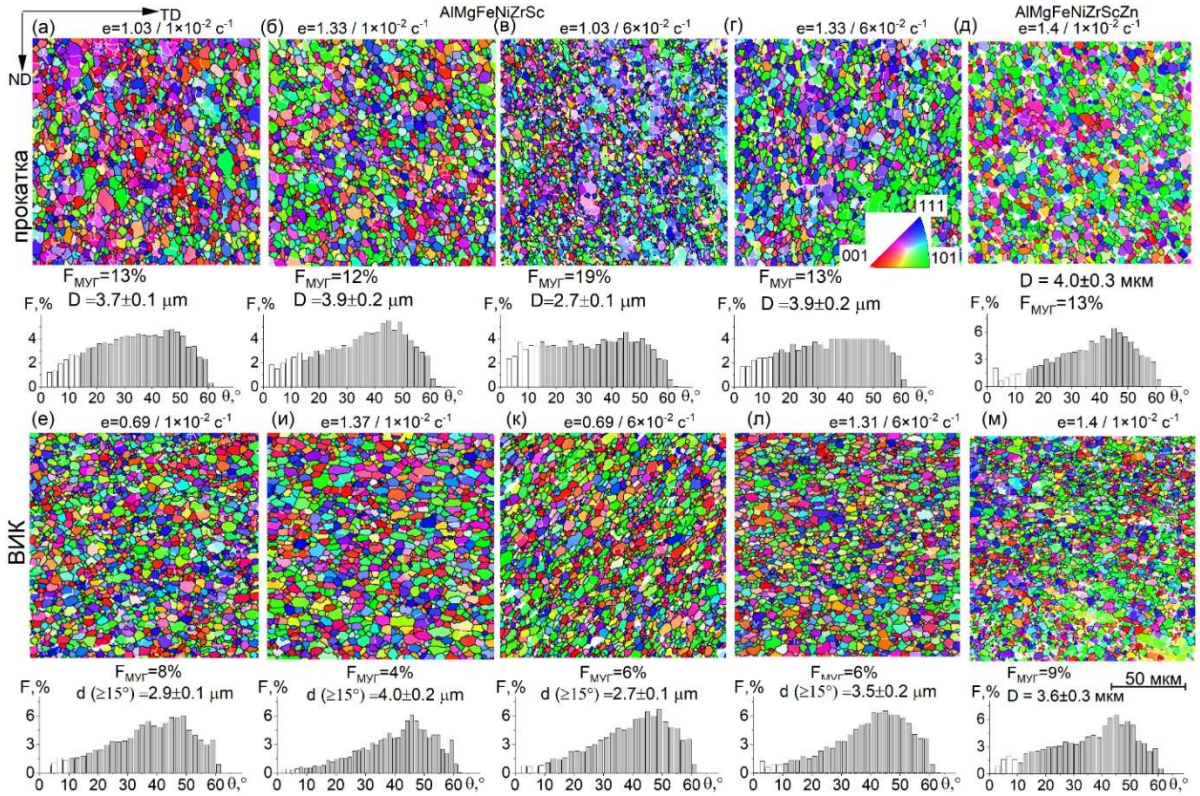


Рисунок 5.13 – ДОЭ карты распределения границ зерен в сплаве (а-г,е-л) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.1Sc-0.2Zr и (д,и) с 0.7Zn, полученных (а-д) прокаткой и (е-м) ВИК после деформации при 460 °С со скоростью (1-6)×10^{-2} $с^{-1}$, деформация и скорость деформации указаны на рисунках

Рост доли ВУГ зерен при сверхпластической деформации наблюдали и в образцах, подвергнутых ОТП, в которых формируется только частично рекристаллизованная структура при нагреве до температуры СПД. Размер зерна после сверхпластической деформации ОТП образца аналогичен таковому в листе, полученном прокаткой. При этом крупные частицы Al_9FeNi обеспечивают меньший размер зерна в зоне ОТП после сверхпластической деформации - 3.7 мкм в сплаве с Al_9FeNi против 4.3 мкм в сплаве без

нее (рис.5.14). Благодаря механизму стимулирования зародышеобразования при рекристаллизации частицы фазы Al_9FeNi повышают однородность структуры зоны перемешивания после сверхпластической деформации. Таким образом, легирование Ni и Fe положительно влияет на поведение при сверхпластической деформации магналиев, подвергнутых обработке трением с перемешиванием [101]. Аналогичный эффект выявлен для сплавов Al-Mg-Mn-Cr и Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr [104,116] – крупные частицы повышают однородность и термическую стабильность зеренной структуры после ОТП, хотя ввиду большего размера дисперсоидов фазы типа Al_6Mn зерна крупнее, а показатели сверхпластичности Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr хуже, чем у Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.1Sc-0.2Zr с дисперсоидами $Al_3(Sc,Zr)$.

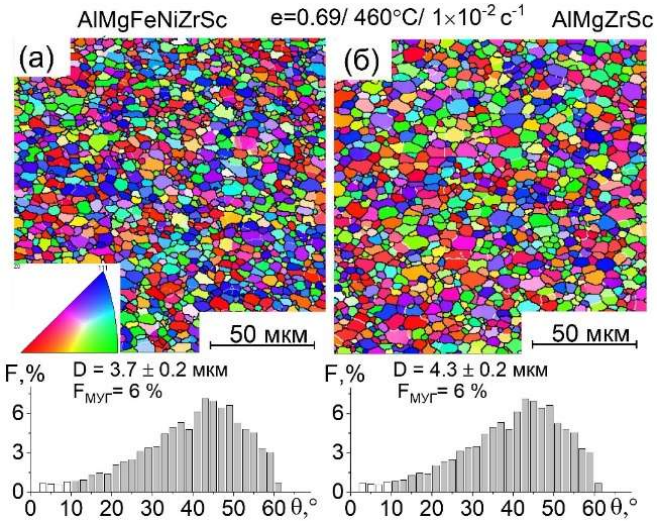


Рисунок 5.14 – ДОЭ карты распределения границ зерен в сплавах (а) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.1Sc-0.2Zr и (б) Al-4.8Mg-0.1Sc-0.2Zr, подвергнутых обработке трением с перемешиванием после деформации при 460 °С при $(1\text{-}6)\times10^{-2}$ $с^{-1}$ [101]

5.1.3 Изменения дислокационной структуры и формирование зон свободных от выделений

5.1.3.1 Сплавы с исходной рекристаллизованной структурой

Первым, обращающим на себя внимание явлением в сплавах с исходной рекристаллизованной структурой, является вытягивание зерен вдоль оси деформации, коэффициент формы зерен уменьшается во всех изученных матричных алюминиевых сплавах. Отвечают за удлинение зерен диффузионная и/или дислокационная ползучесть, аккомодирующие ЗГС. Признаком действия первого механизма можно считать развитие зон свободных от выделений (ЗСВ) по обе стороны от границы зерна, второго - рост плотности дислокаций в теле зерен.

Формирование ЗСВ при сверхпластической деформации – процесс характерный для сплавов с исходной рекристаллизованной структурой. Наиболее выраженные ЗСВ после сверхпластической деформации обнаружены в СЭМ в сплавах системы Al-Mg-Mn-Cr с

дисперсоидами d=45-50 нм, когда, собственно, удается выявить границы зерен ввиду эффекта каналирования и дисперсоиды и сравнить их распределение по телу зерен до и после деформации (рис.5.15). После отжига ЗСВ в сплавах на основе системы Al-Mg-Mn-Cr не выявлено. Анализ объемной доли ЗСВ показывает, что они могут обеспечить от 15 до 40% общей деформации образца при 0.95-0.97Тпл и скоростях деформации $(1\text{-}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. Добавка цинка в магналии уменьшает в 1.5-2 раза долю ЗСВ, их развитие и появление скоплений частиц вдоль продольных границ зерен происходит при деформации e>1.1. В сплавах Al-Mg-Mn с частицами Al_6Mn размером ~80 нм (рис.5.15и,к) ЗСВ также образуются, но их вклад не более 19% после деформации 1.1 [45].

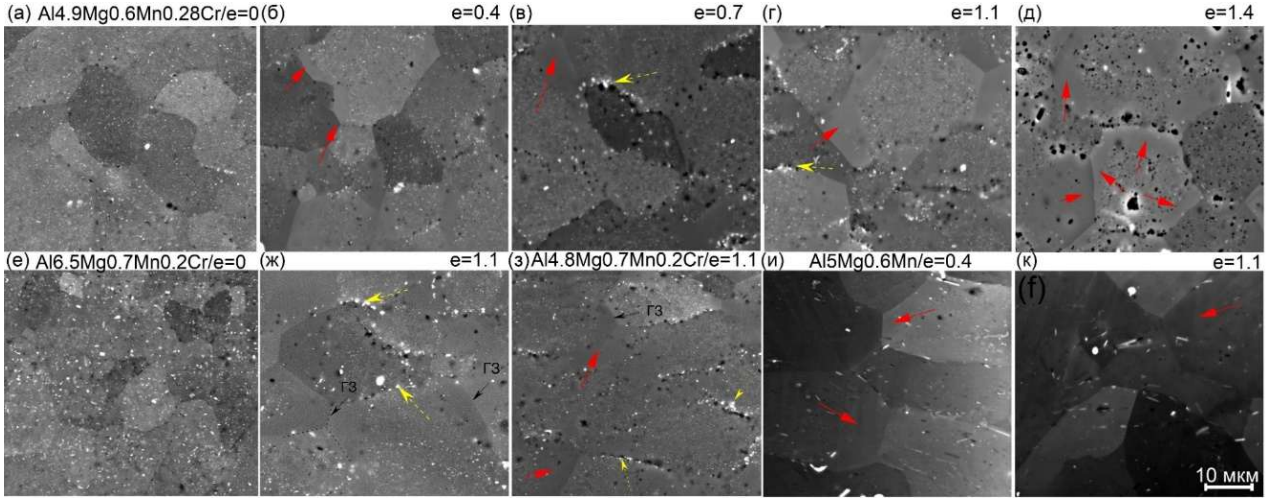


Рисунок 5.15 –Микроструктура сплавов системы Al-Mg-Mn-(Cr) [45] после сверхпластической деформации при температуре 0.97Тпл со скоростью 1×10^{-3} $с^{-1}$для сплавов с 4.8-5Mg и 4×10^{-3} $с^{-1}$ для сплава с 6.5Mg [93] (ЗСВ показаны красными стрелками, скопления частиц - желтыми), сплавы и деформация указаны на рисунке

ЗСВ формируются у поперечных границ по обе стороны от границы, в области тройных стыков (сплошные стрелки на рис.5.15), где аккомодация ЗГС наиболее сложна т.е. являются одним из факторов удлинения зерен. Важно, что при этом исходно равномерно распределенные дисперсоиды образуют скопления на продольных границах зерен, где их размер несколько увеличивается (пунктирные стрелки на рис.5.15). Два данных фактора являются классическими признаками развития диффузионного массопереноса и указывают на диффузионную ползучесть, как основной механизм формирования ЗСВ. Доля ЗСВ увеличивается с увеличением температуры деформации и уменьшением скорости, что легко объяснить ускорением диффузии, достаточной для направленного переноса атомов от продольных границ к поперечным и вакансий в обратном направлении (модель ползучести Лифшица).

Кроме диффузионной ползучести можно предположить развитие зон в результате миграции границы зерна, которая оторвалась от места закрепления. Исключать такую

возможность нельзя, однако формирование зон по обе стороны от границы скорее признак ДП, нежели просто миграции границы. В последнем случае зоны формировались бы зачастую только с одной стороны от границы. В формировании ЗСВ могут участвовать оба процесса и быть взаимосвязаны, так как мигрирующая граница будет способствовать развитию ДП, ввиду генерирования избытка вакансий.

Анализ ДОЭ не выявил систематических закономерностей роста средних локальных разориентировок при деформации сплавов с исходной рекристаллизованной структурой, которые бы свидетельствовали о существенном изменении плотности дислокаций. При этом по данным ПЭМ в сплавах Al-Mg-Mn-Cr дислокации в теле зерен формируются, начиная с малой деформации 0.1 (рис.5.16а-м).

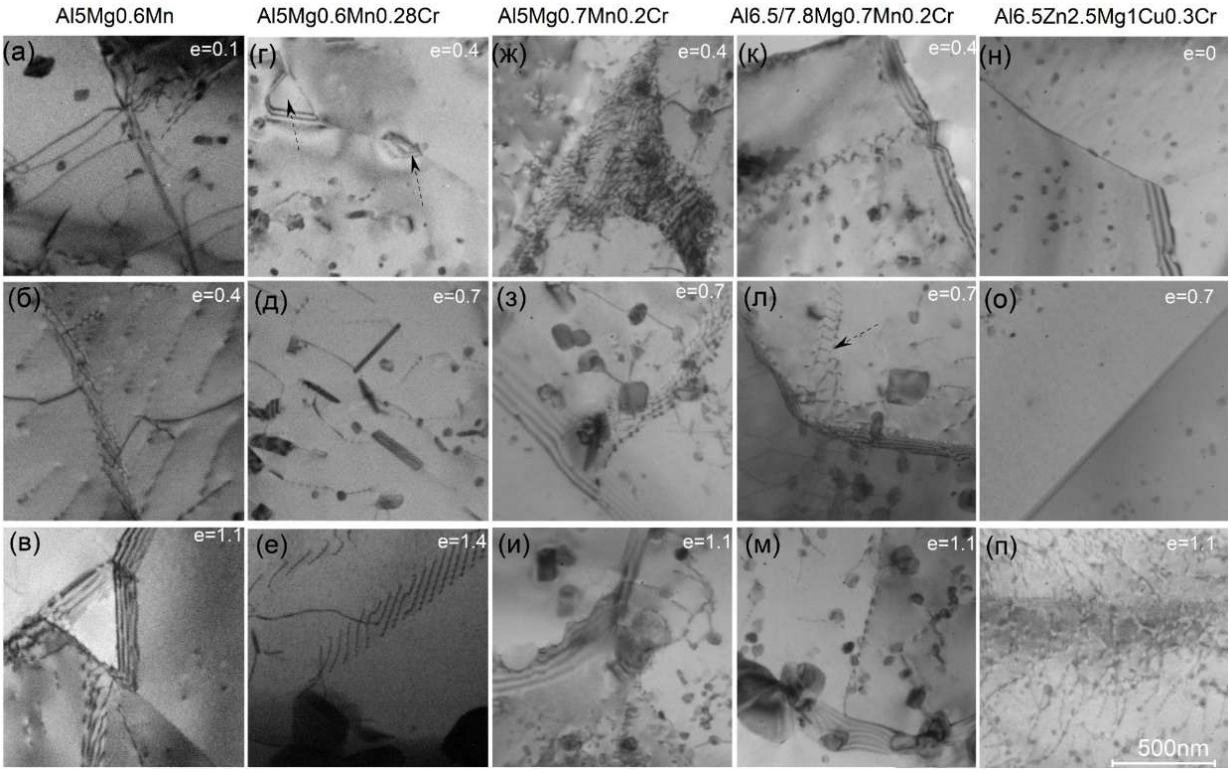


Рисунок 5.16 – ПЭМ структура сплавов (а-в) Al-Mg-Mn, (г-м) Al-Mg-Mn-Cr и (н-п) сплава 7475

Дислокации в основном имеют форму геликоидов (рис.5.16б,д,м,п), что характерно для взаимодействия дислокаций и вакансий и косвенно говорит о присутствии повышенной концентрации вакансий во время деформации. Дисперсоиды задерживают решеточные дислокации, формируются дислокационные стенки (рис.5.16б,в, з,е,к). Плотность дислокаций увеличивается с ростом степени деформации и при е= 0.41 встречаются скопления дислокаций (рис.5.16ж). На границах зерен можно встретить выступы, окруженные ВУГ, «языки» напоминающие на зародыши рекристаллизации (рис.5.16в,г).

В сплаве 7475 ЗСВ также формируются, но их объемная доля ниже - 10-15% после деформации 0.69-1.1 при 500 °С и скорости $10^{-3}с^{-1}$ и ширина всего несколько микрометров

(определены после закалки с температуры деформации). Отчетливо зоны выявляются в ПЭМ (рис.5.16н,о). В сплаве 7475 скопления дислокаций обнаружены локально и при больших деформациях e=1.1 (рис.5.16н-п).

В сплавах с псевдоматричной структурой плотность дислокаций в теле зерен больше, чем в сплавах матричного типа. Вблизи крупных частиц Al_9FeNi/Al_3Ni формируются скопления дислокаций и зерна, окруженные высокоугловыми границами (рис.5.17), т. е. при условии исходной рекристаллизованной структуры крупные частицы при высокотемпературной деформации служат «источниками» размножения дислокаций и обеспечивают формирование зародышей рекристаллизации [99].

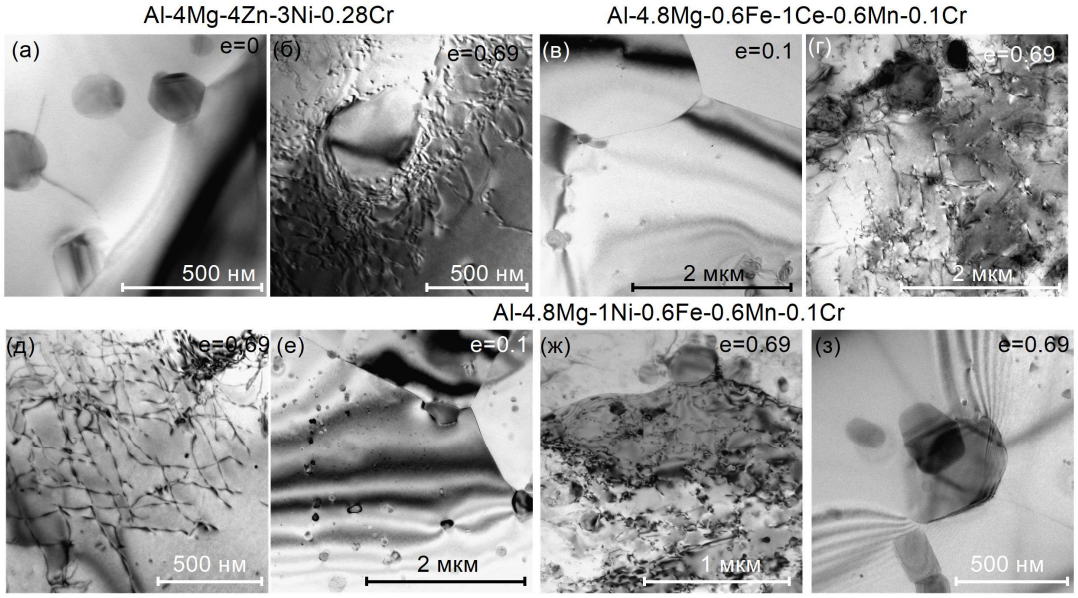


Рисунок 5.17 - Дислокационная структура сплавов на основе (а,б,д) Al-Mg-Zn и (в,г,е-з) Al-Mg с псевдоматричной структурой и дисперсоидами Mn/Cr-содержащих фаз до и после сверхпластической деформации при (а,б,д) 0.92Tпл и 2×10^{-3} $с^{-1}$ и (в,г,е,ж,з) 0.96Tпл и 1×10^{-2} $с^{-1}$; составы и деформация указаны на рисунках

5.1.3.2 Сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой

Исходная структура (после отжига при 440-480 °С) в ПЭМ сплавов с $L1_2$-фазой представлена смесью субзерен и рекристаллизованных зерен, что согласуется с описанными выше данными ДОЭ. Зерна и субзерна в основном свободны от дислокаций (рис. 5.18а,г). После сверхпластической деформации со скоростью 10^{-2} $с^{-1}$, начиная с деформации 0.69, в теле зерен растет плотность дислокаций, происходит формирование стенок из дислокаций (рис. 5.18б,в,е, 5.19).

В сплавах псевдоматричного типа вблизи частиц Al_3Ni/Al_9FeNi формируются скопления дислокаций и новые зерна с высокоугловыми границами (рис.5.20) - признаки стимулирования зародышеобразования в условиях динамической рекристаллизации при сверхпластическом течении.

При СПД $L1_2$-фаза (Al_3Zr, $Al_3(Sc,Zr)$, $Al_3(Er,Zr)$), несмотря на температуру 440-

480 °C, сохраняет структурный тип и аналогичные исходному состоянию средние размеры 10-15 нм (рис.5.18, 5.19), что обеспечивает высокую термическую стабильность зеренной структуры. ПЭМ-ЭДС анализ подтверждает формирование $L1_2$ дисперсоидов сложного состава с Zr и Er, Zr и Sc. Отдельные включения $Al_3(Er,Zr)$ увеличиваются до 25-27 нм. Дисперсоиды при этом сохраняют $L1_2$ структуру, что подтверждается наличием сверхструктурных рефлексов на дифрактограммах. Кубическая $L1_2$-фаза медленнее коагулирует, чем тетрагональная $D0_{23}$ [201]. Sc и Er расширяют область существования $L1_2$ модификации. Хотя при малом соотношении Er/Zr, Er/Sc и высоких температурах, как в нашем случае, трансформация $L1_2$ в $D0_{23}$ возможна [287], признаков формирования при СПД $D0_{23}$-фазы не обнаружено.

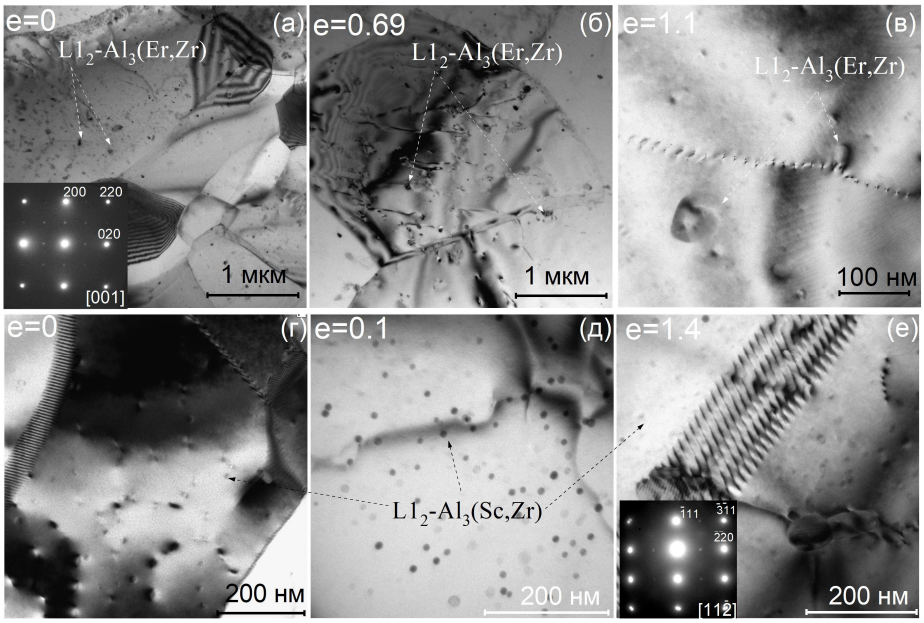


Рисунок 5.18 - ПЭМ структуры сплава (а-в) Al-4.8Mg-0.3Er-0.25Zr и (г-е) Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc (а,г) после отжига при 470±10 °C, 30 мин; (б,в,д,е) после сверхпластической деформации при 470±10 °C со скоростью 1×10^{-2} c^{-1} деформация указана на рисунках; врезки - электронограммы

Дисперсоиды расположены на границах зерен и эффективно ограничивают их миграцию (рис.5.19д). Средний размер дисперсоидов в сплавах, гомогенизация слитков которых была при более низких температурах, чем температура СПД, увеличивается в начале деформации на 2-5 нм, в остальных случаях не меняется.

В сплавах с дисперсоидами $L1_2$-фазы, как и в прочих сплавах, обнаружены ЗСВ, но ввиду малого размера дисперсоидов, ЗСВ выявляются только в ПЭМ, их положение относительно оси деформации неизвестно. Определить объемную долю не удается, так как толщина фольги в анализируемых местах не известна.

В сплавах на основе системы Al-Zn-Mg, в исследуемом температурном интервале сверхпластической деформации, Zn и Mg находятся в твердом растворе. Поскольку после

окончания испытаний на растяжение образцы охлаждали на воздухе, после деформации формируются вторичные выделения $MgZn_2$ или Т-фазы. Вблизи высокоугловых границ зерен после сверхпластической деформации формируются зоны, обедненные выделениями как $Al_3Zr/Al_3(Sc,Zr)$, так вторичными выделениями, образованными основными элементами (рис. 5.20г,д,о,т). Обедненные зоны наблюдали не только по обе стороны границ зерен, а также вокруг частиц Al_3Ni, в том числе расположенных на границах зерен. В области ЗСВ не были обнаружены дислокации. В отожженных образцах, которые охлаждали на воздухе до комнатной температуры аналогичным образом, такие зоны ПЭМ не обнаружены.

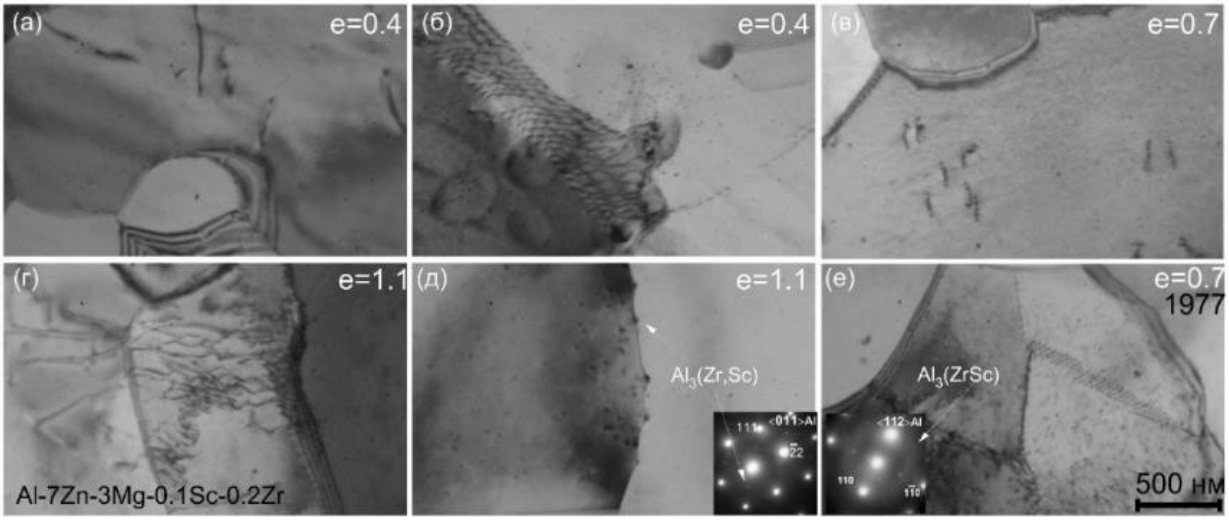


Рисунок 5.19 - Изменения дислокационной структуры при сверхпластической деформации при 480 °С и скорости 10^{-2} $с^{-1}$ в сплавах системы (а,г) Al-7Zn-3Mg-0.2Zr-0.1Sc, (б,д) Al-4Zn-4Mg-0.2Zr-0.1Sc, (в,е) 1977 (Al-4.3Mg-3.7Zn-0.8Cu-0.2Zr-0.15Sc) [50,51,55]; деформация указана на рисунках

Формирование ЗСВ по обе стороны от границ зерен в данной группе сплавов также свидетельствует о действии механизма диффузионной ползучести при сверхпластическом течении. Наличие ЗСВ вокруг крупных частиц Al_3Ni позволяет предположить участие в процессах аккомодации ЗГС межфазных границ между алюминием и крупными недеформируемыми частицами.

Эволюция структуры типична для всех сплавов с $L1_2$ дисперсоидами [75,84]. Существенных различий в дислокационной структуре и параметрах выделений, обусловленных изменением режимов деформации в выбранном диапазоне скоростей, температур и деформаций ($2\times10^{-3} – 2\times10^{-2}$ $с^{-1}$/ 440-480°С, e=0.1-2.2) не выявили. Наблюдаются скопления решеточных дислокаций, доля ВУГ увеличивается, тогда как размер зерна при сверхпластическом течении не меняется или уменьшается. Вокруг крупных частиц наблюдаются скопления дислокаций, что подтверждает их способность стимулировать рекристаллизацию при СПД и согласуется с анализом ДОЭ.

Динамическая рекристаллизация характерна для сверхпластической деформации прокатных листов алюминиевых сплавов с высокой долей $L1_2$-фазы, по крайней мере на

начальной стадии деформации [82,288–290], и не вызывает сомнений, в отличие от сплавов с исходно рекристаллизованным зерном. По данным ДОЭ практически рекристаллизованная структура формируется при e=0.69-1.1. Однако в ПЭМ дислокационная активность и формирование стенок из дислокаций обнаружены после значительно больших деформаций - до e=1.49 во всех сплавах. Таким образом, эволюция микроструктуры предполагает протекание динамической рекристаллизации при значительных деформациях (1.49/350%), а не только на начальной стадии сверхпластического течения.

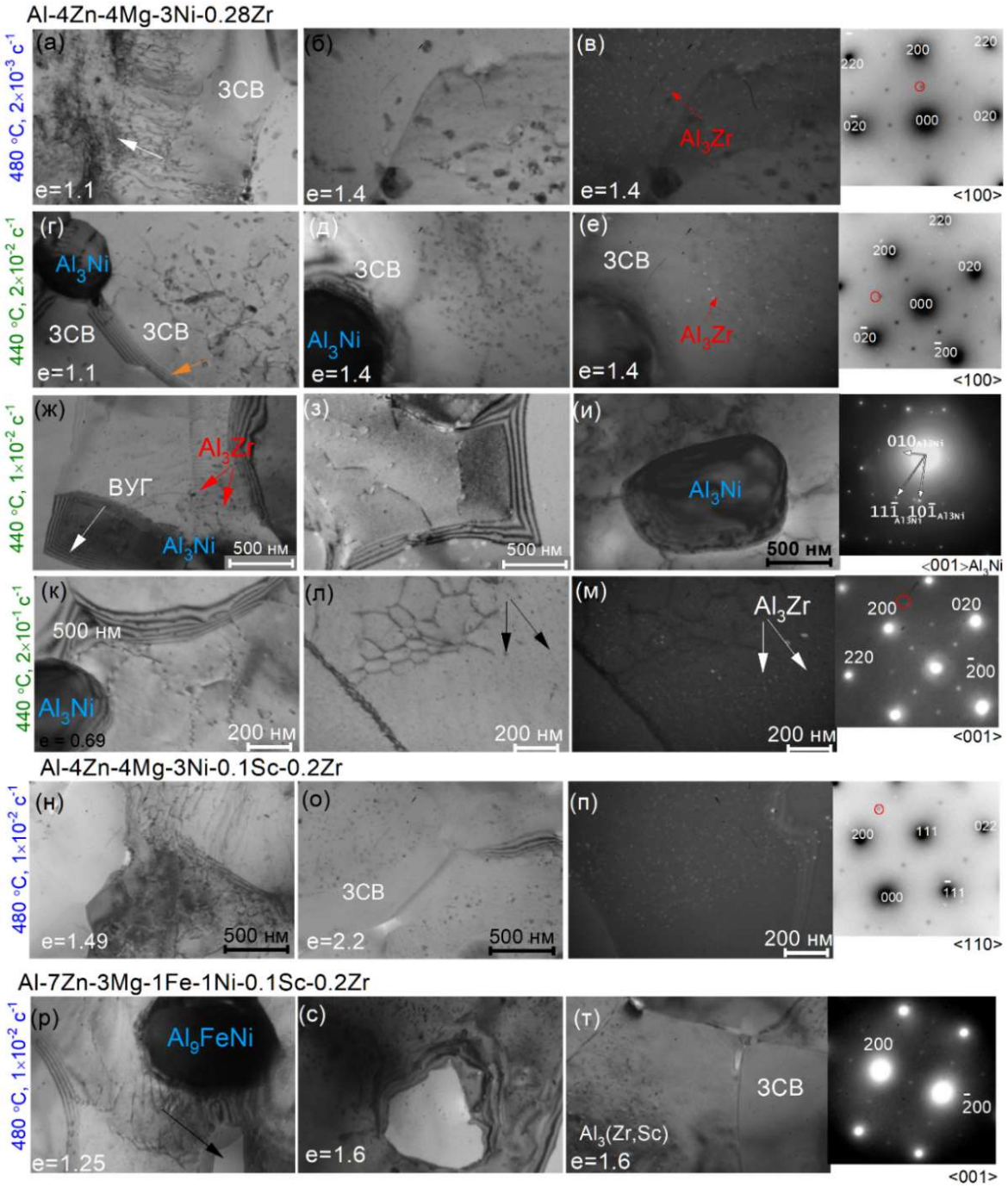


Рисунок 5.20 - Дислокационная структура сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-(Fe)-Zr-(Sc) [50,55,82] после сверхпластической деформации (а,б,г,д,ж,з,к,л,н,о,р,с,т) светлое поле и (в,е,и,м,п,т) темное поле ПЭМ с соответствующей электронограммой

5.1.4 Анализ остаточной пористости

Сверхпластическая деформация сопровождается порообразованием, что характерно для алюминиевых сплавов [170,291]. К развитию пористости, в частности, приводит зернограничное скольжение. В оптимальных условиях деформации в исследуемых магналиях с матричной структурой пористость не превышает 0.3% при деформации до 1.1 и увеличивается перед разрывом, в месте разрушения при e=1.3-1.6 объемная доля пор достигает 1.5-1.7% (рис.5.21а, 5.22а) [45,75,102]. Высокопрочный сплав 7475 с повышенным содержанием цинка имеет практически в два раза большие значения остаточной пористости при всех степенях деформации с максимумом 5% перед разрушением (рис.5.21а). Активный рост пористости происходит при потере устойчивого течения и является причиной разрушения. В сплаве Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc (1977) с высокой долей $L1_2$-фазы при увеличении деформации с 0.69 до 1.4 объемная доля пор после СПД увеличилась с 1.5 до 3 %.

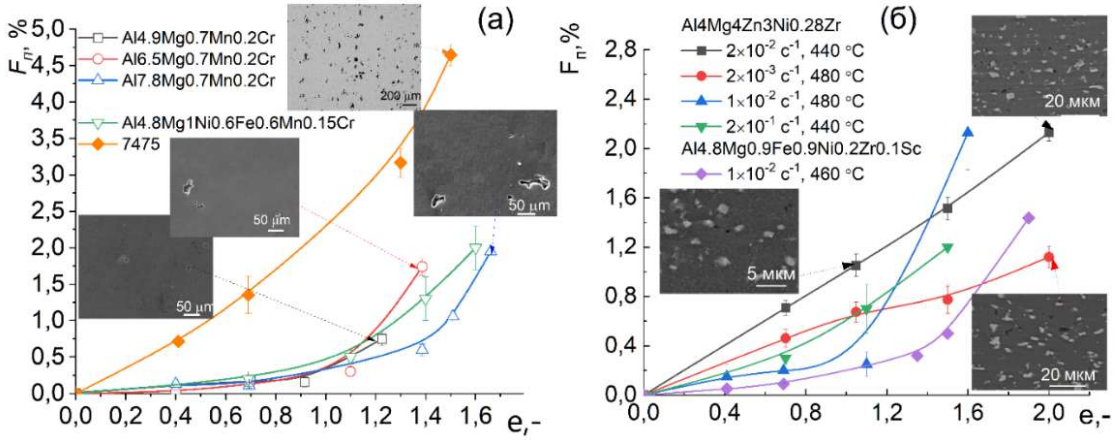


Рисунок 5.21 – Зависимость объемной доли пор от степени деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях (1-5)×10^{-3} с$^{-1}$ для сплавов с матричным типом структуры

Необходимо отметить важную негативную особенность магналиев с Er и матричным типом структуры, в которых, несмотря на удлинения в 500-600%, остаточная пористость после e=0.41 – 5-6% и после e=1.2 достигала аномально высоких значений – 15-20% (рис.5.22д) в условиях максимальных значений m=0.5 при 480 °С и 10^{-2} с$^{-1}$. Объяснить такое явление можно неоднородностью зерен по размерам (рис.5.6), что затрудняет аккомодацию ЗГС и приводит к развитию пор, которые, однако, залечиваются в процессе СПД и не приводят к преждевременному разрушению. Данные сплавы нельзя рекомендовать для применения в качестве материала для СПФ без противодавления, так как большая остаточная пористость неизбежно снизит конечные свойства.

Несмотря на значительную долю (5-8%) частиц вторых фаз кристаллизационного происхождения размером 0.7-2 мкм, которые потенциально могут инициировать

зарождение пор, остаточная пористость в сплавах псевдоматричного типа не превышает таковую для матричных сплавов. Сравним остаточную пористость в сплавах с псевдоматричным типом структуры разных групп.

В магналиях Al-Mg-Fe-Ni/Ce с Mn и Cr, f_e=0.05-0.07 и исходной перед СПД рекристаллизованной структурой доля пор увеличивается с 0.3% при e=0.41 до 0.6-1.3% при e=1.2 и до 1.3-2% при разрушении (рис.5.21б, 5.22б) в оптимальных температурно-скоростных условиях деформации (520-540°C и (0.5-1)×10^{-3} c^{-1}). В сплаве Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.1Sc-0.2Zr с исходно нерекристаллизованной структурой поры имеют размер 0.2-0.7 мкм, и их объемная доля слабо возрастает с 0.1 до 0.2% с увеличением деформации в диапазоне 0.41-1.55 при 460 °C и 10^{-2} c^{-1} (рис.5.21б, 5.22). Деформация до разрушения (≈600%/e=1.95) приводит к скачкообразному росту доли пор в сплаве. Поры перестают быть изолированными, принимают разветвленную форму и размер до 5 мкм, а объемная доля достигает ~1.6% в зоне разрыва.

Авиали с 5-6% крупных частиц демонстрируют сопоставимые значения доли остаточных пор: после деформации e=1.1 не более 0.5%, рост доли пор до 2.5% происходит также перед разрушением (e=1.9) (рис.5.22г,з). Можно отметить формирование пор вблизи Mg_2Si (f(Mg_2Si)~0.02), на частицах данной фазы поры формировались чаще, чем на Al_9FeNi. Однако статистический анализ не выявил различий в доле или размере пор для сплавов с низким и высоким содержанием Si и, соответственно, с разной долей фазы Mg_2Si и говорить о значимой роли данной фазы в порообразовании нельзя.

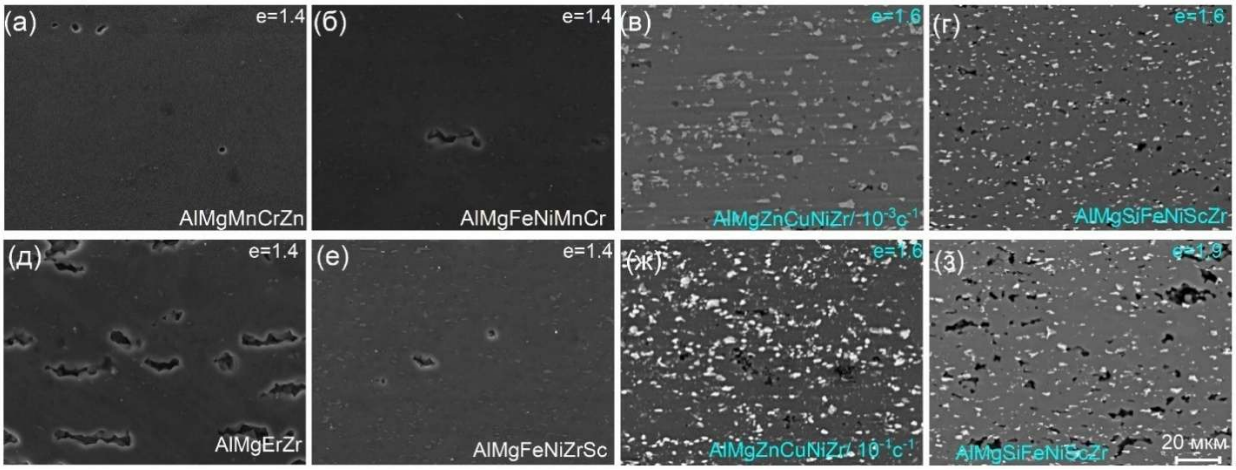


Рисунок 5.22 – Микроструктура сплавов после сверхпластической деформации в условиях максимальных значений скоростной чувствительности, демонстрирующая развитие пористости для Al сплавов с разным типом структуры и разных систем легирования; сплавы указаны на рисунке

В высокопрочных сплавах псевдоматричного типа (Al-4Zn-4Mg-0.8Cu-3Ni-0.28Zr/0.2Zr-0.1Sc) с максимальной долей крупных частиц 8% (Al_3Ni) после деформации при 2×10^{-3} и 1×10^{-2} c^{-1} при 480 °C, 1×10^{-2} и 1×10^{-1} c^{-1} при 440 °C пористость не превышает 0.5% при e=1.1 и 2-3% при e=1.6 (рис.5.21б,5.22в,ж). Объемная доля пор менее 1% при e=1.4

и высокой скорости деформации $10^{-1}c^{-1}$. Полученные значения в псевдоматричных высокопрочных сплавах в разы ниже, чем в матричном высокопрочном АА7475.

Во всех сплавах поры в основном располагаются по границам зерен и в тройных стыках, что характерно для действия ЗГС, и реже встречаются вблизи крупных частиц. Во-первых, причиной сравнительно низкой остаточной пористости сплавов псевдоматричного типа является компактная, близкая к сферической форма частиц эвтектического происхождения. Во-вторых, в сплавах псевдоматричного типа меньше размер зерна, что должно облегчать ЗГС и его аккомодацию и уменьшать пористость. Локальные разориентировки решетки с повышенной плотностью дислокаций, формирующиеся вблизи крупных и твердых частиц, обеспечивают образование новых зерен, окруженных высокоугловыми границами, локальное ускорение диффузии в данных местах, что в результате облегчает работу аккомодационных механизмов деформации. Скорость диффузии по межфазным границам вокруг крупных частиц выше, чем по телу зерен. Косвенно на аккомодацию ЗГС диффузионным массопереносом, в том числе вблизи крупных частиц, указывают формирующиеся около них при сверхпластической деформации ЗСВ.

Практическое значение имеет доля пор, формирующихся при деформации 0.41-1.1, большая деформация при СПФ обычно не реализуется. При данной деформации объемная доля пор не превышает 0.2% для большинства сплавов с матричной и псевдоматричной структурой после сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях [45,75,102].

Обобщить эволюцию структуры при сверхпластическом течении в разных алюминиевых сплавах можно следующим образом. В сплавах с исходной рекристаллизованной структурой и размером зерна 5-10 мкм зерно вытягивается вдоль оси растяжения, что указывает на одновременное действие дислокационной и диффузионной ползучести. О существенном вкладе диффузионной ползучести свидетельствуют зоны, свободные от выделений, которые локализуются у поперечных границ зерен и наиболее выражены в магналиях при подсолидусных температурах деформации [45,93]. Дислокации, обнаруженные в теле зерен после сверхпластической деформации, подтверждают действие дислокационной ползучести в большей степени в магналиях и в меньшей в сплавах с повышенным содержанием цинка. При этом крупные частицы увеличивают дислокационную активность при сверхпластическом течении. В сплавах с исходной нерекристаллизованной структурой, наоборот, происходит деление зерен с формированием структуры размером 2-4 мкм после деформации около 1.1, что является явным признаком динамической рекристаллизации. Околосферические частицы фаз эвтектического

происхождения эффективно уменьшают размер зерна в сплавах ввиду действия механизма стимулирования зарождения новых зерен и наряду с дисперсоидами, сдерживающими динамический рост зерен, обеспечивают формирование и сохранение микрозеренной структуры при сверхпластическом течении, в том числе в малолегированных авиалях. Важно, что такие частицы не инициируют пористость при сверхпластической деформации. Авиали демонстрируют стабильную зеренную структуру при сверхпластическом течении в присутствии $L1_2$-фазы, образованной 0.1-0.2%Sc и 0.15-0.2%Zr, при этом нет различий в структуре сплавов с 0.1 и 0.2% Sc [108]. Параметры дисперсоидов несущественно меняются при СПД, сохраняя структурный тип $L1_2$ и нанометрические размеры. Увеличение содержания растворенного магния в сплавах разных групп уменьшает средний размер зерен после деформации, что можно объяснить ограничением миграции границ зерен при сверхпластическом течении сегрегациями атомов магния на ГЗ. Малая добавка цинка в сплавах, где он не является основным легирующим элементом, не влияет на зеренную и дислокационную структуру, формирующуюся при СПД.

5.2 Анализ эволюции структуры поверхности при сверхпластической деформации образцов сплавов на основе алюминия

5.2.1 Сплавы со структурой матричного типа

Для определения *влияния состава твердого раствора и параметров дисперсоидов* на соотношение вкладов действующих механизмов СПД сравнивали несколько матричных сплавов Al-(4.8-7.8)%Mg-(0.6-0.65)%Mn-(0.15-0.28)%Cr с разными значениями *f/d* для дисперсоидов и содержанием Mg, магналии с добавкой 0.7%Zn и сплав Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr (AA7475) с повышенным соотношением Zn/Mg. Анализ эволюции структуры поверхности с маркерными линиями проводили при подсолидусной температуре 0.95-0.97Тпл при скоростях деформации $(1\text{-}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$, что соответствует условиям, обеспечивающим максимальные значения показателя *m* и относительного удлинения.

Сравним влияние параметров некогерентных матрице дисперсоидов средних размеров 47 и 80 нм в сплавах с размером зерна ~10 мкм в одинаковых температурно-скоростных условиях деформации (рис.5.23). На начальной стадии деформации в сплавах без хрома и дисперсоидами ~80 нм смещения поперечных и продольных маркерных линий обнаружены после небольшой деформации 0.07, с увеличением деформации происходят развороты зерен, формируются полосчатые зоны у поперечных границ. Поверхность большинства зерен при $e\geq0.31$ покрывается складками и маркерные линии частично размываются, что говорит о значительном вкладе дислокационной ползучести [45]. Появляются новые границы зерен: крупное зерно А, размером ~35 мкм, двигается как

единое целое до деформации 0.31 без признаков присутствия границ зерен, а после 0.37 - делится на два со значительным смещением (рис. 5.23а-в). Данный факт может говорить о скольжении группы близко ориентированных зерен на начальной стадии деформации или делении зерен в результате трансформации малоугловой границы в высокоугловую при динамической рекристаллизации. Существенная деформация тела зерен за счет дислокационного скольжения/ползучести свидетельствует скорее в пользу динамической рекристаллизации.

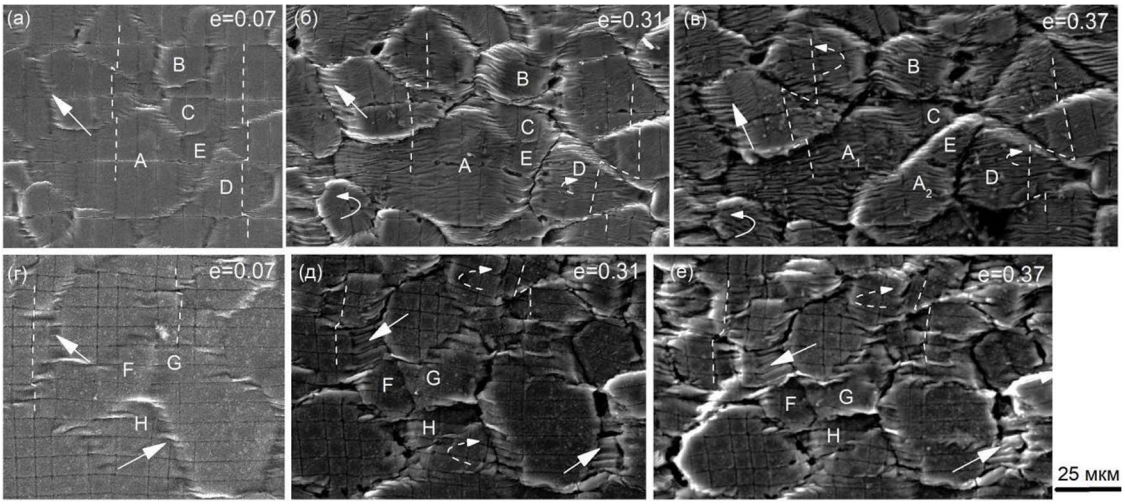


Рисунок 5.23 – Эволюция структуры поверхности с маркерными сетками во время деформации сплавов (а-в) Al-Mg-Mn и (г-е) Al-Mg-Mn-Cr [45]

В сплавах с хромом и более мелкими дисперсоидами 45-47 нм (т.е. с ростом *f/d*) линии изгибаются в области складчатых зон, сдвиги появляются при больших значениях e=0.31-0.37 на начальной стадии деформации [45]. При этом тело зерна сохраняет большую часть маркеров, т.е. деформация тела зерна значительно меньше. Отличительной особенностью является формирование у поперечных границ широких полосчатых зон.

Рельеф поверхности при деформации более 0.69 в данных сплавах (на стадии устойчивого течения со слабым ростом напряжения) аналогичен начальной стадии. При этом более выражены смещения линий по ГЗ и фиксируется смена соседей зерен как в плоскости, так и в объеме, увеличиваются количество развернутых зерен и угол разворота, т.е. признаки ЗГС становятся более выраженными (рис.5.24). В сплаве с малой добавкой цинка сдвиги маркеров на ГЗ значительнее, т.е. цинк стимулирует ЗГС.

Результаты количественных измерений вкладов представлены в Таблице 5.1. Средний вклад ЗГС в сплаве с 4.9Mg без хрома ~34 % (таблица 5.1), а при увеличении деформации снижается до ~25 %, при этом растет доля внутризеренной деформации с 20 до 45%, что объясняется в том числе ростом зерна, сопровождающим деформацию данного сплава. В присутствии Cr, т.е. с ростом *f/d*, несмотря на более стабильную зеренную структуру вклад ЗГС на начальной стадии всего ~10-15 % и растет на стадии устойчивого

течения до ~23-24%. Максимальный угол поворота зерен увеличивался с 10-16° при деформации 0.2 до 25-30° при деформации 0.4-0.6. Добавка 0.7%Zn в сплав с зерном около 10 мкм обеспечивает близкие значения ЗГС ~40% как на начальной, так и на стадии устойчивого течения.

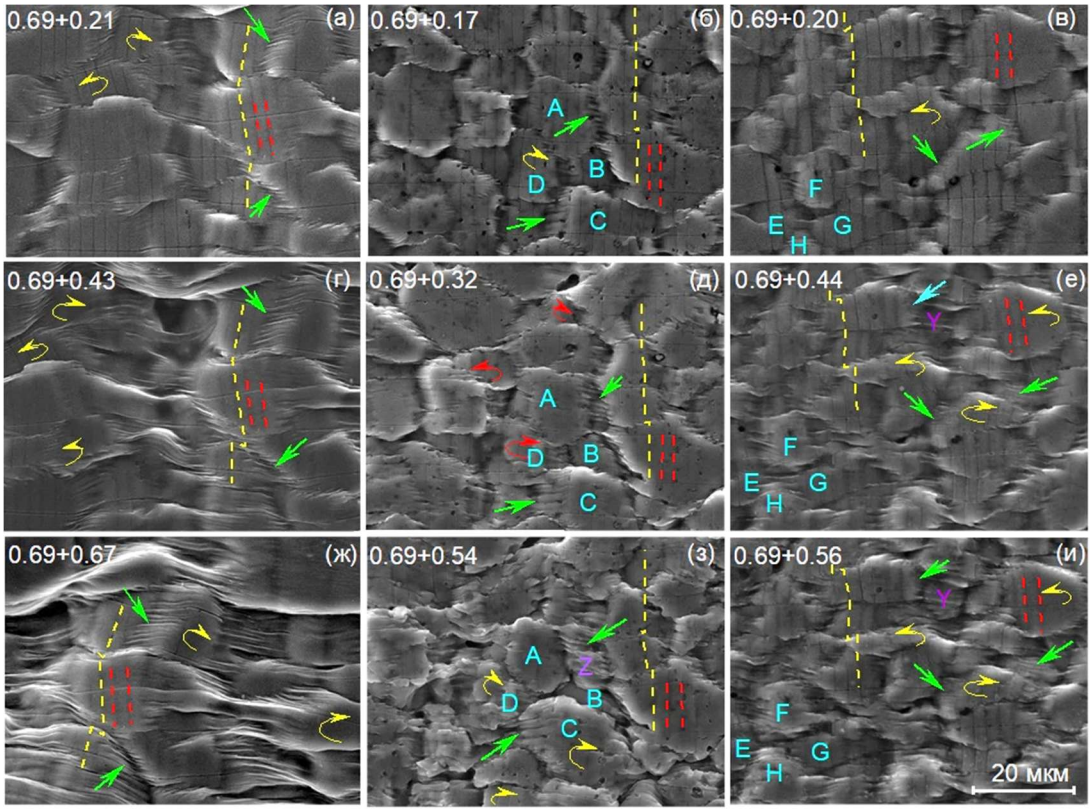


Рисунок 5.24 – Микроструктуры сплавов Al5MgMnCr (а,г,ж), Al6MgMnCr (б,д,з), Al8MgMnCr (в,е,и) после последовательной деформации при скорости 4×10^{-3} $с^{-1}$ и температуре 0.96Тпл [93]

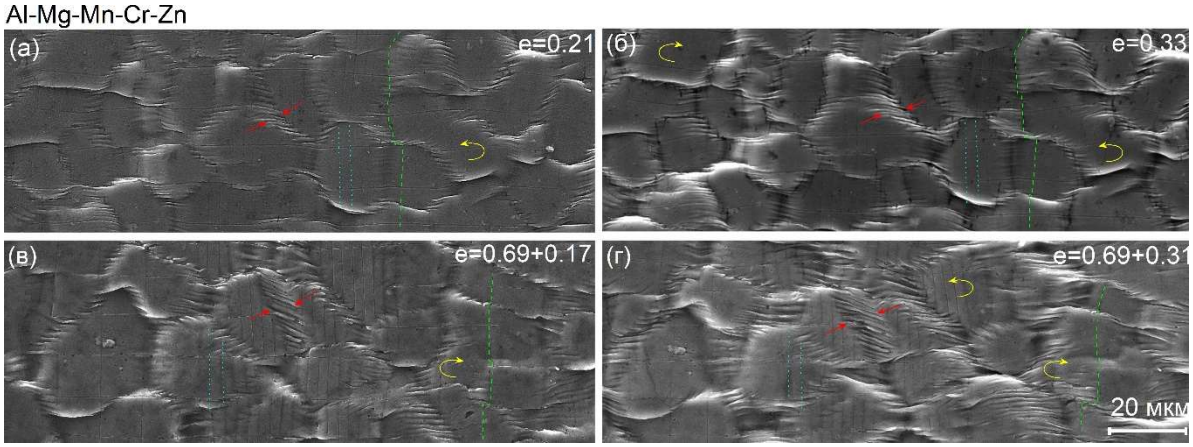


Рисунок 5.25 - Эволюция структуры поверхности с маркерными сетками при СПД при 540 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$ для сплава Al-Mg-Mn-Cr-Zn; зелеными линиями показаны смещения линий сетки на границах зерен; желтыми стрелками показаны произвольные повороты зерен; синими линиями показаны линии сетки внутри зерен; красными стрелками показаны полосчатые зоны [97]

С ростом содержания Mg уменьшается средний размер зерна и дополнительно повышается термическая стабильность зеренной структуры (размер зерна после e=0.69 ~8 мкм при ~4.9Mg и ~6.5 мкм при 6.5-7.8Mg), что приводит к росту вклада ЗГС. Для сплавов

с 6.5-7.8Mg из-за меньшего размера зерна значение ЗГС увеличивается до 34-38% на стадии устойчивого течения.

Таблица 5.1 – Вклады механизмов деформации в сплавах с матричным типом структуры

Сплав	Средний размер зерна, мкм	Деформация	ЗГС		Внутризеренная деформация		ПЗ	
			$e_{ЗГС}$	$\gamma_{ЗГС}$, %	$e_{ВДС}$	$\gamma_{ВДС}$, %	$e_{ПЗ}$	$\gamma_{ПЗ}$, %
0.97Tпл, 1×10^{-3} $с^{-1}$								
Al4.9Mg0.6Mn	11±2	0.07	0.024±0.005	34±7	0.015±0.005	21±7		
		0.31	0.078±0.009	25±3	0.14±0.01	45±3		
		0.37	0.091±0.009	25±2	0.16±0.01	43±3		
Al4.9Mg0.6Mn0.25Cr	9±2	0.07	0.010±0.003	14±4	0.018±0.005	26±5	0.03±0.01	
		0.31	0.030±0.006	10±2	0.058±0.009	19±3	0.19±0.04	
		0.37	0.038±0.008	10±2	0.079±0.009	21±2	0.21±0.05/ $0.22\pm0.04_{(ЗСВ)}$	60%
0.87Tпл, 1×10^{-3} $с^{-1}$								
Al4.9Mg0.7Mn0.2Cr	5.6±0.5	0.13	0.044±0.007	34±5	0.037±0.005	28±4	0.04±0.009	33±7
		0.25	0.082±0.005	33±2	0.072±0.007	29±3	0.08±0.008	34±3
		0.35	0.114±0.011	33±3	0.105±0.008	30±2	0.11±0.01	31±3
0.97Tпл, 3×10^{-3} $с^{-1}$								
Al4.9Mg0.7Mn0.2Cr	9.2±0.5	0.69+0.21	0.05±0.01	24±5	0.06±0.01	30±5	0.09±0.02	43±9
		0.69+0.43	0.10±0.02	23±5	0.12±0.01	28±2	0.18±0.03	42±7
Al6.5Mg0.7Mn0.2Cr	6.7±0.6	0.69+0.17	0.06±0.01	35±6	0.04±0.01	24±6	0.05±0.01	29±6
		0.69+0.32	0.11±0.02	40±7	0.09±0.02	22±6	0.08±0.03	25±9
		0.69+0.54	0.19±0.05	39±9	0.14±0.03	20±6	0.16±0.03	30±6
Al7.8Mg0.7Mn0.2Cr	6.9±0.5	0.69+0.20	0.07±0.01	40±5	0.04±0.01	20±5	0.06±0.02	30±9
		0.69+0.44	0.14±0.03	36±7	0.11±0.01	25±2	0.15±0.03	34±7
		0.69+0.56	0.18±0.05	38±9	0.14±0.01	25±2	0.19±0.03	34±5
0.96Tпл, 1×10^{-3} $с^{-1}$								
Al4.9Mg0.7Mn0.15Cr	8.5±0.7	0.20	0.029±0.004	15±2	0.04±0.01	19±4	0.11±0.02	56±9
		0.36	0.05±0.01	14±3	0.07±0.01	19±2	0.20±0.02	56±7
	10±1	0.69+0.23	0.06±0.02	26±8	0.04±0.01	17±4	0.11±0.01	48±3
		0.69+0.41	0.10±0.03	24±7	0.08±0.01	17±2	0.19±0.01	46±3
Al4.9Mg0.7Mn0.15Cr0.7Zn	8.8±0.6	0.21	0.08±0.01	38±5	0.05±0.01	24±4	0.07±0.02	33±9
		0.33	0.12±0.01	36±4	0.08±0.01	24±4	0.11±0.03	33±9
	10±1	0.69+0.17	0.07±0.01	41±6	0.04±0.01	24±4	0.07±0.01	35±7
		0.69+0.31	0.12±0.02	39±6	0.08±0.01	26±3	0.11±0.01	35±4
0.95Tпл, 2×10^{-3} $с^{-1}$								
Al6Zn2.2Mg1.7Cu0.2Cr (7475)	5.5±0.5	0.15	0.05±0.01	33±7	0	0	0.09±0.01	57±9
	6.5±0.7	0.34	0.14±0.01	41±3	0	0	0.19±0.03	56±9
	8±1	0.48	0.22±0.01	46±2	0	0	0.25±0.04	51±9
		0.69	0.36±0.03	52±4	0	0	0.26±0.05	38±9
		0.69+0.19	0.11±0.02	58±3	0	0	0.08±0.02	41±3
		0.69+0.43	0.25±0.02	58±2	0	0	0.17±0.03	40±3
		0.69+0.67	>0.21	>31	0	0	0.29±0.05	44±4
		0.69+0.90	>0.21	>23	0.12±0.04	14±5	0.33±0.06	37±4
440 °C (0.92 Tпл) 2×10^{-3} $с^{-1}$								
Al-4Mg-4Zn-0.28Cr	10±1	0.69+0.17	0.06±0.01	35±6	0.09±0.01	53±6	0.03±0.01	18±6
		0.69+0.23	0.08±0.01	35±4	0.12±0.02	52±9	0.04±0.02	16±8
0.89Tпл, 1×10^{-2} $с^{-1}$								
Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.1Sc-0.2Zr	4.3±0.6	1.0+0.12	0.06±0.01	50±8	0.019±0.005	16±4	0.03±0.007	25±5
		1.0+0.21	0.11±0.02	52±9	0.042±0.008	20±5	0.05±0.005	24±3
	3.5±0.4	0.69+0.13	0.065±0.008	50±9	0.03±0.01	23±8	0.03±0.004	23±5
		0.69+0.22	0.11±0.02	50±9	0.05±0.02	23±7	0.05±0.01	23±3
		0.69+0.39	0.18±0.03	46±8	0.09±0.02	23±5	0.11±0.03	28±8

Внутризеренная дислокационная ползучесть обеспечивает в среднем 20-30% общей деформации и не зависит от концентрации магния и добавки цинка в сплавах с хромом [93,97]. Значительная деформация – вклад до 40-50% при ~5%Mg и 25-35% при 6.5-7.8%Mg локализуется у поперечных границ в полосчатых зонах (ПЗ) (рис.5.25).

Интересные результаты получили при *снижении температуры деформации,* допустимом при сохранении сверхпластичного состояния для сплава с 4.9%Mg с исходным зерном ~5 мкм, полученном промежуточной гетерогенизацией. При снижении температуры деформации с 0.97Тпл до 0.87Тпл вклад ЗГС на начальной стадии деформации возрастает с 15-20% до 33% при уменьшении вклада ПЗ.

Сплав АА7475 (Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr) содержит цинк в качестве основного элемента и дисперсоиды ε-фазы аналогичного размера ~40 нм. Максимальные значения удлинений сплав имеет при 500 °С/0.95Тпл (с учетом равновесного солидуса 543 °С) и скорости 1×10^{-3} $с^{-1}$. Размер зерна увеличивается с ~6 до 8 мкм на начальной стадии деформации до e=0.4 (50%). Сравним эволюцию поверхности на начальной стадии, сопровождающейся интенсивным ростом напряжения течения и стадии устойчивого течения.

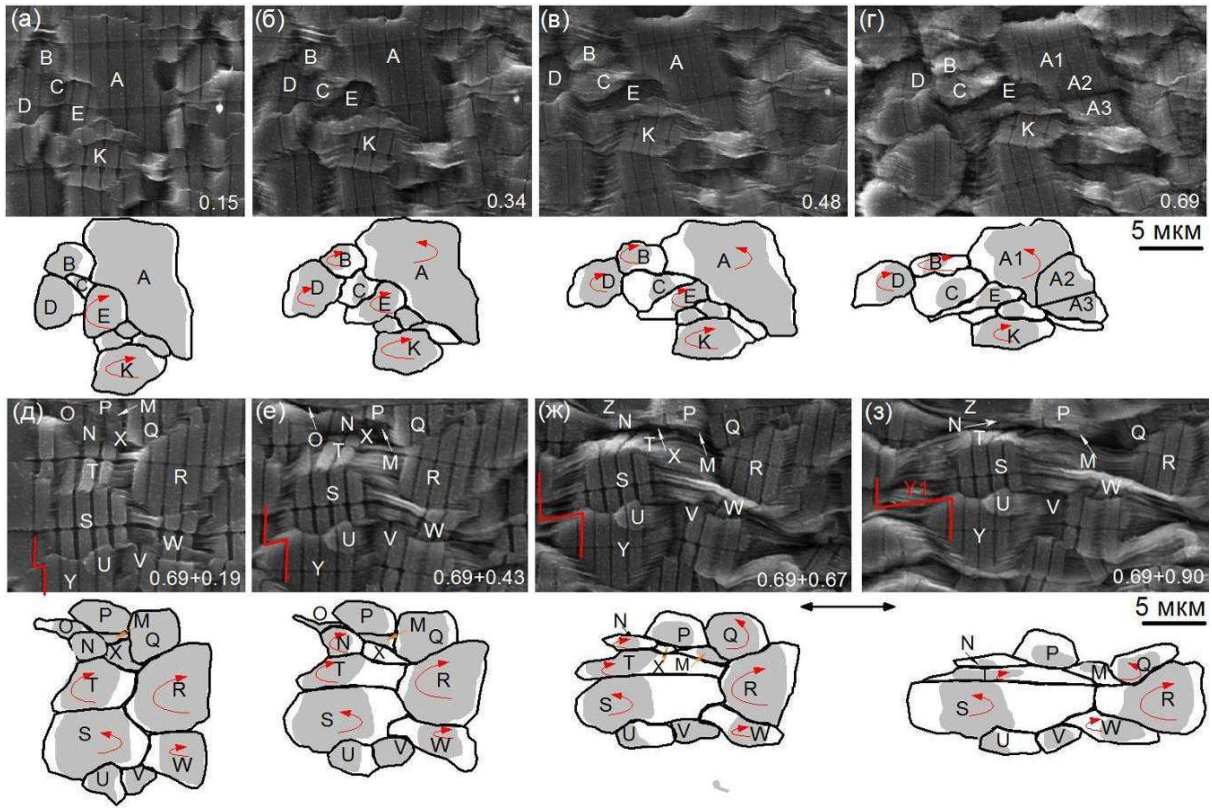


Рисунок 5.26 – Эволюция микроструктуры и схематичное изображение изменений зерен в сплаве АА7475 [63]; деформация указана на рисунке

Удлинение зерен в сплаве 7475, обнаруженное на начальной стадии деформации, как и в магналиях сопровождается образованием полосчатых зон на поверхности образцов.

Схема изменения морфологии зерен представлена на рисунке 5.26 вместе со структурой поверхности. В отличие от магналиев без цинка в сплаве 7475 идет смена соседей зерен, а деформации тела зерна напротив не происходит до e= 1.3. Результаты анализа структуры поверхности согласуются с данными микроструктурного анализа в объеме, подтверждающими формирование ЗСВ и отсутствие дислокаций в теле зерен до e=1.3 [63].

В сплаве 7475 вклад ЗГС в общее удлинение увеличивается с 30 до 60 % при деформации до 0.69 и далее не меняется. Анализ больших деформаций в этом сплаве возможен благодаря отсутствию внутризеренной деформации и полной сохранности маркерных линий. Внутризеренное скольжение активируется лишь перед разрушением, обеспечивая не более 14 % общей деформации при e = 1.4. В сплаве 7475 зафиксирован максимальный угол разворота зерен 45°, что отчасти обусловлено высокой накопленной деформацией (e=0.9). Полосчатые зоны формируются при e<0.69, но при увеличении деформации почти не меняются, что закономерно снижает их вклад в общее удлинение.

Для подтверждения различий во вкладе ЗГС в сплавах типа магналии Al-Mg-Mn-Cr (5083) и высокопрочных сплавах с цинком Al-Zn-Mg-Cu-Cr (7475) в объеме образцов использовали образцы сплавов с внутренними маркерами в виде цепочки частиц Al_3Ni полученной из тонкой (5 мкм) фольги эвтектического сплава Al-6Ni (рис.5.27) [80].

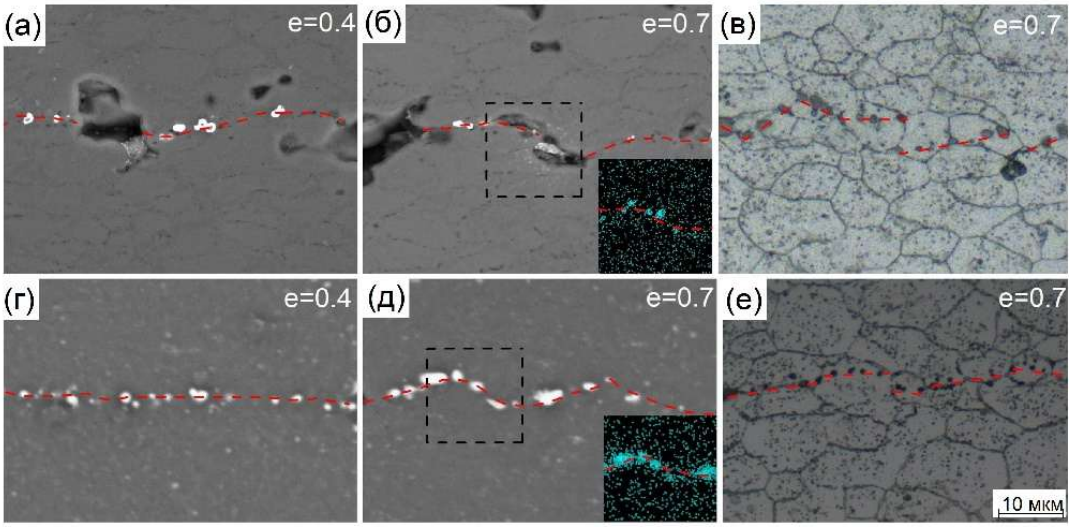


Рисунок 5.27 – Эволюция цепочки внутренних маркеров в теле зерна после деформации в сплавах (а-в) АА7475 и (г-е) АА5083 [80]

Средний размер зерна в сплавах составил 8±1 мкм, что близко к сплавам без внутренних маркеров. Монослой включений Al_3Ni не повлиял на показатели сверхпластичности, значения m и δ. Действительно, высокопрочный сплав с Zn демонстрировал значительные сдвиги положения цепочек частиц в толщине и свойственную сплаву пористость уже при деформации 0.4 (рис.5.27а-в), в то время как в магналии не выявлено существенных изменений положения Al_3Ni частиц в объеме

(рис.5.27г-е). На образцы данной серии, кроме внутренних, наносили поверхностные маркеры. Вклад ЗГС, измеренный по поверхностным маркерам, укладывался в данные, полученные на образцах без маркеров – 15% в 5083 и 45% в 7475. Средние значения смещения продольных линий маркерной сетки и сдвигов маркерных линий составили ~2.5 мкм в АА7475 и ~1.2 мкм в АА5083, что близко к результатам, полученным с использованием внутренних маркеров. Таким образом, результаты, полученные с использованием внутренних маркеров, подтверждают более выраженное ЗГС в сплавах Al-Zn-Mg-Cu по сравнению с Al-Mg [80].

В матричном сплаве Al-1.2%Mg-0.8%Si-1%Cu-0.2%Zr-0.1%Sc группы авиаль с когерентными матрице дисперсоидами ~11 нм и размером зерна ~4 мкм оптимальные условия деформации - 0.89Тпл и 1×10^{-2} $с^{-1}$. Для формирования структуры с высокой долей ВУГ в листах, полученных прокаткой, необходима деформация более 0.69-1.0, потому исследование соотношения вкладов действующих механизмов деформации проводили в данных условиях. Вклад ЗГС достигает ~50 % как в образцах, полученных прокаткой и динамически рекристаллизующихся при СПД, так и в образцах с исходной статически рекристаллизованной структурой перед началом СПД, полученных ВИК. Т.е. по сравнению с предыдущей группой сплавов с дисперсоидами ~40-50 нм вклад ЗГС близок к уровню высокопрочных сплавов с повышенным содержанием цинка. При этом, вклад внутризеренной дислокационной ползучести около 20% от общей деформации, что близко к значениям для магналиев, а ПЗ практически отсутствуют (рис. 5.28, таблица 5.1).

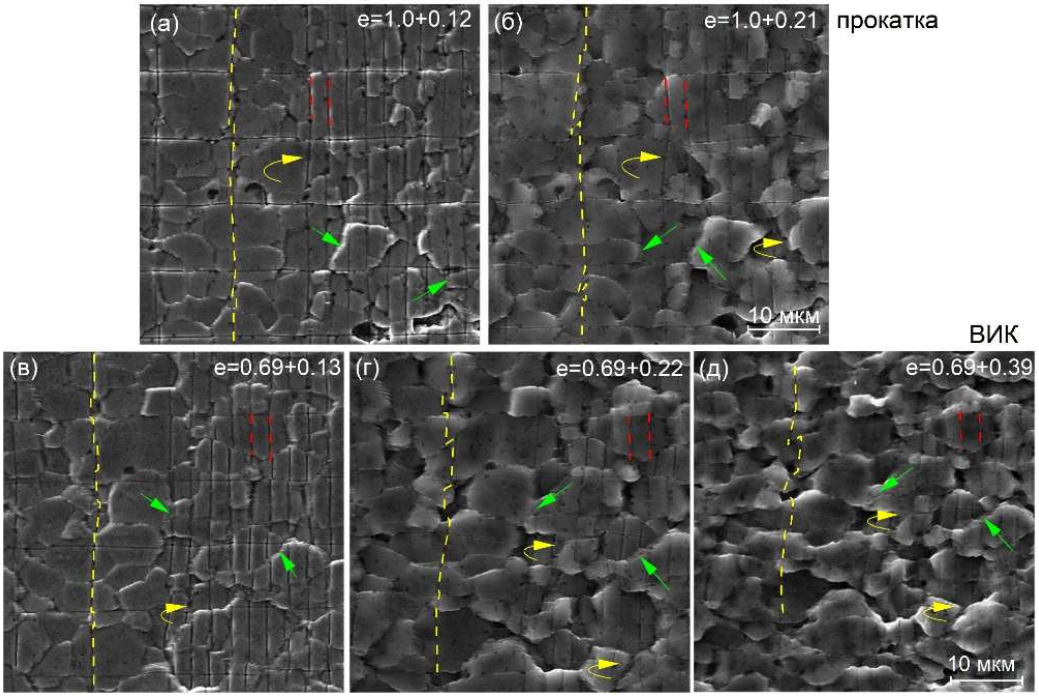


Рисунок 5.28 – Изменения сетки на поверхности образца Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.1Sc-0.2Zr, полученного (а-б) прокаткой и (в-д) ВИК, после СПД при температуре 480 °С и скорости деформации 5×10^{-3} $с^{-1}$

Анализ сплавов с исходной рекристаллизованной структурой говорит о следующем: 1) рост f/d для некогерентных дисперсоидов ввиду уменьшения их размера с 80 до 47 нм приводит к уменьшению вклада зернограничной деформации и росту вклада ПЗ при подсолидусных температурах, при этом вследствие стабилизации размера зерна уменьшает вклад внутризеренной деформации в общее удлинение; отметим, что по данным ПЭМ на границах зерен часто присутствуют данные частицы, они сдерживают миграцию границы и могут ограничивать ЗГС; 2) при переходе с начальной стадии деформации к стадии устойчивого течения наблюдается рост вклада зернограничного скольжения; 3) вклад зернограничного скольжения в общую деформацию растет в присутствии цинка и при уменьшении температуры деформации от подсолидусной 0.97Тпл до 0.87Тпл; 4) авиали с когерентными частицами $L1_2$-фазы размером 11 нм, обеспечивающими средний размер зерна ~4 мкм, демонстрируют развитое ЗГС с вкладом более 50% общей деформации образца.

5.2.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры

В сплаве Al4.9Mg0.7Mn0.2Cr с матричным типом структуры уменьшение температуры деформации приводит к увеличению вклада ЗГС и уменьшению доли ПЗ (Таблица 5.1). Для анализа влияния температуры на соотношение действующих механизмов сравнивали эволюцию структуры сплава-аналога Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr с размером дисперсоидов ~45 нм при двух температурах 0.87 (460 °C) и 0.96 Тпл (540 °C) на начальной стадии и после предварительной деформации 0.69 (скорость предварительной деформации 1×10^{-2} c^{-1} и температура 540 °C, обеспечивающие условия максимальных m и δ). Средний размер зерна в сплаве после деформации 0.69 составил 6.5±0.5 мкм и сохранился при дальнейшей деформации при обеих температурах, что нивелирует влияние температуры на размер зерна.

При обеих температурах происходят развороты зерен и смещения маркерных линий на ГЗ, признаки смены соседей зерен, в том числе вне плоскости с появлением новых зерен (зерно X) и смещением зерен с поверхности вглубь образца (зерно Y) (рис.5.29, 5.30). Расстояние между линиями сетки в теле зерен увеличивается и формируются ПЗ у поперечных границ, при этом внутризеренная деформация и ПЗ более выражены при 540 °C. Анализ эволюции линий сетки показывает, что с повышением температуры деформации средние значения вклада ЗГС уменьшаются с 40-50% до 30%, ВДС увеличиваются с 20 до 40%, вклад полосчатых зон растет с 7-18% до 19-25% (Таблица 5.2). Таким образом, вклад ЗГС уменьшается с повышением температуры и в псевдоматричных сплавах, при одновременном росте внутризеренной деформации как за счет деформации тела зерна, так и за счет образования широких ПЗ.

Таблица 5.2 – Средние значения вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации сплавов с псевдоматричным типом структуры

Сплав	Размер зерна, мкм	Деформация 0/0.69+ (e)	Зернограничное скольжение		Внутризеренная деформация		Полосчатые зоны	
			$e_{ЗГС}$	$\gamma_{ЗГС}$,%	$e_{ВДС}$	$\gamma_{ВДС}$,%	$e_{ПЗ}$	$\gamma_{ПЗ}$,%
Al4.8Mg 0.6Fe1Ni 0.6Mn 0.15Cr 0.1Zr	460°C (0.87Тпл) $1\times10^{-2}c^{-1}$							
	3.9±0.3	0.15	0.08±0.01	53±7	0.039±0.001	26±1	0.01±0.003	7±9
	4.3±0.3	0.33	0.19±0.03	58±9	0.071±0.003	22±1	0.03±0.02	10±6
	5.3±0.5	0.52	0.28±0.03	54±8	0.116±0.002	21±1	0.09±0.02	17±4
	6.5±0.5	$0.69_{(540)}$+0.30	0.12±0.01	40±8	0.07±0.01	23±3	0.04±0.003	13±3
		$0.69_{(540)}$+0.66	0.29±0.02	44±3	0.18±0.03	27±5	0.08±0.003	12±1
		$0.69_{(540)}$+0.73	0.39±0.05	53±7	0.20±0.05	27±7	0.13±0.002	18±1
	540°C (0.96Тпл) $1\times10^{-2}c^{-1}$							
	4.9±0.5	0.16	0.04±0.01	22±7	0.062±0.006	39±4	0.030±0.004	19±3
	5.3±0.4	0.22	0.05±0.01	23±8	0.085±0.005	39±2	0.046±0.006	21±3
	5.5±0.4	0.26	0.07±0.01	27±4	0.129±0.007	49±3	0.051±0.008	20±3
	6.5±0.5	0.69+0.16	0.03±0.01	20±6	0.06±0.01	38±4	0.04±0.004	25±3
		0.69+0.36	0.07±0.02	19±5	0.14±0.03	38±8	0.09±0.009	25±3
Al4Mg4 Zn3.5Ni 0.3Cr	440 °C (0.92 Тпл) 2×10^{-3} c^{-1}							
	9±1	0.69+0.19	0.11±0.02	58±9	0.01±0.01	5±5	0.04±0.01	21±5
		0.69+0.41	0.20±0.03	49±7	0.04±0.03	10±7	0.12±0.02	29±5
		0.69+0.53	0.27±0.06	51±8	0.11±0.05	21±9	0.16±0.04	30±8
Al4.8Mg 0.9Fe 0.9Ni 0.2Zr 0.1Sc / прокатка	460°C (0.87Тпл) / $1\times10^{-2}c^{-1}$							
	3.0±0.1	1.03+0.18	0.08±0.01	44±6	0.054±0.006	30±3	0.06±0.01	33±6
		1.03+0.30	0.12±0.01	40±3	0.090±0.004	30±2	0.10±0.02	33±7
	460°C (0.87Тпл) / $6\times10^{-2}c^{-1}$							
	2.7±0.1	1.03+0.17	0.06±0.01	35±6	0.085±0.006	50±4	0.04±0.01	24±6
		1.03+0.23	0.08±0.01	35±4	0.106±0.005	46±2	0.09±0.01	22±4
Al4.8Mg 0.9Fe 0.9Ni 0.2Zr 0.1Sc / ВИК	460°C (0.87Тпл) / $1\times10^{-2}c^{-1}$							
	2.9±0.2	0.69+0.19	0.10±0.01	53±5	0.035±0.005	18±3	0.05±0.01	26±5
	3.4±0.3	0.69+0.30	0.15±0.02	50±6	0.048±0.004	16±1	0.08±0.02	27±7
	3.7±0.3	0.69+0.44	0.23±0.03	52±7	0.077±0.007	18±2	0.13±0.02	29±4
	4.0±0.3	0.69+0.68	0.37±0.05	54±7	0.131±0.004	19±1	0.18±0.03	26±4
	460°C (0.87Тпл) /$6\times10^{-2}c^{-1}$							
	2.7±0.2	0.69+0.19	0.09±0.01	47±5	0.046±0.004	24±2	0.06±0.01	31±5
	3.1±0.3	0.69+0.28	0.13±0.02	46±7	0.067±0.004	24±1	0.08±0.01	29±4
	3.3±0.3	0.69+0.45	0.20±0.03	44±7	0.117±0.005	26±1	0.13±0.02	29±4
	3.5±0.3	0.69+0.62	0.28±0.05	45±8	0.156±0.016	25±3	0.18±0.03	29±5
Al4Mg 4Zn1Cu3 3Ni0.25 Zr	480°C (0.97Тпл) / 2×10^{-3} c^{-1}							
	4.5±0.4	0.69+0.25	0.10±0.01	40±4	0.051±0.002	20±1	0.08±0.02	32±6
		0.69+0.40	0.18±0.03	45±8	0.085±0.004	21±1	0.13±0.03	33±8
		0.69+0.64	0.28±0.03	44±6	0.129±0.003	20±1	0.20±0.05	31±8
	440 °C (0.92Тпл) / 2×10^{-2} c^{-1}							
	3.5± 0.2	0.69+0.21	0.09±0.004	43±2	0.080±0.004	38±1	0.04±0.01	19±5
		0.69+0.39	0.17±0.02	44±5	0.158±0.005	39±1	0.08±0.02	20±5
		0.69+0.58	0.26±0.03	45±5	0.213±0.003	35±1	0.11±0.03	19±5
	440 °C (0.92Тпл) / 2×10^{-1} c^{-1}							
	1.8± 0.2	0.69+0.41	0.19±0.02	46±5	0.17±0.01	41±2	0.05±0.03	12±7
		0.69+0.67	0.34±0.04	51±5	0.29±0.04	43±5	0.07±0.02	12±6

Крупные частицы Al_9FeNi эвтектического происхождения, находясь в теле зерна разворачиваются и скользят вместе с зернами, а располагаясь на границах зерен и в тройных стыках становятся местами сдвига по межфазным границам зерно-частица [82]. Влияние частиц Al_3Ni с f_e=0.08 и средним размером 1.3 мкм на соотношение механизмов деформации (при 440 °C и 2×10^{-3} c^{-1}) можно проанализировать на примере сплава Al-4Mg-

4Zn-0.2Cr с 3%Ni (рис. 5.31). Данные сплава-сравнения без Ni со структурой матричного типа в Таблице 5.1.

Развороты зерен имеют случайный характер с углами до 25° в сплаве без Ni и до 35° в сплаве с Ni. Крупные частицы обеспечивают рост вклада ЗГС с 35 до 50-60% и снижение вклада внутризеренной деформации (таблица 5.2). Вклад ПЗ в общую деформацию менее 20% в сплаве без Ni, и до 40% в сплаве с Ni. Внутризеренная дислокационная ползучесть и диффузионный массоперенос приводят к росту зерен в продольном направлении, наиболее выраженном в сплаве без Ni, что согласуется с анализом микроструктуры объема образцов.

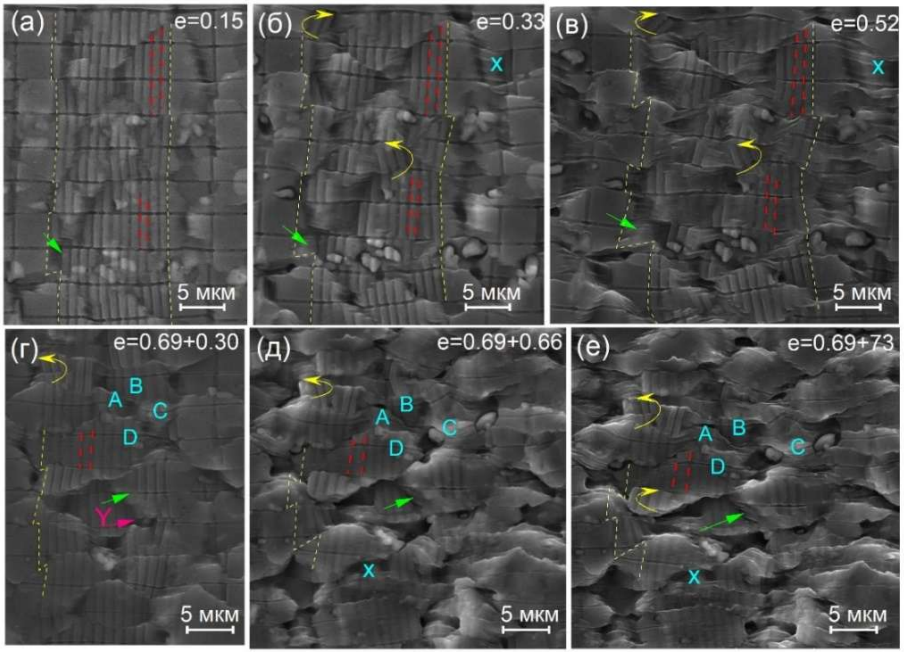


Рисунок 5.29 – Эволюция поверхности образца (а-в, 0+) (г-е, 0.69+) при температуре 460 °С и скорости 10^{-2} $с^{-1}$ сплава Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr, (г-е) подвергнутого предварительной деформации 0.69 при температуре 540 °С; желтые линии – смещения, желтые стрелки развороты зерен; красные линии – деформация тела зерен; зеленые стрелки – ПЗ

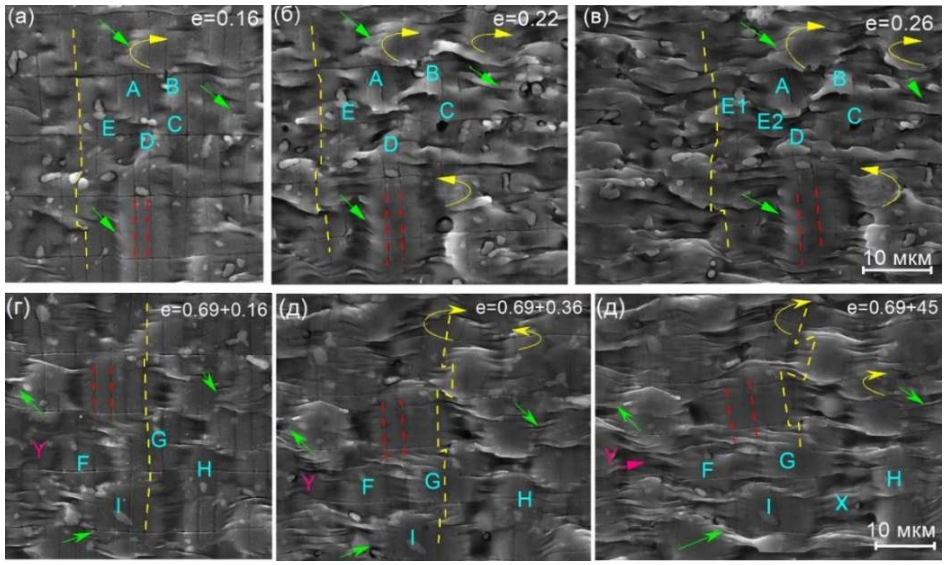


Рисунок 5.30 – Эволюция поверхности образца (а-в, 0+) (г-е, 0.69+) при температуре 540 °С и скорости 10^{-2} $с^{-1}$ сплава Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr (г-е) подвергнутого предварительной деформации 0.69 при температуре 540 °С; желтые линии – смещения, желтые стрелки развороты зерен; красные линии – деформация тела зерен; зеленые стрелки – ПЗ

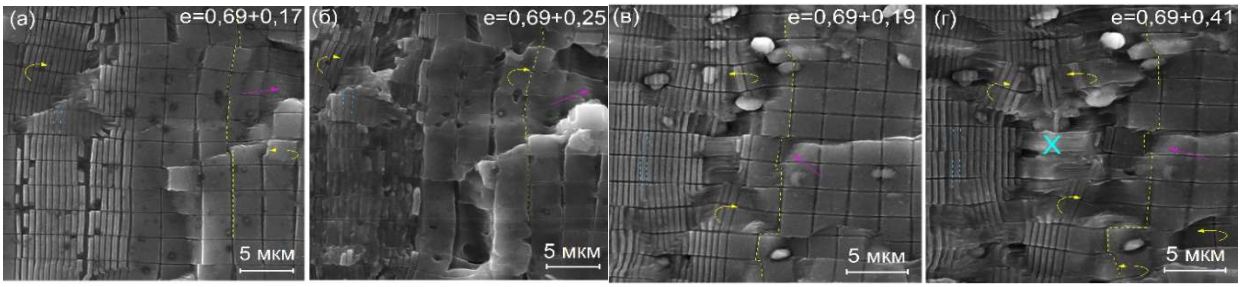


Рисунок 5.31 – Эволюция структуры поверхности сплавов (а,б) Al-Zn-Mg-Cr, (в,г) Al-Zn-Mg-Ni-Cr с маркерными сетками после деформации при температуре 440 °С и скорости $2\times10^{-3}c^{-1}$[99]

Таким образом, частицы Al_3Ni размером около 1 мкм стимулируют ЗГС, что может быть результатом некоторого уменьшения среднего размера зерен и увеличения границ раздела - присутствия межфазных границ. Удельная поверхность раздела увеличивается примерно на 30% при формировании в сплаве 8% частиц указанного размера.

Влияние $L1_2$ дисперсоидов (размером 9-12 нм) можно проанализировать на примере двух псевдоматричных сплавов Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc с Al_3(Sc,Zr) и Al-4Mg-4Zn-0.8Cu-3Ni-0.28Zr с Al_3Zr фазой, имеющих размер зерна 3-4 мкм и наилучшие показатели. Для магналия сравнивали эволюцию структуры при температуре 0.87Тпл (460 ℃) и двух скоростях 1×10^{-2} и 6×10^{-2} c^{-1} для образцов, полученных прокаткой и ВИК (Таблица 5.2). Для формирования зеренной структуры образцы предварительно деформировали до e=1.0 для прокатанного и e=0.69 для кованого. В прокатанном образце при деформации в интервале e=0.69-1.0 сетка размывается в результате интенсивной внутризеренной деформации и определить соотношение вкладов механизмов деформации не удается [89,117].

Вращение зерен и смещение линий сетки идут во всех случаях (желтые стрелки и линии на рис. 5.32, 5.33). Максимальный угол разворота зерен 20°. Смена соседей зерен в прокатанном образце наблюдается при 1×10^{-2} c^{-1} и при обеих скоростях в кованом образце (см. зерна, обозначенные буквами на рис. 5.32, 5.33). В процессе деформации в прокатанных образцах наблюдали признаки деления зерен (зерно В на рис. 5.32), что согласуется с протеканием динамической рекристаллизации. Узкие ПЗ формируются у поперечных границ зерен, но, как и в авиалях с матричным типом структуры, их доля мала, особенно по сравнению с таковыми в сплавах с более крупным зерном, сверхпластичных при подсолидусных температурах 0.95-0.97$Т_{пл}$.

Вклад ЗГС значительный и составляет ~30-40% в прокатанных сплавах и 45-55% в сплавах подвергнутых ВИК, значения уменьшаются с ростом скорости деформации с 1×10^{-2} до $6\times10^{-2}c^{-1}$ (таблица 5.2). Вклад дислокационной ползучести растет с увеличением скорости деформации, обеспечивая 30% деформации при 1×10^{-2} c^{-1} и 50% при 6×10^{-2} c^{-1} в образце, полученном прокаткой. Примерно вдвое меньшие значения имеют полученные

ВИК образцы из-за большей доли ВУГ. Деформация, локализованная в ПЗ достигает 30% при 1×10^{-2} $с^{-1}$ и закономерно ниже - 20% при более высокой скорости 6×10^{-2} $с^{-1}$ [117].

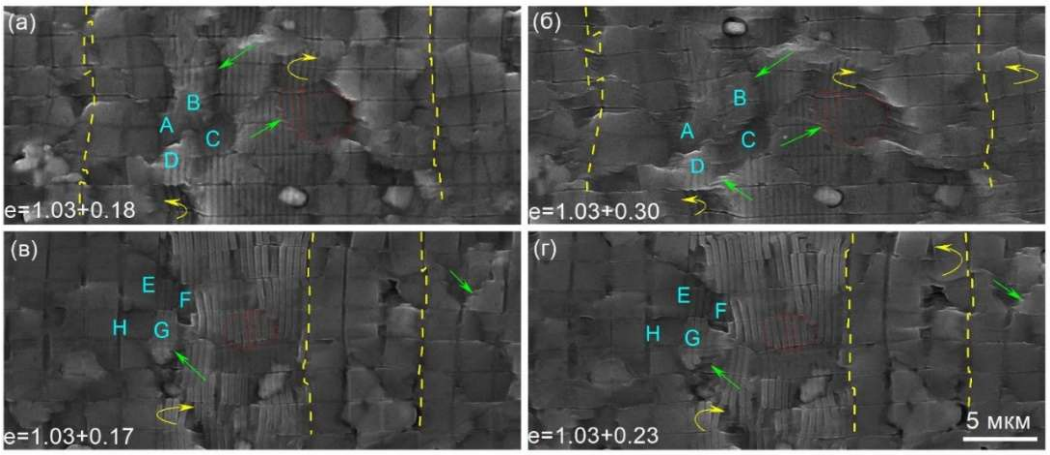


Рисунок 5.32 - Эволюция линий сетки в сплаве Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc, полученном прокаткой при СПД со скоростью (а,б) 1×10^{-2} $с^{-1}$ и (в-г) 6×10^{-2} $с^{-1}$ [89]

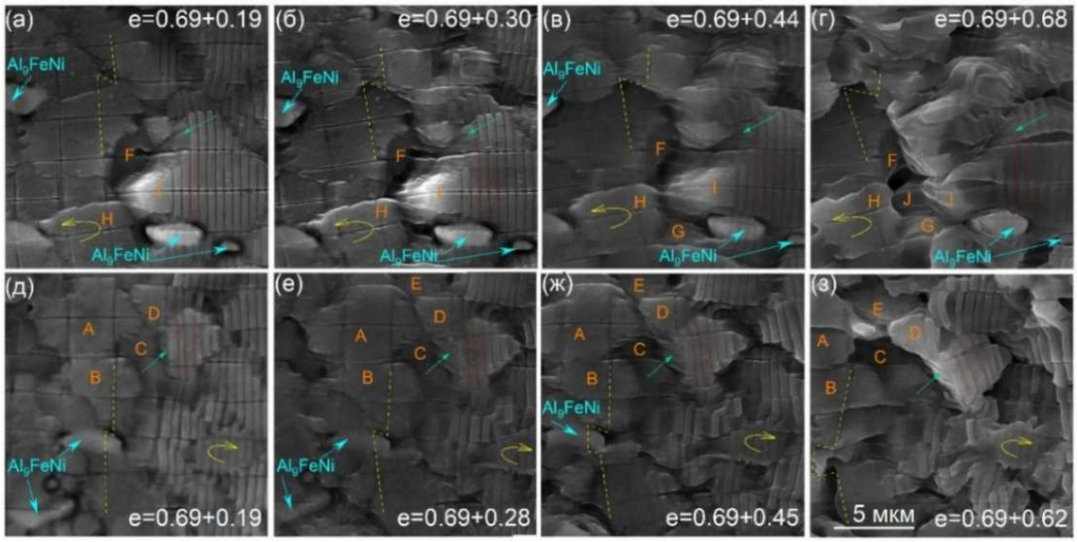


Рисунок 5.33 - Эволюция линий сетки в сплаве Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc полученном ВИК при СПД со скоростью деформации (а–г) 1×10^{-2} $с^{-1}$и (д–з) 6×10^{-2} $с^{-1}$ [117]

Отметим, что псевдоматричные магналии с $L1_2$ дисперсоидами, особенно после ВИК, обеспечивающей доминирование ВУГ, демонстрируют значительный вклад ЗГС (~50%) даже при высокоскоростной СПД. Обеспечивают развитие ЗГС малый размер зерна (~3-4 мкм) и дополнительные межфазные границы в присутствии крупных частиц эвтектического происхождения.

Сплав с цинком Al-(4-4.3)%Mg-(4-4.5)%Zn-(0.8-1)%Cu-(2.5-3.5)Ni-(0.22-0.28)%Zr сверхпластичен в широком диапазоне температур и скоростей деформации и позволяет проанализировать *влияние скорости деформации*, отличающееся на порядок ((1) 440 °С и 2×10^{-1} $с^{-1}$ (2) 440°С и 2×10^{-2} $с^{-1}$ и (3) 480 °С и 2×10^{-3} $с^{-1}$). Признаки ЗГС, смещения линий на ГЗ, развороты и смена соседей зерен выявлены при всех режимах деформации (рис. 5.34 и 5.35). Частицы Al_3Ni вращаются и скользят вместе с зернами (см. зерно Е и частицу внутри

на рис. 5.35а-в), поднимаются на поверхность. Смещения линий сетки при наибольшей скорости в образце с размером зерна 1.8 мкм наболее однородны, наблюдаются на каждой границе зерна (рис.5.34). Наблюдали деление зерен, появление новых зерен и частиц фазы Al_3Ni на поверхности при деформации (между зернами B и C).

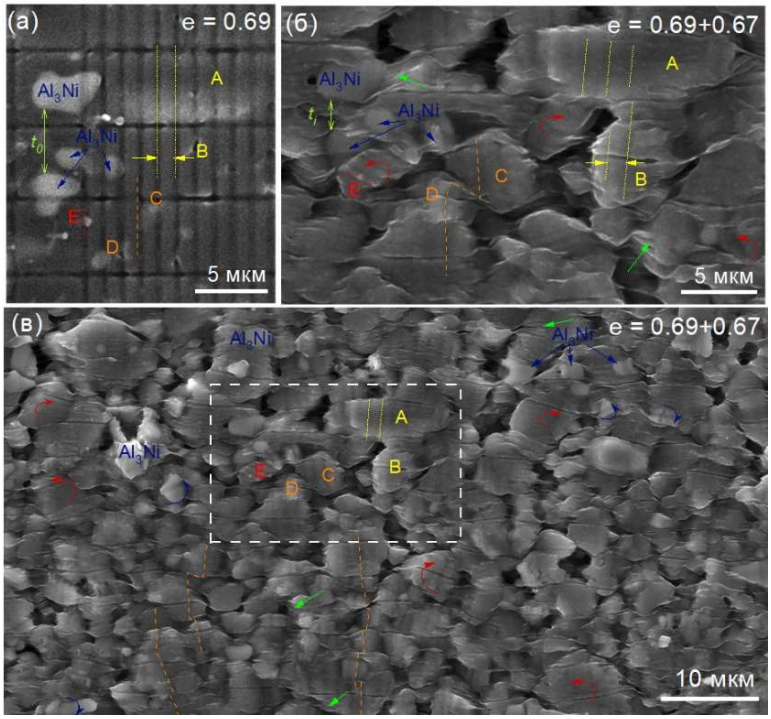


Рисунок 5.34 – Структура поверхности полированного образца с маркерной сеткой сплава Al–3.9Zn–4.1Mg–0.8Cu–2.8Ni–0.22Zr после СПД от (а) e = 0.69 (участок с исходной сеткой) до (б,в) e = 1.36 при 440 °C и 2×10^{-1} c^{-1} [115]

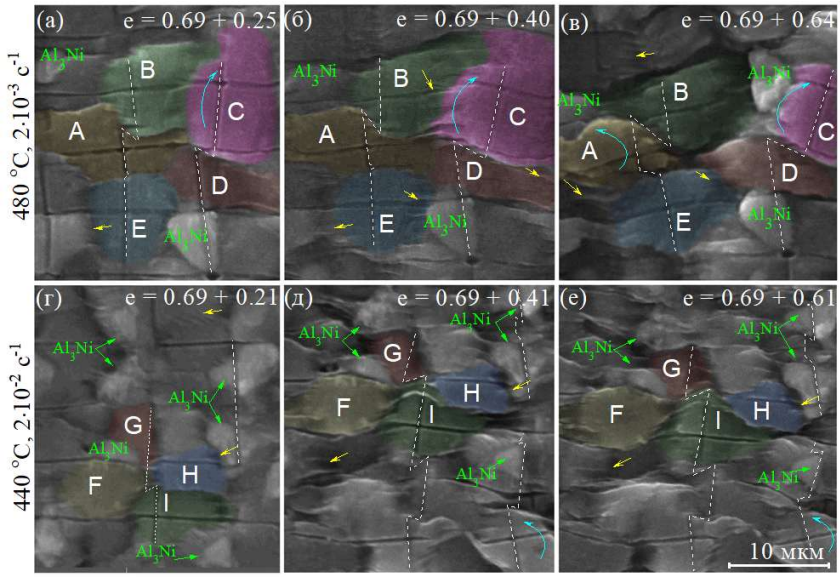


Рисунок 5.35 – Структура поверхности полированного образца с маркерной сеткой сплава Al-3.9Zn-4.1Mg-0.8Cu-2.8Ni-0.22Zr после СПД при 440°C /2×10^{-2} c^{-1} и 480 °C/ 2×10^{-3} c^{-1} [82]; параметры указаны на рисунке

Средний вклад ЗГС в общую деформацию 40-50%, вклад ВДС увеличивается с 20 до 40%, а ПЗ уменьшается с 30 до 12% с увеличением скорости деформации. Средний угол поворота зерен от 11° до 35° и увеличивается при уменьшении температуры и увеличении

скорости деформации, т.е. вклад разворотов зерен, как отдельной составляющей ЗГС, увеличивается с увеличением скорости деформации.

Таким образом, в полученных прокаткой сплавах с высокой долей $L1_2$-фазы трансформация структуры продолжается до значительных степеней деформации. Существенный вклад в этот процесс вносит механизм внутризеренного дислокационного скольжения/ползучести, что приводит к развитию динамической рекристаллизации и важности ее стимулирования крупными частицами. Эффект закономерно усиливается с увеличением скорости деформации. При этом сформированные зерна, окруженные ВУГ, обеспечивают действие ЗГС.

5.2.3 Анализ структуры приповерхностных слоев в области полосчатых зон

Важное значение для понимания протекающих при сверхпластической деформации процессов имеет природа полосчатых зон. Для анализа структуры приповерхностных слоев в области полосчатых зон проанализируем структуру в области разрезов, полученных ионным травлением (рис.5.36-5.38) [45,63,82]. ПЗ принадлежат одному или двум соседним зернам, т.е. чаще располагаются по обе стороны от границы, редко проходят по краю до границы зерна [45,63,82]. Практически всегда под данными зонами в магналиях обнаруживается граница зерна и зоны свободные от выделений, а угол наклона зон к плоскости поверхности менее 13° (рис.5.36). В сплаве 7475 зоны после деформации 1.59 (0.69+0.90) – часто следствие ЗГС вне плоскости и «всплывания» зерен из объема, рельеф поверхности более выражен и угол зон к плоскости достигает ~30° (рис.5.37).

В зонах зерен «исчезающих» с поверхности (X на рис. 5.36) между зернами N и T (рис. 5.37 б,г) оксидный слой формирует глубокие складки, собирается в гофры. Участок зерна X растворяется, а оксид на его поверхности, имея высокую температуру плавления, раствориться диффузионным путем не способен, он сохраняется на поверхности, формируя широкие ПЗ [63]. Границы зерна выявляются между зернами N, T, S и W (рис. 5.37 в) и не обнаружены в зерне S между недеформированной частью зерна и широкой полосчатой зоной. Напротив, полосчатая зона вблизи зерна R принадлежит отдельному зерну R1, появившемуся между e = 1.36 и 1.59 в результате внеплоскостного ЗГС [63].

Под складчатыми зонами выявлены ЗСВ, которые зачастую локализуются по обе стороны от границы зерна. Доля ЗСВ в объеме коррелирует с долей ПЗ на поверхности. Деформация, локализованная в ЗСВ,составляет 35-50 % от общей деформации для сплава с ~5%Mg и 20-30 % при 6.5-7.5%Mg и более мелким зерном или для сплавов с Zn.

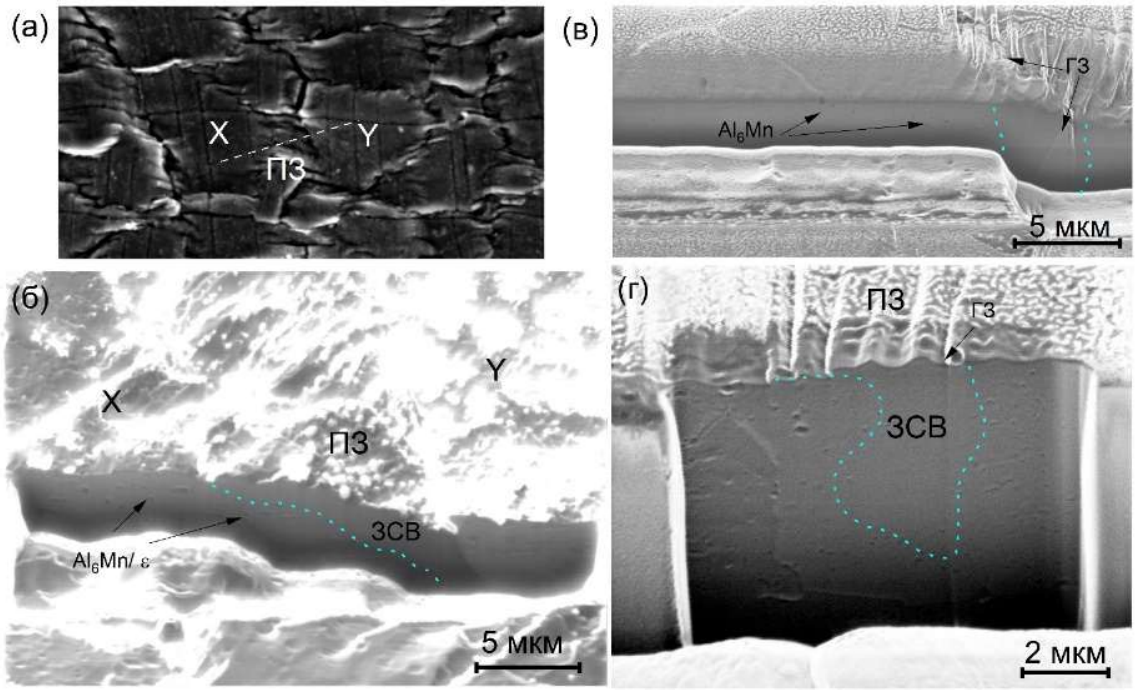


Рисунок 5.36 – (а) Структура поверхности образца в СЭМ после деформации и (в-г) структура приповерхностного объема в ионном микроскопе в зонах траншей, полученных ФИП в сплавах (а,б,г) Al-4.9Mg-0.6Mn-0.28Cr и (в) Al-5Mg-0.6Mn [45]

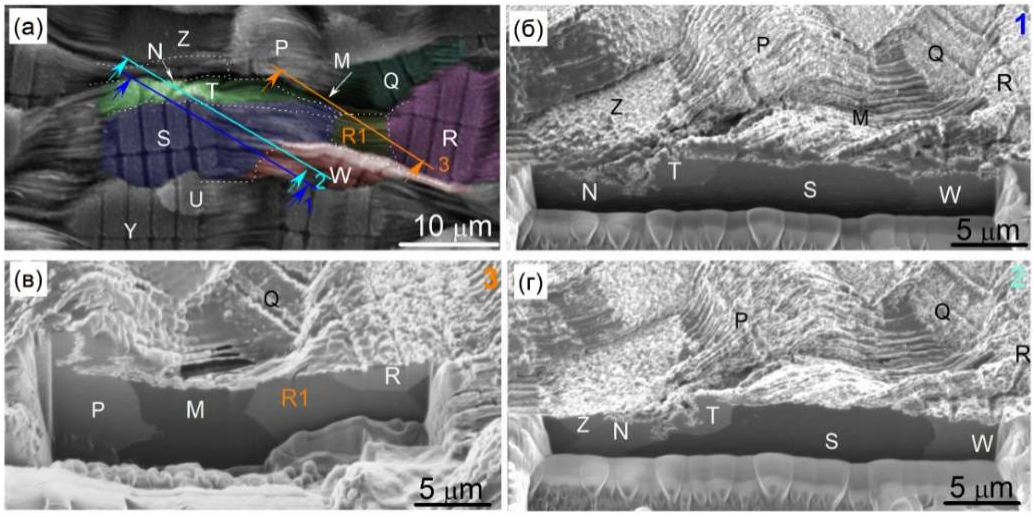


Рисунок 5.37 – (а) СЭМ-изображение во вторичных электронах поверхностной структуры после деформации 1.59 с указанием положений ФИП траншей и (б-г) изображения в ионном микроскопе разрезов (б) 1-1 и (г) 2-2 между зернами Z и W и (в) 3-3 между зернами P и R [63]

В псевдоматричном высокопрочном сплаве с Al_3Ni фазой в областях ФИП-разреза в области ПЗ также обнаруживаются ГЗ (зерно L на рис. 5.38б, зерно Q на рис. 5.38в, зерно I на рис. 5.38д). Аналогично сплаву 7475 появляются участки, которые принадлежат отдельному зерну, например, отдельное зерно X появляется между зернами M (L) и N (N1) на поверхности образца после значительной деформации.

Таким образом полосчатые зоны могут быть результатом: (1) аккомодационного действия диффузионной ползучести, (2) разворотов зерен вне плоскости с появлением на поверхности новой границы зерна и (3) подъема зерен из объема в результате интенсивного зернограничного скольжения. Новиков и Портной назвали полосчатые зоны

деформационными, так как такие зоны формируются только при деформации [4], а позднее более точно – диффузионными [261]. Анализом реплик поверхности деформированного сплава Zn-Al было показано, что угол наклона данных деформационных зон не превышает 60°, а в среднем составляет всего 12°, что свидетельствует о многофакторной природе их развития, которая не ограничивается зернограничным скольжением и выходом на поверхность свежей поверхности развернувшихся зерен. Средний угол выхода плоскости границ зерен на поверхность образца должен составлять 58° [4,11,292]. Прецизионные исследования приповерхностных слоев, выполненные Растом и Тоддом [10] на сплаве AA5083, подтверждают сделанные для Zn-22Al выводы и показывают, что зоны являются результатом аккомодации ЗГС диффузионной ползучестью, а их полосчатость - особенность роста оксида алюминия на ювенильной поверхности, формирующейся во время высокотемпературной деформации.

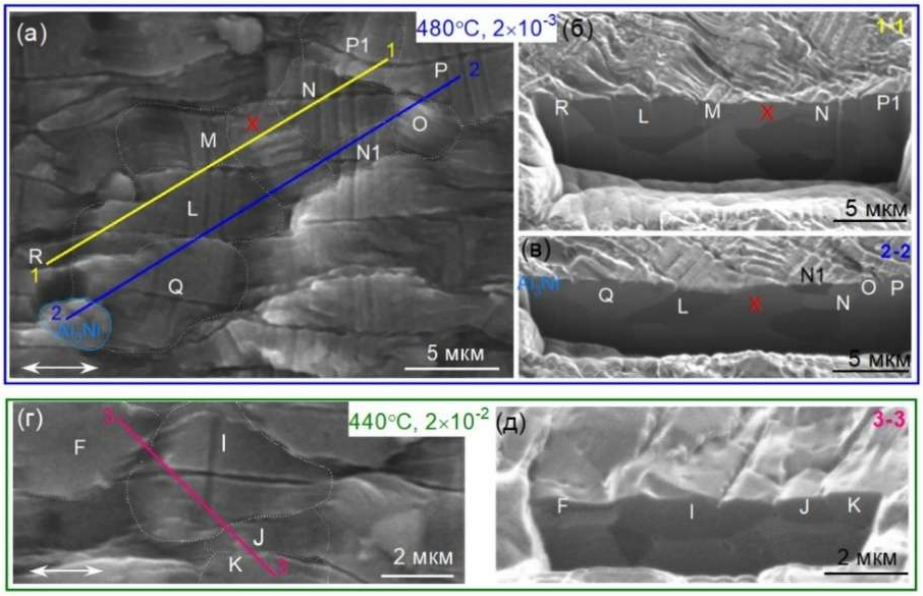


Рисунок 5.38 – СЭМ-изображения структуры поверхности Al–3.9Zn–4.1Mg–0.8Cu–2.8Ni–0.22Zr после деформации 1,3 протравленные ФИП (а, г), и изображения ФИП мест 1–1 (б), 2–2 (в) и 3– 3 (д); буквами обозначены одни и те же зерна в СЭМ-структурах и ФИП-разрезах [82]

Наши работы на алюминиевых сплавах подтверждают диффузионную природу формирования полосчатых зон в большинстве сплавов, особенно в магналиях, обнаруживая под ними зоны свободные от выделений. ПЗ в исследуемых сплавах есть результат кооперации ЗГС и диффузионного массопереноса. Оба процесса взаимозависимы согласно модели ползучести Лифшица. В наших работах обнаружено удлинение зерен вдоль оси деформации, что согласуется с указанной моделью. Сотудех и Бейт делают аналогичные выводы для AA5083 [9]. Сато и Масуда для ферритных сталей [11,292]. Явление смены соседей зерен, приводящее к всплыванию зерен на поверхность, выявлено для Al-Zn-Mg сплавов, но не характерно для Al-Mg сплавов, т.е. в высокопрочных сплавах больше

составляющая ЗГС в развитии указанных зон, а в магналиях – диффузионного массопереноса. На ускорение диффузии при СПД указано в ряде классических работ [293,294]. Избыток вакансий, обеспечивающих ускорение диффузионного массопереноса в состоянии подсолидусной сверхпластичности, косвенно подтверждает факт формирования при СПД в теле зерен Al-Mg сплавов геликоидальных дислокаций.

Скорость диффузионного массопереноса можно оценить по моделям Набарро-Херринга (диффузия по телу зерен) и Кобла (диффузия по ГЗ). Если оценить по модели Набарро-Херринга (уравнение 5.5) скорость деформации:

$$\dot{\varepsilon} = a \cdot D \cdot \sigma \cdot \Omega / (d^2 \cdot k \cdot T) \qquad (5.5),$$

для исследованных сплавов на основе алюминия при a – коэффициент ~10, σ ~ 5-7 МПа, d ~ 6-10 мкм, $\Omega = 1.2\times10^{-29}$ м^3, T ~810 K и коэффициент самодиффузии Al- D $\approx 8\times10^{-14}$ м^2/с. Оценка дает скорость деформации ~10^{-5}-10^{-4} с$^{-1}$, т.е. минимум на порядок ниже исследуемой.

Для модели ползучести Кобла:

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \boldsymbol{\delta} \cdot D_{ЗГ} \cdot \sigma \cdot \Omega / (D^3 \cdot k \cdot T) \qquad (5.6)$$

A – коэффициент ~141, $\boldsymbol{\delta}=10^{-9}$ м - ширина границы зерна, σ ~ 7 МПа, D ~ 6-10 мкм и коэффициент ЗГ самодиффузии $D_{ЗГ}\approx8\times10^{-10}$ м^2/с. Расчетные значения ближе к порядку исследуемой скорости деформации – 10^{-4}-10^{-3} с$^{-1}$, т.е. данная модель лучше описывает экспериментальные данные и допускает развитие диффузионного массопереноса при сверхпластическом течении путем зернограничной диффузии. При этом растворенные атомы влияют на состояние сверхпластичности, концентрацию вакансий, соотношение вкладов действующих механизмов деформации и могут менять используемые в расчетах параметры. Ввиду чего надо учитывать, что сделанный расчет для сплавов с гетерогенной структурой приблизителен.

5.2.4 Анализ влияния структурных факторов и температурно-скоростных условий деформации на соотношение вкладов действующих механизмов

Сопоставление вкладов действующих механизмов для наиболее представительных исследованных композиций приведено на рис.5.39а в виде треугольной диаграммы. Вследствие большого числа изучаемых параметров был применен корреляционный анализ с использованием коэффициентов корреляции Пирсона (r) (значимым параметр r принимали при уровне значимости p <0.05) (рис.5.39б). Анализ показал, что ЗГС ожидаемо значимо повышает уменьшение размера зерна (r = +0.5, p = 0.02). Менее ожидаемым является положительное влияние (рост вклада ЗГС) снижения температуры деформации с

подсолидусной 0.95-0.97 до 0.87-0.92Тпл и легирование цинком (r = +0.5, p = 0.01). Эффект проявляется в том числе при сравнении сплавов с близким размером зерна. Наблюдается слабая положительная корреляция ЗГС с деформацией (r = +0.4, p = 0.05).

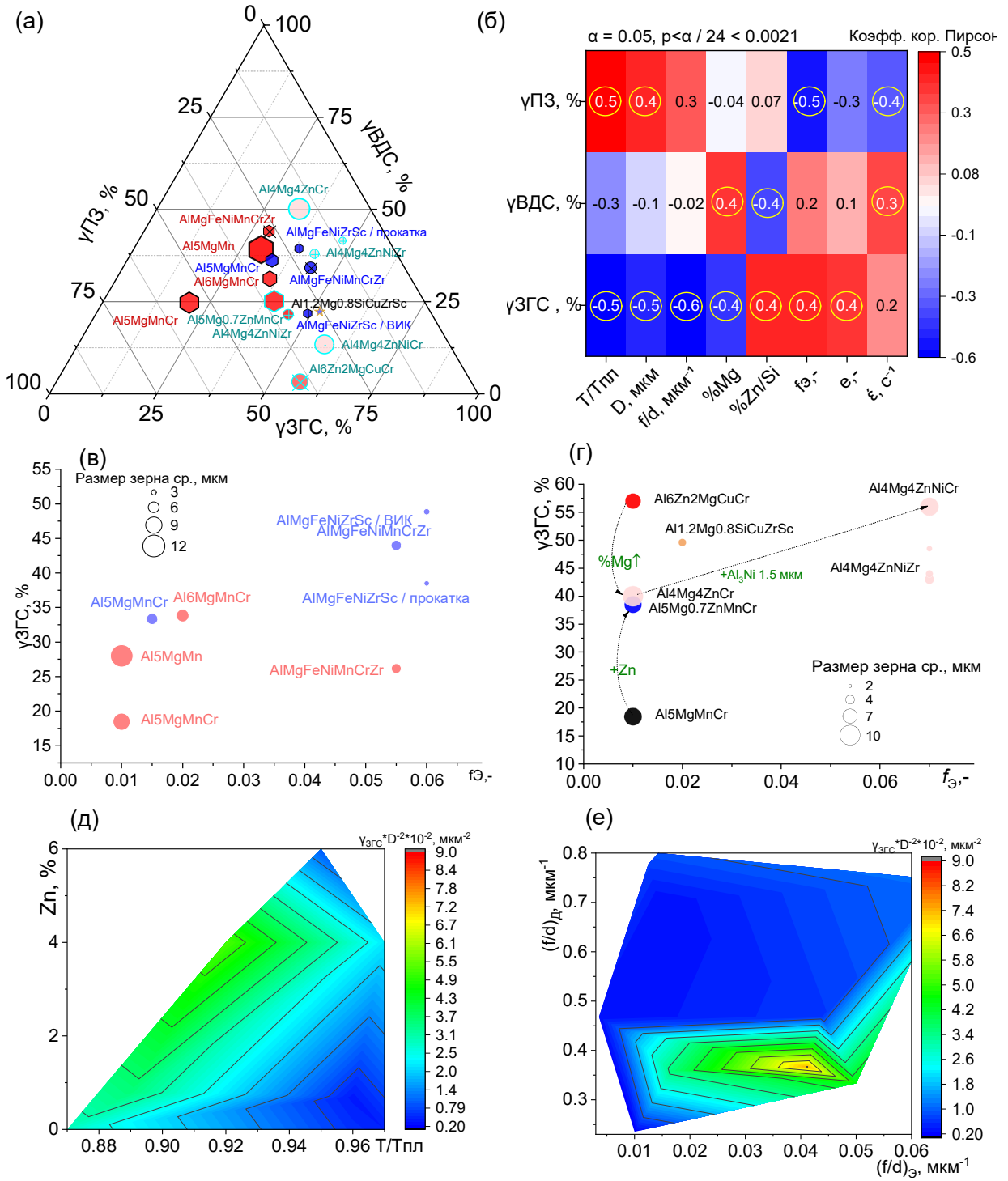


Рисунок 5.39 – Диаграмма соотношения вкладов механизмов СПД в алюминиевых сплавах (цвет символа – гомологическая температура, размер символа – размер зерна, геометрия символа – система легирования), (б) тепловая диаграмма с данными корреляционного анализа Пирсона (красные ячейки: положительная корреляция (рост параметра → рост вклада механизма), синие ячейки отрицательная корреляция (рост параметра → снижение вклада), (в,г) зависимость нормированного значения ЗГС от (д) %Zn и гомологической температуры и (е) параметров частиц вторых фаз

Влияние параметра $(f/d)_d$ для дисперсоидов, пропорционального сдерживающей силе Зинера, значительно: $r = –0.5$, $p = 0.006$. Прослеживается снижение ЗГС при высокой плотности частиц размером 45-47 нм ($f/d > 0.5$ мкм$^{-1}$) в сплавах с марганцем и хромом. Дисперсоиды фазы $Al_6(Mn,Cr)$, оказываясь на ГЗ ограничивают ЗГС.

Рост $(f/d)_e$ для крупных частиц наоборот, увеличивает ЗГС, так как они вносят межфазные границы, ускоряют формирование ВУГ. Нормирование вклада ЗГС на квадрат размера зерна подтверждает корреляцию с температурой деформации, составом твердого раствора и параметрами частиц (рис.5.39в-д).

Увеличение размера зерна ($r = +0.6$, $p = 0.002$), содержания магния в сплавах, температуры деформации ($r = +0.6$, $p = 0.005$) и $(f/d)_d$ ($r = +0.6$, $p = 0.004$), а также уменьшение скорости деформации ($r = –0.5$, $p = 0.02$) и $(f/d)_e$ ($r = –0.5$, $p = 0.01$) приводят к увеличению доли ПЗ, т.е. роли диффузионной ползучести при деформации.

Второй аккомодационный механизм, дислокационная ползучесть, а возможно и вязкое скольжение дислокаций с атмосферами Mg также важен. Вклад дислокационной ползучести статистически значимых линейных зависимостей от исследованных параметров не выявляет ($p \geq 0.05$), значение слабо увеличивается с ростом зерна, снижением температуры и повышением скорости деформации. Важное значение данный механизм имеет в сплавах с высокой долей $L1_2$ дисперсоидов при повышенных скоростях деформации. Только в высокопрочных сплавах с повышенным содержанием цинка типа AA7475 с микрозеренной структурой ~8 мкм, стабилизированной ε-$Al_{18}Mg_2Cr_3$ дисперсоидами, дислокационная ползучесть не развита, в чем есть и негативный эффект – недостаточность аккомодационных механизмов при развитом ЗГС приводит к высокой остаточной пористости. Рост содержания магния в сплавах данного типа ограничивает ЗГС и увеличивает вклад внутризеренной дислокационной ползучести, что снижает остаточную пористость.

Наименьший вклад ЗГС обнаружен в Al-Mg сплавах с размером зерен 6-10 мкм с 5%Mg, при подсолидусных температурах деформации. Первая причина менее развитого ЗГС магналиях заключается в формировании ЗГ сегрегаций атомов Mg и устойчивых кластеров между атомами магния и алюминия, повышающих пороговое напряжение ЗГС [254,264,280,282]. Дополнительно уменьшает ЗГС присутствие хрома в сплавах Al-Mg-Mn из-за уменьшения размера и роста доли дисперсоидов ($Al_6(Mn,Cr)$/ε-фазы, d=40-50 нм). Данные частицы при $f/d > 0.5$ мкм$^{-1}$ эффективно сдерживают миграцию границ, что согласуется с результатами анализа ВТ (Глава 3) и за счет роста стабильности размера зерен обеспечивают рост удлинений. Однако, несмотря на более мелкое зерно, при таком соотношении f/d вклад ЗГС уменьшается, особенно на начальной стадии деформации.

Ввиду подсолидусной температуры деформации 0.95-0.97Тпл ЗГС компенсируется развитием диффузионного массопереноса, в результате которого формируются ЗСВ у поперечных границ зерен и ПЗ на поверхности [45,63,82].

Уменьшение размера зерна и рост доли ВУГ за счет структурных или технологических подходов ожидаемо увеличивает вклад ЗГС в общую деформацию, что согласуется с классическими представлениями о сверхпластичном состоянии. Менее ожидаемыми являются влияние температуры и содержания цинка.

Рост вклада ЗГС за счет уменьшения температуры деформации с 0.95-0.97Тпл до 0.87Тпл для сплавов с одинаковым размером зерен можно объяснить уменьшением скорости диффузии, что приводит к ограничению диффузионного массопереноса, а напряжение при деформации вероятно превышает пороговое для ЗГС и его вклад увеличивается.

Следующий фактор - цинк, который как и Mg, сегрегирует на ГЗ, но в отличие от Mg ускоряет ЗГ диффузию, снижает пороговое напряжение для ЗГС и облегчает межзеренную деформацию [280,295]. В результате добавка около 1 % цинка приводит к улучшению показателей сверхпластичности магналиев и авиалей как с матричной, так и с псевдоматричной структурой. Результаты согласуются с поведением наноструктурированных сплавов с повышенным содержанием цинка, демонстрирующих низкотемпературную сверхпластичность [259,296]. По данным атомистического моделирования аналогом цинка является кремний [295]. Действительно, полученные данные по анализу эволюции структуры поверхности сплавов с кремнием и цинком свидетельствуют о развитом ЗГС.

Интенсивное образование ПЗ и ЗСВ - особенности сплавов с размером зерна 6-10 мкм, в которых ЗГС сопровождается диффузионным массопереносом. В сплавах с размером зерна ~2-4 мкм сверхпластичность проявляется при меньших температурах деформации, вклад ЗГС в общее удлинение значительно увеличивается, а полосчатые зоны слаборазвиты и являются следствием разворотов зерен вне плоскости, как и в ультрамелкозернистых сплавах [115,297,298]. При этом когерентные матрице выделения $L1_2$-фазы эффективны с точки зрения стабилизации структуры в разных системах легирования и не проявляют признаков сдерживания ЗГС в их присутствии в исследуемых сплавах и температурно-скоростных условиях деформации.

Основная функция крупных частиц эвтектического происхождения заключается в стимулировании динамической рекристаллизации и быстром увеличении доли ВУГ, критичном при повышенных скоростях деформации. Дополнительно частицы обеспечивают межфазные поверхности, стимулируя ЗГС и увеличивая его вклад в общее

удлинение. В итоге сплавы с бимодальным распределением частиц по размерам и повышенным содержанием магния и цинка демонстрируют около 50% вклад ЗГС при скоростях деформации до 10^{-1} $с^{-1}$, т.е. в условиях высокоскоростной сверхпластичности.

При получении большинства деталей СПФ деформация зачастую значительно меньше 1.1, т.е. в таких условиях структура сплавов с высокой долей $L1_2$-фазы останется не полностью рекристаллизованной, деформация будет идти как за счет ЗГС, так и дислокационных механизмов и будет сопровождаться динамической рекристаллизацией, что усиливается с ростом скорости деформации. В структуре сохранится повышенная плотность дислокаций и доля МУГ, что должно увеличить прочностные свойства. Недостаток динамически-рекристаллизующейся структуры – повышенное напряжение течения, а значит большее давление газа при СПФ, а также непрерывное снижение напряжения в результате динамической рекристаллизации осложняет определение режимов формовки деталей сложной геометрии и обеспечение равномерности толщины. В полученных ВИК сплавах с $L1_2$-фазой ЗГС доминирует уже при малых деформациях и обеспечивает меньшее сопротивление деформации.

5.3 Анализ изменений структуры при сверхпластической деформации микродуплексных сплавов

5.3.1 Эволюция зеренной и дислокационной структуры латуней

Для двухфазных латуней оптимальная температура и скорость СПД составляют ~550 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$, что соответствует максимуму показателя *m (*Глава 4) [124]. При данной температуре доля α и β фаз в пределах доверительного интервала одинаковая, т.е. α/β≈1/1, что обеспечивает наибольшую стабильность структуры и наиболее устойчивое течение при СПД [274]. Многокомпонентные сплавы демонстрируют меньшие напряжения течения и большие значения относительного удлинения при близких значениях *m* (Глава 4).

В процессе деформации происходит динамический рост зерен при сохранении объемной доли фаз. После деформации 1.1 средний размер зерна 9±1 мкм в двойной латуни, 8±1 мкм – в латунях с алюминием, и 7±1 мкм – в ЛЖМц59-1-1 и ЛАЖ60-1-1, что связано с наличием в сплавах не только алюминия, но и включений железа. Объемная доля α фазы 57 ± 6% в сплавах с Fe и (45-48) ± 8% в остальных сплавах. Размер зерен β-фазы после деформации определить анализом в световом микроскопе затруднительно, данная фаза темнеет после травления и границы зерен практически не идентифицируются.

Во время деформации в сплавах развиваются поры разветвленной формы на межфазных α/β границах (рис. 5.40), что считается следствием ЗГС в данных местах.

В сплавах с железом поры в 2-3 раза крупнее и часто расположены вблизи крупных

частиц фазы (Fe) [121,123]. После дефо рмации 0.69 остаточная пористость <0.6%, при e=1.35 - 4.4±0.6% в Cu-Zn и латунях с Al и Fe (рис. 5.40а-в,ж) и наименьшие значения 1.0±0.4% в сплавах с 0.4-1%Al (рис. 5.40г-е,ж). Легирование алюминием приводит к уменьшению объемной доли пор в разы, при незначительной разнице соотношения фаз и размера зерен. В сплавах с Fe, также содержится Al, но включения (Fe) инициируют зарождение пор при деформации, увеличивая остаточную пористость.

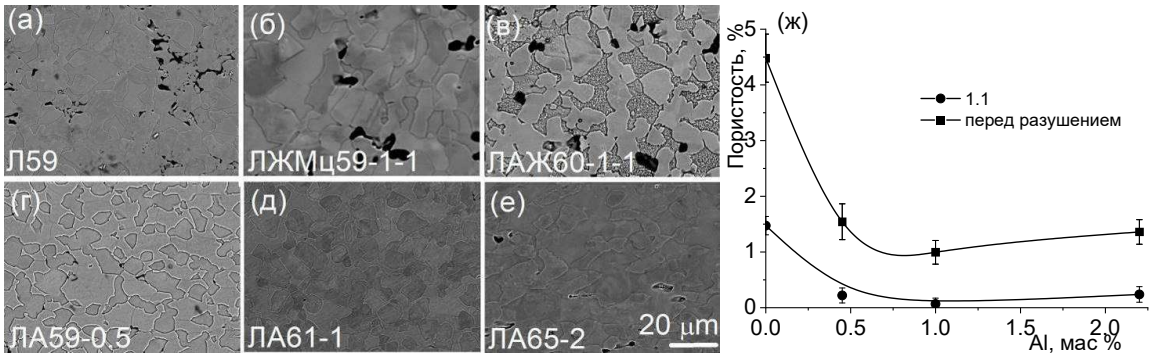


Рисунок 5.40 – (а-е) Микроструктура латуней перед разрушением после деформации при температуре 550 °С и скорости деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$ и (ж) зависимость доли пор от %Al [121,123]

С использованием ПЭМ проведен анализ *влияния алюминия* на дислокационную и зеренную структуру для сплавов Cu-Zn после отжига и СПД (рис.5.41,5.42) [122]. Отметим, что в обеих латунях при охлаждении с температуры отжига (или СПД) до комнатной в области 454-457 °С в β-фазе происходит упорядочение с формированием малопластичной β' фазы с типом структуры B2 (CsCl), что подтверждает характерный для антифазных границ дифракционный контраст (рис. 5.41в,е). При этом, во время СПД при 550 °С в равновесии находятся α-фаза и неупорядоченная пластичная β-фаза, т.е. упорядочение не влияет на процесс СПД, и далее условно будем называть β' фазу - β.

После 40 минут отжига (рис.5.41а,б) (соответствует времени выдержки и деформации 0.69) микроструктура представлена крупными зернами α и β-фаз размером в несколько микрометров с дислокациями в теле зерен и двойниками в α-фазе. Двойники имеют ширину от 0.1 до 0.4 мкм и наблюдаются после отжига только в α-фазе.

После деформации e~1.1 в теле зерен α-фазы формируются скопления и стенки из дислокаций (рис. 5.41ж,з). В ОЦК β-фазе происходят более существенные изменения – формируются ВУГ и наноразмерные двойники (рис.5.41г,д, 5.42).

Наблюдается кольцевая дифракция от ОЦК-фазы в исследуемой области диаметром 1 мкм после СПД [120,122]. Размер зерна β-фазы после деформации уменьшается с ~4-5 мкм до значений менее 1 мкм, т.е. УМЗ состояния. Обнаружено важное различие в размерах зерен β-фазы в сплавах Cu-Zn и Cu-Zn-Al. Размер фрагментов структуры в β-фазе варьируется в интервале 200-800 нм в двойной латуни (рис.5.41г), и 30-400 нм в латунях с

(0.4-1.1)%Al (рис. 5.41д, 5.42б). Ширина наноразмерных двойников (рис. 5.42б) – от ~4 до ~40 нм. Подобные нанодвойники образуются в латунях после ИПД [299,300]. В недеформированных головках образцов структура β-фазы не меняется и представлена свободными от дислокаций крупными зернами обеих фаз. Таким образом, указанные микроструктурные изменения в виде двойников и измельчения зерен свидетельствуют о действии динамической или постдинамической рекристаллизации [17,301–303] в ОЦК β-фазе при СПД латуней.

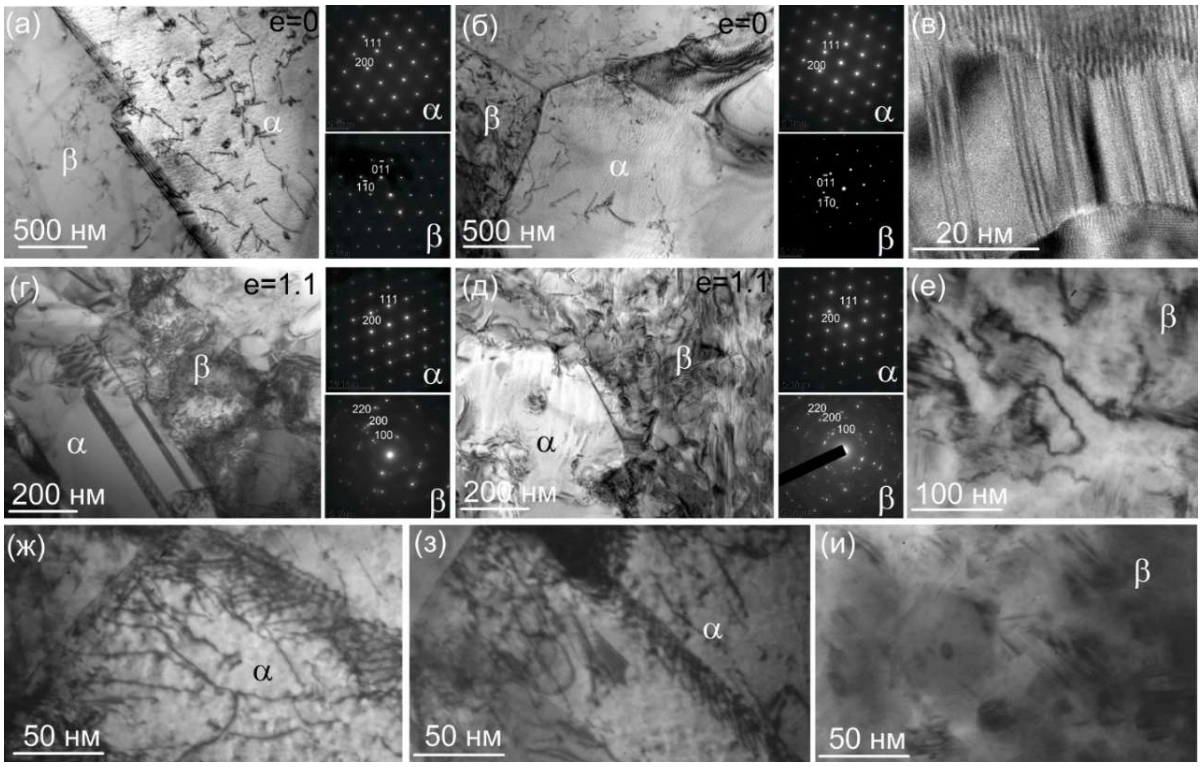


Рисунок 5.41 - Структура сплава (а, г,ж) Cu-40%Zn и (б-в, д-е, з-и) Cu-37.2%Zn-0.4%Al после (а-в) 40 минут отжига и (г-и) деформации 1.1 с постоянной скоростью 1×10^{-3} $с^{-1}$ при температуре 550 °С; (в)участки с упорядоченной структурой при высоком разрешении в β-фазе, (е) контраст антифазных границ; просвечивающий электронный микроскоп [120]

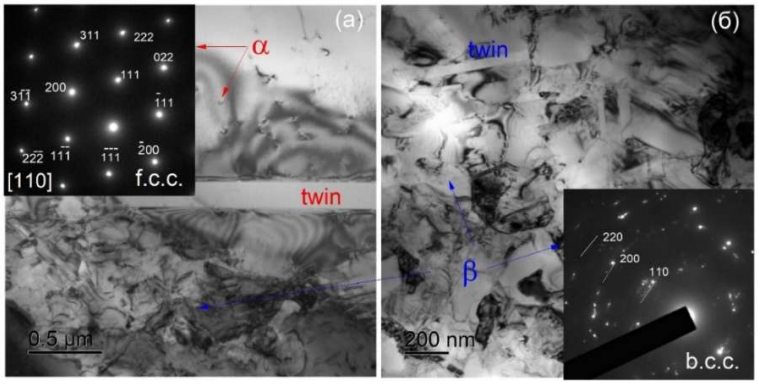


Рисунок 5.42 - Дислокационная структура образцов сплава Cu-Zn-1.1Al после деформации e=1.0 при температуре 550 °С и постоянной скоростью деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$ [122]

5.3.2 Эволюция структуры поверхности латуней

Эволюция структуры поверхности образцов с маркерными линиями при СПД в

интервале e~0.69-1.36 представлена на рисунках 5.43-5.45 в сравнении двойной латуни со сплавами с 0.4 и 1.1Al. Из-за разного содержания цинка в α и β фазах, ЭДА позволяет идентифицировать области, принадлежащие обеим фазам (рис.5.44,5.45) и выявить различия в их деформационном поведении.

В результате деформации происходят смещения линий сетки по границам зерен (выделены пунктирными линиями на рис.5.43-5.45) и развороты зерен (обозначены стрелками на рис.5.43,5.45). Межзеренная деформация развивается на границах α/β, но обнаружена и на границах α/α (см. синие стрелки на рис. 5.45). Зернограничные смещения на α/β границах и максимальный угол разворота зерен в двойной латуни больше, чем в латуни с добавкой алюминия.

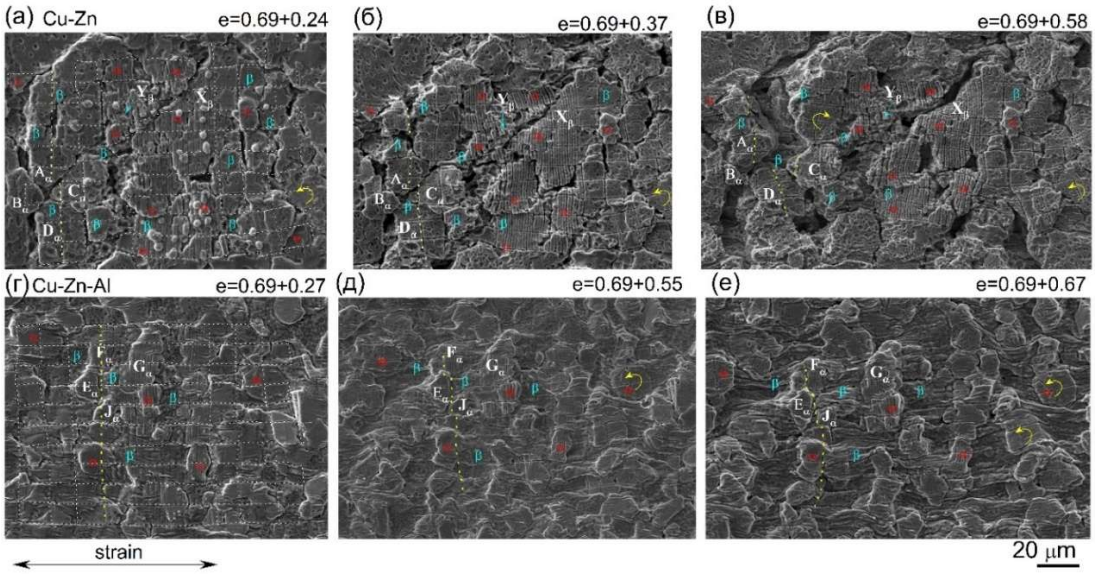


Рисунок 5.43 - Эволюция структуры поверхности в области маркерной сетки образцов сплавов (а-в) Cu-40%Zn и (г-е) Cu-37.2%Zn-0.4%Al при СПД с постоянной скоростью 1×10^{-3} $с^{-1}$ при температуре 550 °С; деформация с 0.69 до 1.27 в двойной латуни и до 1.36 в латуни с алюминием[120]

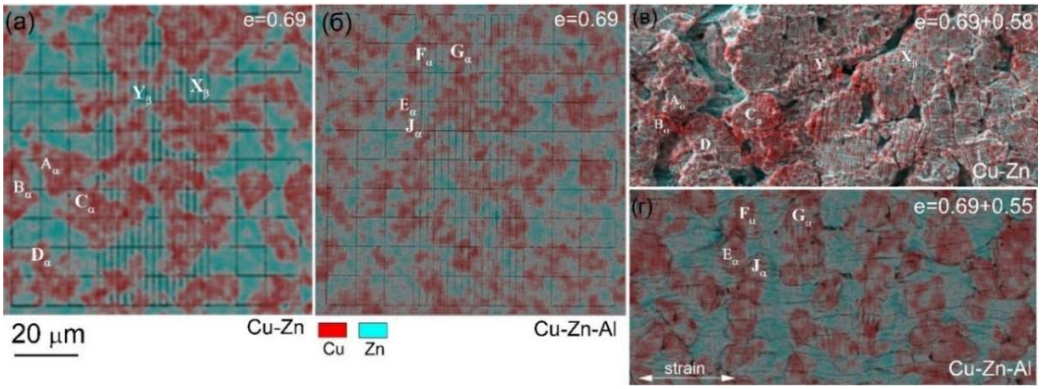


Рис.5.44 - Карты распределения элементов (меди и цинка) на поверхности образцов сплавов (а,в) Cu-40%Zn и (б,г) Cu-37.2%Zn-0.4%Al в области маркерной сетки; (а,б) исходное состояние после предварительной деформации 0.69 и (в,г) после деформации образца с сеткой на 0.58-0.55 [120]

Отличительной особенностью двойной латуни является развитие несплошностей вдоль межфазных границ, размер которых увеличивается с увеличением деформации

(темные участки на рис. 5.43а-в,5.45а-в). Скольжение зерен α-фазы, обозначенных буквами A, B, C, D, с прослойкой β фазы между ними и смещения на их границах можно проследить пошагово (желтая линия на рис.5.43 а-в, синяя на рис. 5.45а-в). После деформации до 0.37 зерна смещаются одно относительно другого, но сохраняют соседей (рис.5.43а,б, 5.45а,-в), а при 0.58 (рис.5.43в) происходит смена соседей зерен в результате существенной зернограничной деформации. Максимальный угол разворота зерна равен ~40° при увеличении деформации от 0.69 до ~1.3. Отметим, что деформация в областях β-фазы в двойной латуни неоднородна, одни зерна сохраняют морфологию и линии сетки даже при значительной деформации (зерно X на рис.5.43 а-в), другие сильно деформируются, что приводит к размытию линий (зерно Y на рис. 5.43 а-в).

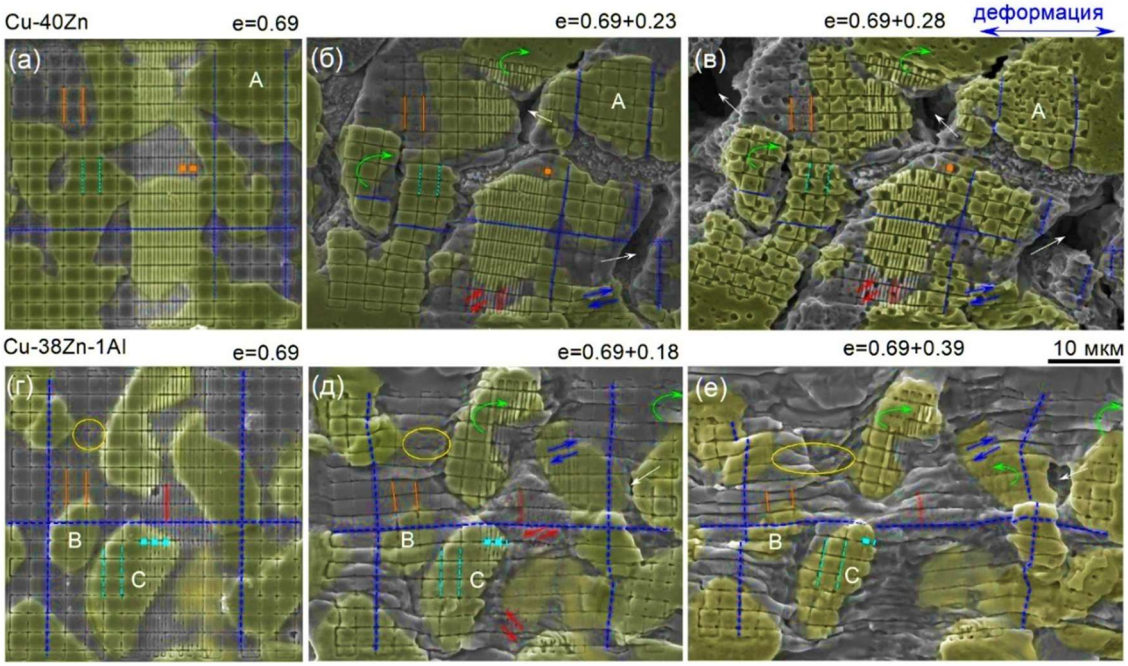


Рисунок 5.45 - Структура поверхности латуней (а–в) Cu–Zn и (г–е) Cu–Zn–1.1Al; (а, г) исходная полированная поверхность с сетками ФИП (после e = 0.69 и полировки); (а–в и г–е) те же участки после деформации; α-фаза окрашена в желтый цвет в соответствии с данными ЭДА [122]

В латунях с Al морфология поверхности качественно отличается (рис.5.43г-е, 5.45г-е). После деформации 0.27 происходит искривление линий сетки без значительных сдвигов по границам зерен. А при увеличении деформации в областях богатых цинком линии сетки полностью размываются, т.е. деформация локализуется в β-фазе. Признаков пористости практически не наблюдали. При этом искривление линий сетки в областях β-фазы и случайные повороты зерен (красные стрелки и линии на рис. 5.45) указывают на то, что ЗГС происходит и на границах β/β во всех сравниваемых сплавах.

Результаты количественного анализа межзеренной деформации по границам α/β и α/α и внутризеренной деформации в области α-фазы представлены в таблице 5.3. Из-за размытия значительного числа линий, определить вклад непосредственно внутризеренной

деформации в отдельных зернах β-фазы не удается. Деформация, локализованная в β-фазе в целом, обеспечивает около 20% удлинения для Cu-Zn и около 50% для латуней с Al.

Средний вклад зернограничного скольжения на границах α/β и α/α в общую деформацию образца в двойной латуни 60-75 %, тогда как в сплавах с 0.4-1.1%Al вклад ЗГС по границам зерен α/β и α/α составляет ~30-40 % от общей деформации. В теле зерен α-фазы выявлены признаки внутризеренной деформации, несколько участков демонстрируют признаки локализации деформации (см. эволюцию зерен A на рис. 5.46а-в, а также B и C на рис. 5.46г-е), вклад которой увеличивается с увеличением степени деформации, но в среднем не превышает 18% в обоих сплавах. В целом, внутризеренная деформация для зерен α-фазы незначительна, слабые признаки ВДС на поверхности α-фазы согласуются с локальными изменениями дислокационной структуры при деформации с формированием дислокаций. Дислокационная ползучесть необходима для аккомодации ЗГС в ГЦК α-фазе.

Таблица 5.3 Вклады действующих механизмов сверхпластической деформации в латунях

Образцы	Деформация e	Зернограничное скольжение по α/β и α/α		Внутризеренная деформация α фазы		Максимальный угол разворота зерен α фазы, °
		e	Средний вклад $\gamma_{ЗГС}$, %	e	Средний вклад, $\gamma_{ВДС}$, %	
Cu-40%Zn	0.69+0.24	0.18±0.02	75	0.005±0.002	2	5
	0.69+0.37	0.23±0.03	63	0.044±0.001	12	15
	0.69+0.58	0.34±0.02	59	0.121±0.004	18	40
Cu-37.2%Zn-0.4%Al	0.69+0.27	0.10±0.02	37	0.017±0.003	4	2
	0.69+0.55	0.18±0.03	33	0.078±0.002	14	7
	0.69+0.67	-	-	0.122±0.002	18	15
Cu-35%Zn-1.1%Al	0.69+0.18	0.07±0.01	39	0.019±0.002	11	5
	0.69+0.39	0.14±0.05	36	0.07±0.01	18	24

Для анализа приповерхностной структуры использовали прицельные ФИП разрезы (положения указаны линиями на рис. 5.46 а,б). Контраст между зернами α- и β-фаз (рис. 5.46б,г,д) в областях β-фазы для двойной латуни обнаруживает более крупные зерна, чем в сплаве с Al (рис. 5.46б,г,д), что согласуется с данными ПЭМ.

Полученные в данной работе значения вклада зернограничного скольжения в общую деформацию для двойной латуни в ~75% на установившейся стадии деформации сопоставимы с ~72% для начальной стадии деформации [121]. В присутствии алюминия вклад зернограничного скольжения на α/β границах меньше на обеих стадиях деформации, что может объяснить и уменьшение порообразования, которое в основном развивается в данных местах.

В работе [121] мы показали, что введение алюминия снижает скорость диффузии

цинка в меди и предположили, что снижение вклада зернограничного скольжения, как диффузионно-контролируемого механизма, при легировании алюминием может являться результатом данного эффекта. Однако, как показано по результатам более детального исследования с использованием регулярных маркерных сеток представленного в работе [122] и данном разделе в целом, легирование 0.4-1.1%Al снижает вклад зернограничного скольжения только по межфазным границам, и его снижение компенсирует значительная деформация β-фазы. При этом, алюминий замедляет диффузию цинка, что должно сдерживать рост зерен β-фазы [123].

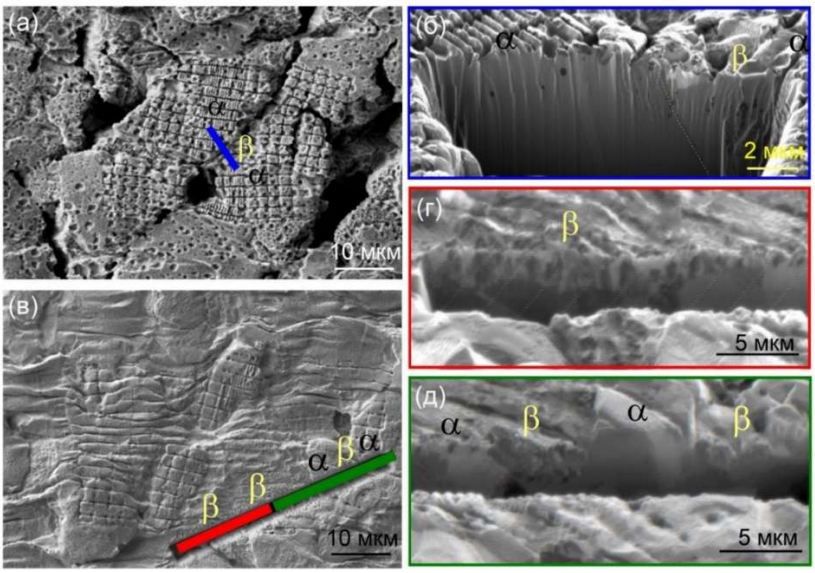


Рисунок 5.46 - ФИП-изображения областей (а, в) деформированной поверхности и (б, г, д) траншей, вырезанных фокусированным ионным пучком для латуней (а, б) Cu–Zn и (в–д) Cu–Zn–1.1Al; б – область, обозначенная синей линией на (а), г – область под красной линией; д – область под зеленой линией на (в) [122]

Основная роль малой добавки алюминия, по-видимому, заключается во влиянии на процессы динамической рекристаллизации: ускорение зарождения центров и ограничение роста новых зерен β-фазы. Вследствие высокой пластичности при 550 °C, β-фаза с ОЦК типом решетки деформируется в первую очередь за счет дислокационных механизмов с протеканием динамической рекристаллизации и формированием УМЗ структуры, зерен размером менее 1 мкм, рост которых в присутствии алюминия замедлен, чему в том числе способствует меньшая скорость диффузии цинка. По высокоугловым β/β границам в УМЗ структуре также возможно зернограничное скольжение, которое компенсирует уменьшение вклада ЗГС на межфазных границах. Меньший размер зерна β-фазы в латуни с алюминием обеспечивает уменьшение напряжения течения при СПД и рост относительного удлинения, стимулируя зернограничное скольжение и облегчая действие аккомодационных механизмов деформации. Атомы алюминия в твердом растворе β-фазы могут измельчать зерна за счет большего эффекта деформационного упрочнения и

стимулировать двойникование благодаря значительному снижению энергии дефекта упаковки [304–307]. Замедление динамического роста зерен при СПД с увеличением содержания легирующего элемента согласуется с данными, полученными нами для алюминиевых сплавов (Mg в Al) и результатами работы [9].

Таким образом, алюминий, преимущественно растворяясь в β фазе, стимулирует процессы динамической рекристаллизации и обеспечивает формирование более мелкого рекристаллизованного зерна, чем в двойной латуни, что меняет соотношение вкладов действующих механизмов, уменьшая зернограничное скольжение на межфазных границах α/β и увеличивая его долю на β/β границах. В результате, в сплаве с алюминием α-зерна как бы "плывут" в динамически-рекристаллизующейся матрице β-фазы, аккомодируя процессы зернограничного скольжения по межфазным границам, и обеспечивая снижение остаточной пористости. В двойной латуни зернограничное скольжение развивается по межфазным границам и приводит к формированию несплошностей, в том числе из-за более грубой структуры β-фазы, которая не способна обеспечить достаточную аккомодацию зернограничного скольжения.

5.3.3 Эволюция зеренной и дислокационной структуры титановых сплавов

Ввиду мартенситного или полиморфного превращения β-фаза с ОЦК-решеткой в Ti сплавах частично превращается в фазу с ГП решеткой (α или мартенситная α′- фаза во время закалки от 875 °C) или орторомбическую α′′ фазу при быстром охлаждении после отжига или деформации. Анализ ДОЭ не различает превращенную β-фазу и α-фазу с ГП-структурой и по данным ДОЭ получаем значения среднего размера зерен для равновесной β-фазы, которая не трансформируется при охлаждении, и усредненные значения размера зерен для α-фазы и превращенной β-фазы. Поэтому размер зерен дополнительно измеряли методом случайных секущих по данным СЭМ, соотношение фаз анализировали только в отраженных электронах СЭМ (рис.5.47а-е).

Чем меньше температура и выше скорость деформации, тем стабильнее зеренная структура при сверхпластическом течении в двухфазной области температур (рис.5.47ж-и). Если в ОТ4-1 и ВТ6 размер зерен увеличивается с увеличением деформации, то ВТ14 с Mo и исходной частично нерекристаллизованной структурой на начальном этапе наблюдается уменьшение среднего размера зерен обеих фаз при скоростях $(1\text{-}2)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. Можно отметить интенсивный рост зерен при низкой скорости деформации - 2×10^{-4} $с^{-1}$, что объясняет значительное деформационное упрочнение при СПД.

Сравнивая три сплава стандартных составов, можно сделать вывод, что рост зерен при СПД зависит не только от соотношения фаз, температуры и скорости деформации, но

и от состава сплава. Наиболее выраженный рост зерен происходит в наименее легированном сплаве ОТ4-1, в том числе при температурах 865-890ºС, обеспечивающих близкое соотношение фаз, средний размер зерна увеличивается в два раза. Большие удлинения при 840 ºС можно объяснить менее интенсивным ростом зерна. Чем выше температура в интервале 815-890 °С, тем меньше Mn содержит β фаза и тем выраженнее рост зерен. Размер зерна в более легированных Al и β-стабилизаторами сплавах ВТ6 и ВТ14 растет слабо – менее чем 50%, а при пониженных температурах и повышенных скоростях деформации рост зерен незначителен.

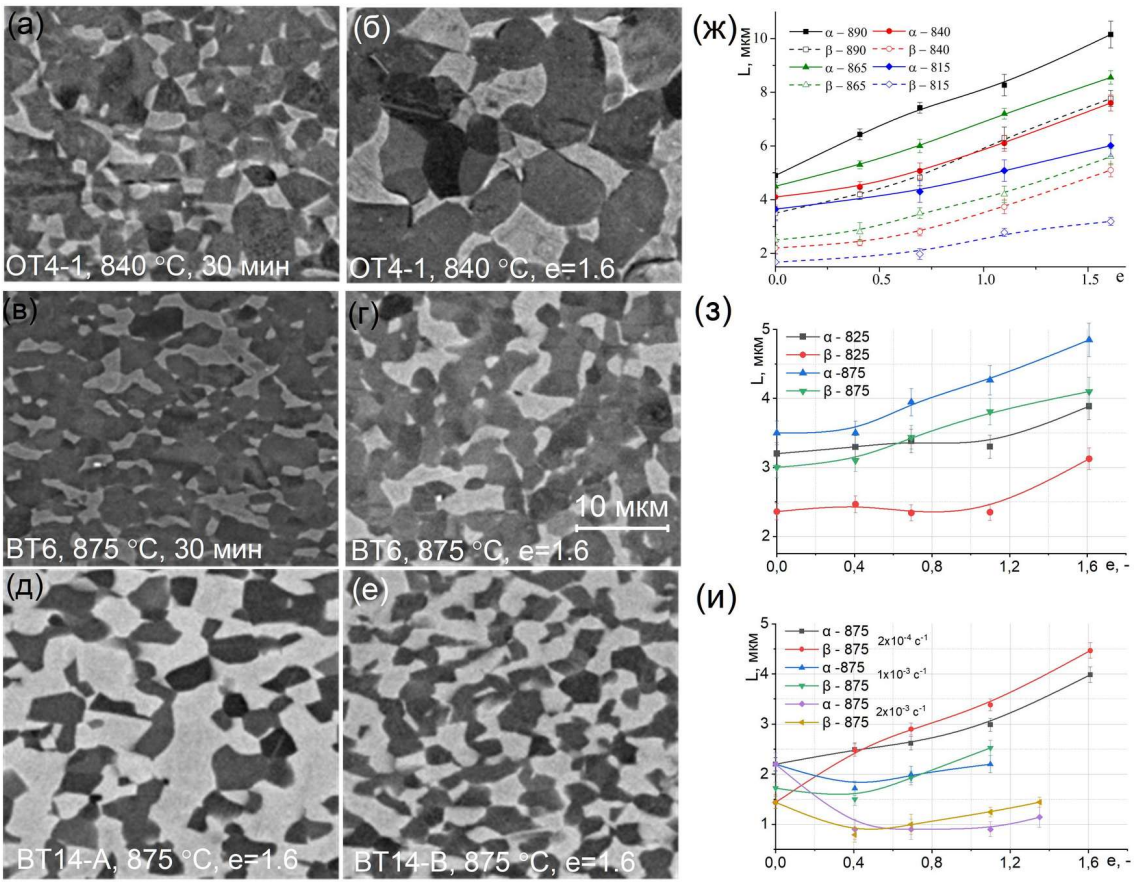


Рисунок 5.47 – (а-е) Микроструктура сплавов и (ж-и) зависимости размера зерна от деформации при скоростях деформации (ж) 6×10^{-4} $с^{-1}$ (з) 1×10^{-3} $с^{-1}$, (и) $(0.2\text{-}2)\times10^{-3}$ $с^{-1}$, (а,б,ж) ОТ4-1 (Ti-2.5Al-1.8Mn) (в,г,з) ВТ6 (Ti-6Al-4V) и (д,е,и) ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V – (д) лист А (е) – лист В) температуры деформации указаны на рисунках

Для образцов сплава ВТ14 с разной исходной структурой (получены по технологиям А и В, см. в Главе 4) сравним параметры структуры после деформации e = 0.69 при температурах 775, 825 и 875 °С при 1×10^{-3} $с^{-1}$ и после 42 мин отжига (время выдержки образца при деформации 0.69) (рис. 5.48).

При 775 °С в обеих модификациях ВТ14 нерекристаллизованные участки сохраняются, но их доля в листе А больше. При 825 °С и e = 0.69 формируется глобулярная структура в рабочей части и структура с областями вытянутых зерен в головках. Доля

вытянутых зерен после 42 мин отжига при 875 °С - 45±5% и 21±4% для ВТ14-А и ВТ14-В соответственно, что близко к значениям после 30 мин отжига.

В α и β фазах происходит статический и динамический рост зерен, ускоряющийся при повышенной температуре 875 °С. Динамическая составляющая Δd ($\Delta d = d_{0.69} - d_{42мин}$) для β- и α-зерен незначительна при низких температурах и возрастает при 875 °С (рис. 5.49, синие кривые). Рост зерен (Δd_α, и Δd_β) для листа ВТ14-А (рис. 5.47д, 5.48б, 5.49а) более интенсивный, чем для листа ВТ14-В (рис. 5.47е, 5.48д, 5.49б).

В сплаве с Fe и B, несмотря на более низкую температуру 775°С, обеспечивающую 50% β-фазы, формируется равноосная структура при малой деформации. После деформации e=1.95 (600%) размер зерна обеих фаз (2.8-2.9)±0.2 мкм (рис.5.47ж-и).

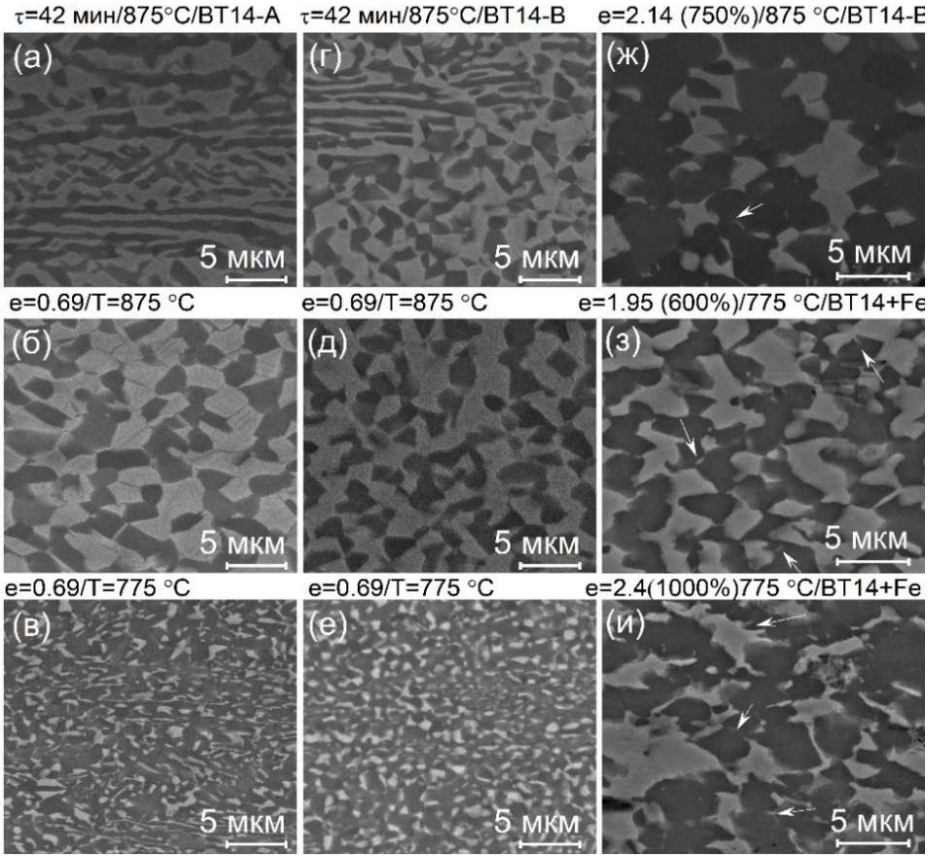


Рисунок 5.48 - Микроструктура сплавов (а-е) ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V) и (ж-и) Ti-4Al-3Mo-1V-2Fe-0.1B после деформации при 875 и 775 °С со скоростью 5×10^{-3} $с^{-1}$ 1×10^{-3} $с^{-1}$

Данные ДОЭ свидетельствуют о снижении доли МУГ при деформации во всех сплавах α-фазы при СПД (рис. 5.50, 5.51). Однако в сплавах ОТ4-1 и ВТ6 с исходно равноосной структурой доля МУГ снижается с 20-30% при e=0-0.41 до 10-15% при e=1.6 (400%), а в сплаве ВТ14 изменения значительно более выражены.

Для листа ВТ14-А доля МУГ перед СПД - 52% и средний размер зерна 1.8±0.1 мкм, данные параметры слабо меняются после e=0.41 при 875 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$, в условиях максимальных значений *m* и δ , при соотношении ~50/50% для α/β-фаз. В листе ВТ14-В

доля МУГ значимо снижается с 46% до 25%, а ВУГ пропорционально растет. При e=1.6 (400%), доля ВУГ - 83% и 91%, средний размер зерна – 3.5 ± 0.2 и 3.2 ± 0.2 мкм для листа A и B соответственно. При деформации 2.1 (720%) средний размер зерен слабо меняется, по данным СЭМ dβ=4.2±0.3/dα=3.8±0.3 мкм и dβ=3.8±0.2/dα=3.4±0.2 мкм для A и B.

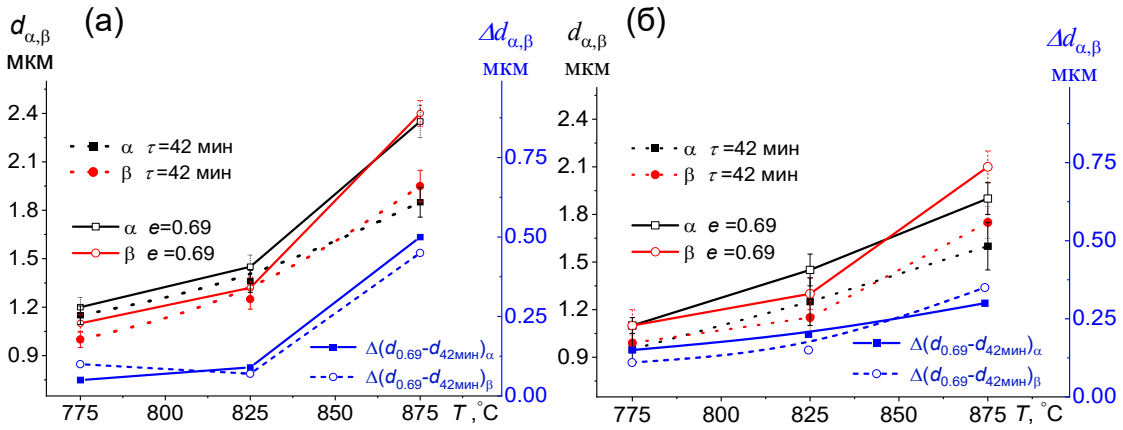


Рисунок 5.49 - Средние значения размера зерен ($d_{\alpha,\beta}$, левая ось) и компоненты динамического роста зерен Δd (правая ось) для зерен α- и β-фаз для (а) листа ВТ14-А и (б) ВТ14-В [129]

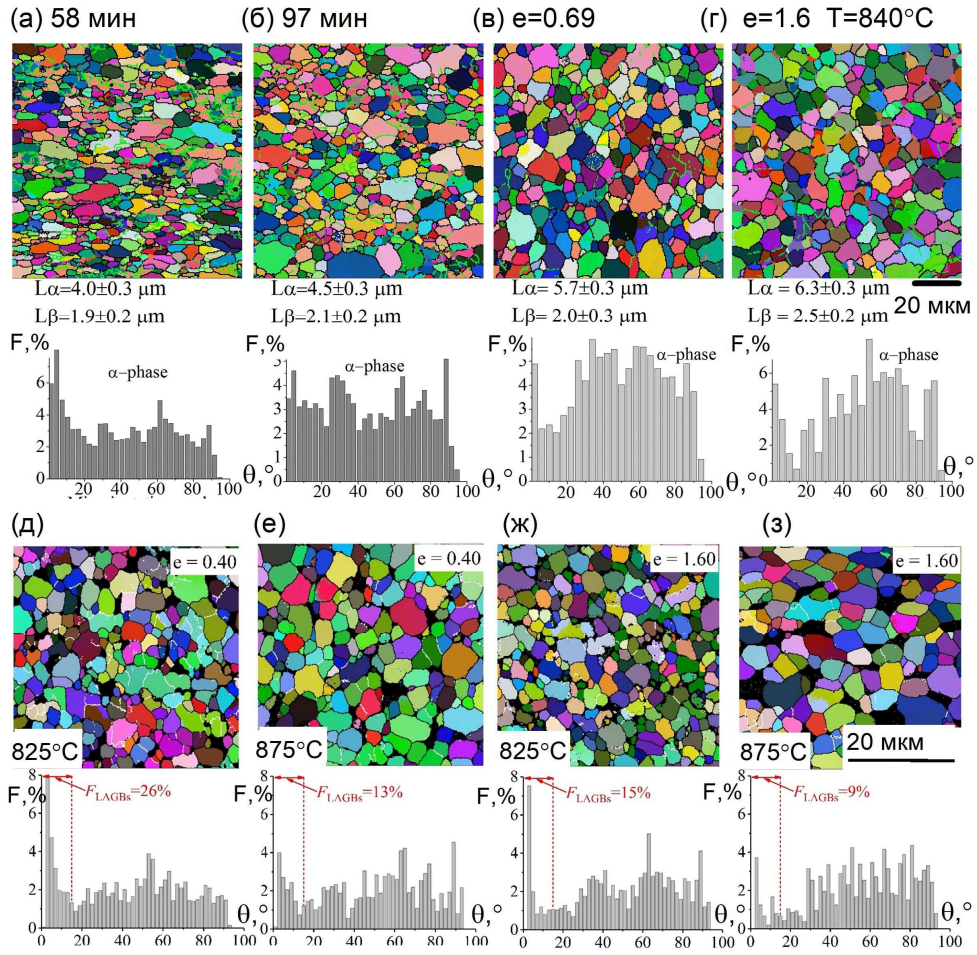


Рисунок 5.50 – ДОЭ ГП-фазы и соответствующие распределения углов разориентировки границ зерен: (а–г) для листа ОТ4-1 после отжига или деформации при 840 °C и 6×10^{-4} c^{-1} и (д–з) ВТ6 в после СПД при 875 °C со скоростью 1×10^{-3} c^{-1} при деформации (б, д) 0.4 и (в, е) 1.6 [133](деформация указана на рисунке)

Результаты ДОЭ, позволяют предположить наличие текстуры до СПД во всех сплавах и ее размытие во время СПД, что согласуется с протеканием динамической рекристаллизации с последующей фрагментацией и глобуляризацией структуры в ВТ14 и действием ЗГС во всех сплавах.

В отличие от латуней и алюминиевых сплавов, микроструктурный анализ не выявил остаточной пористости после СПД исследуемых титановых сплавах вплоть до разрыва. При этом анализ эволюции морфологии β-фазы при СПД обнаруживает важную особенность во всех сплавах. При больших деформациях >600% при 875 °С выявляются “усы” или отростки β-фазы. Данный эффект особенно выражен в сплаве Ti-Al-Mo-V-Fe-B при e=1.95 и особенно при e=2.4, зерна β-фазы демонстрируют неправильную разветвленную форму (рис. 5.48и).

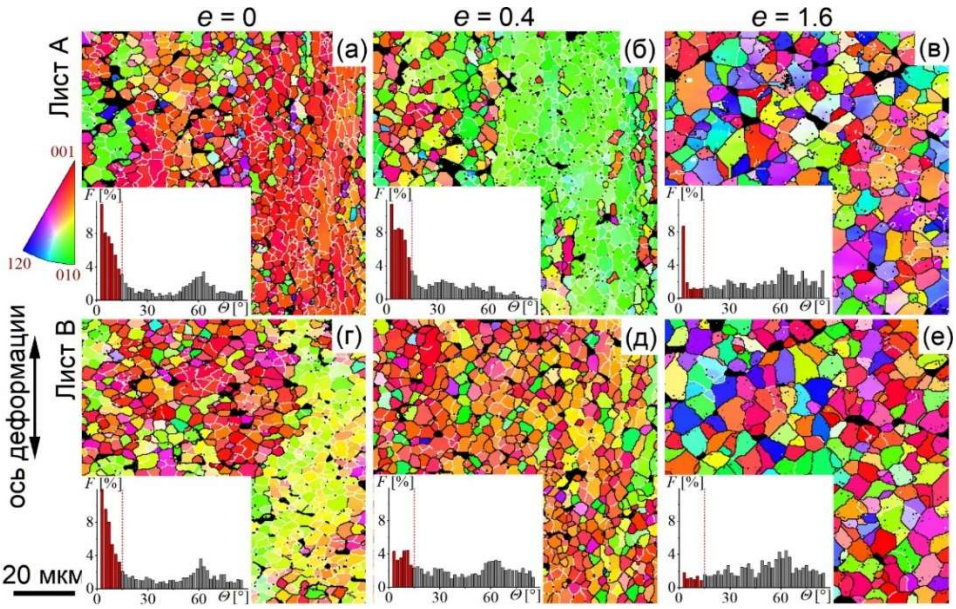


Рисунок 5.51 – ДОЭ ГП-фазы и соответствующие распределения углов разориентировки границ зерен: (а–в) для листа ВТ14-А и (г–е) листа ВТ14-В после (а, г) отжига в течение 30 минут и после СПД при 875 °С со скоростью 1×10^{-3} $с^{-1}$ при деформации (б, д) 0.4 и (в, е) 1.6 [129]

Отметим, что β-фаза меняет тип решетки из-за полиморфного/мартенситного превращения при охлаждении с температуры деформации до комнатной, из-за чего анализ истинных изменений дислокационной структуры β-фазы при СПД затруднен, а в α-фазе могут появляться дислокации из-за изменения объема при фазовом превращении. В данной работе опирались на сравнение деформированного состояния с отожженным. Различия в дислокационной структуре одинаково охлажденных образцов говорят о влиянии на ее формирование в первую очередь деформации, нежели только фазового превращения при охлаждении. Так как деформированные образцы закаливали в воду, в структуре β фазы зачастую наблюдали пластины α+β смеси или мартенсита при закалке с температуры 875ºС (дифракционная картина характерна для мартенситной фазы с большим числом двойников), а на межфазных границах рост плотности дислокаций (рис.5.52-5.54). Дислокации на межфазных границах α/β также можно считать результатом аккомодации

ЗГС внутризеренным дислокационным скольжением согласно [308].

Дислокации наблюдали в теле зерен после отжига сплавов ОТ4-1 и ВТ6, однако их плотность увеличивается при СПД (рис.5.52,5.53). В сплаве ВТ14 плотность дислокаций значительно выше в отожженном состоянии (рис.5.54) и несколько уменьшается при деформации. При этом, дислокации и стенки из дислокаций обнаружены в теле зерен α-фазы и после деформации до 1.6.

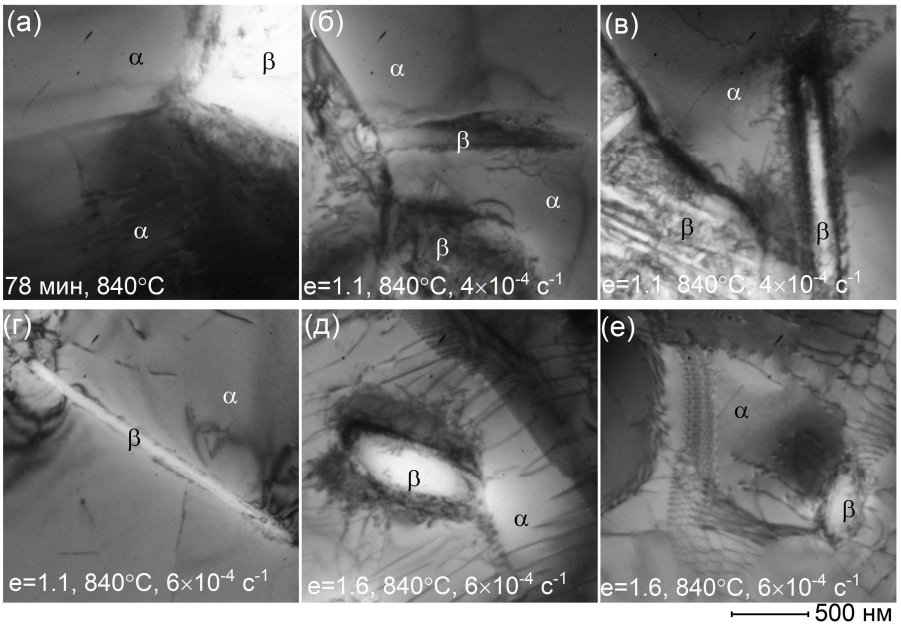


Рисунок 5.52 - ПЭМ изображения структуры сплава ОТ4-1 (а) после 78 минут отжига при 840 °С и (б-е) деформации при той же температуре и постоянной скорости (4-6)×10^{-4}с$^{-1}$ (данные указаны на рисунках)

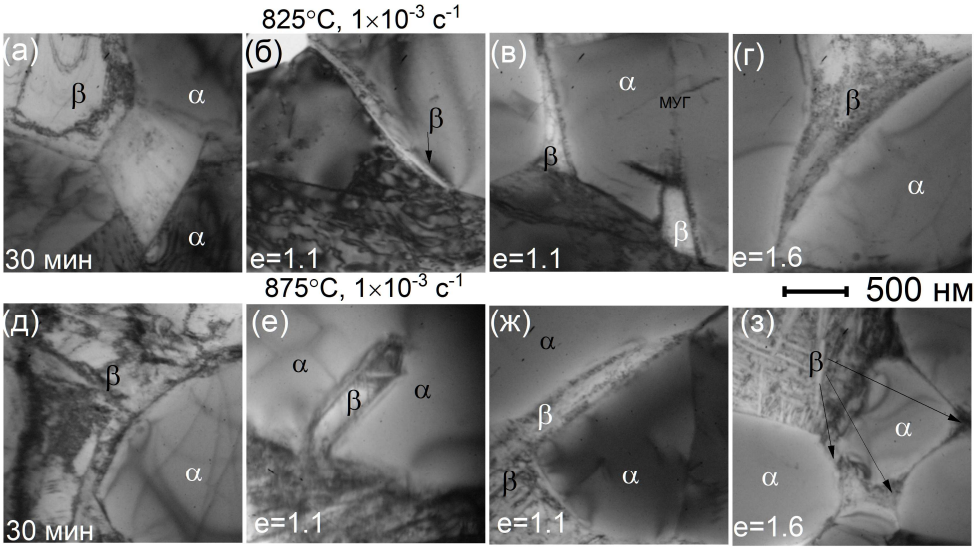


Рисунок 5.53 - ПЭМ изображения структуры сплава ВТ6 (а,д) после 30 минут отжига при 825/875 °С и (б-г,е-з) деформации при данных температурах и постоянной скорости 1×10^{-3}с$^{-1}$ (данные указаны на рисунках)

После 30-80 минут отжига структура сплавов представлена полиэдрическими зернами и субзернами, межфазные границы сохраняют ровные очертания. После СПД

e>0.41 происходит формирование отростков β-фазы («усов») в теле зерен во всех сплавах. При деформации 0.41 отростки имеют наименьший размер, их число и длина увеличиваются с увеличением деформации. Формирование «усов» происходит по ВУГ и МУГ в теле зерен α-фазы.

Образование усоподобных выделений может быть следствием неравновесного состава фаз перед началом деформации. В исследуемых титановых сплавах полное выравнивание состава и достижение равновесной объемной доли фаз при температуре СПД требует времени (особенно в ВТ14 в присутствии медленно-диффундирующего Mo) и может не полностью завершаться при нагреве, при этом, α-фаза содержит повышенную концентрацию β-стабилизаторов, которые могут формировать ЗГ сегрегации, поэтому формирование фазы богатой данными элементами в местах высокоугловых границ зерен закономерно, а рост вдоль малоугловых границ зерен обеспечен ускоренной диффузией по дислокациям. Динамическое выделение β-фазы происходит в условиях приложенных напряжений с ее образованием вдоль границ скользящих и вращающихся зерен вследствие направленного диффузионного массопереноса, который аккомодирует ЗГС. Данные образования «заполняют» потенциальные несплошности, что объясняет низкую остаточную пористость.

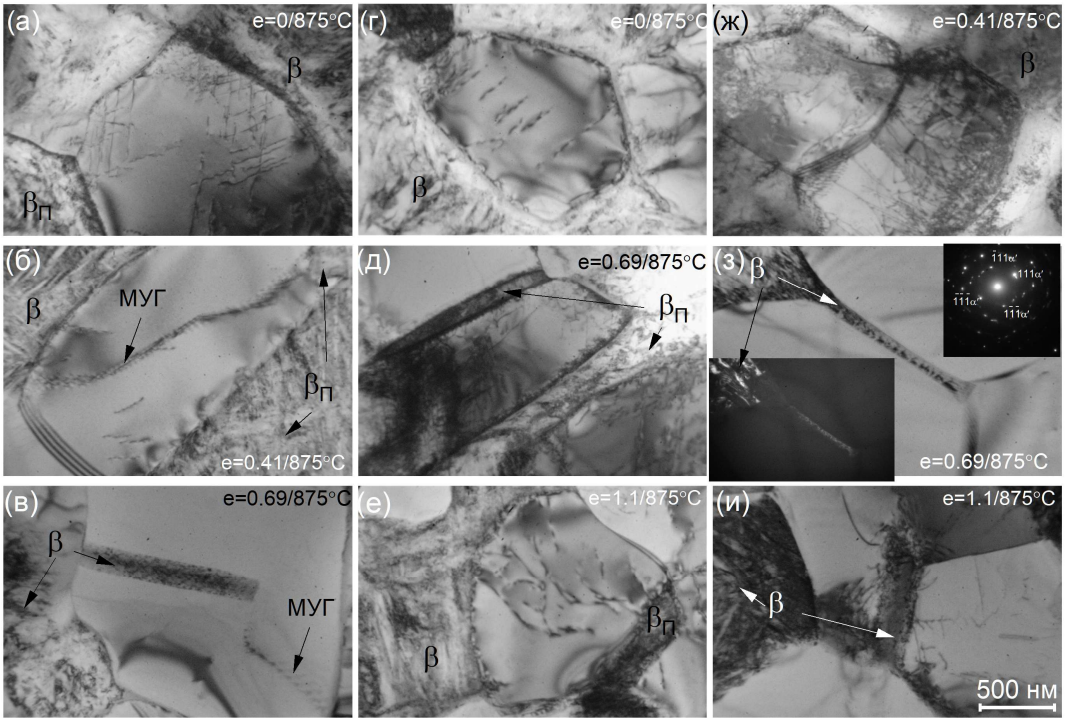


Рисунок 5.54 - ПЭМ изображения структуры сплава ВТ14 (а,г) после 50 минут отжига при 875 °С и деформации (б,ж) e=0.41, (в,д,з) e=0.69 и (е,и) e=1.1 при температуре 875 °С и постоянной скорости $1\times10^{-3}c^{-1}$

5.3.4 Эволюция структуры поверхности титановых сплавов

На СЭМ изображениях во вторичных электронах (рис. 5.51а–в) виден рельеф

поверхности после деформации, а картинка в отраженных электронах (рис. 5.51д показывает ту же область, что и рис. 5.51е) позволяет идентифицировать зерна α- и β-фаз благодаря различию химического состава. При малой деформации e=0.1 линии сетки почти полностью исчезают с поверхности образца с пониженной долей ВУГ (ВТ14-А) (рис. 5.51а) и несколько размываются в ВТ14-В с большей долей ВУГ (Рис. 5.51б).

Рельеф, обусловленный ЗГС (желтые стрелки на рис. 5.51а), выявлен в нескольких областях поверхности образца А. При этом, в α- и β-зернах формируются множественные полосы скольжения, что указывает на действие дислокационных механизмов деформации в обеих фазах. Образец ВТ14-В демонстрирует более типичный рельеф ЗГС после деформации (рис. 5.51в), часть зерен α-фазы содержит полосы скольжения, а часть сохраняет полированную поверхность. При этом локализация полос скольжения наблюдается в теле β-зерен. Только единичные β-зерна (рис. 5.51в) не имеют признаков дислокационной активности. Структура полированных участков головок образцов не имела рельефа на поверхности в обоих образцах.

Основное отличие между сплавами, полученными по разным технологиям, следующее: интенсивная дислокационная активность выявлена как в α-, так и в β-фазах ВТ14-А, тогда как в листе ВТ14-В дислокационное скольжение локализовалось в основном в β-фазе, т.е. деформация была более неоднородной на микроуровне в образцах листа В.

Деформация сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V) с глобулярной структурой сопровождается упрочнением, являющимся результатом динамического роста зерен или установившимся течением, обусловленным высокой стабильностью зеренной структуры [309–313]. Напротив, сплав ВТ14 с не полностью рекристаллизованной структурой перед началом СПД разупрочняется на начальной стадии деформации (кривые деформации в главе 4) ввиду динамической рекристаллизации. Незавершающаяся статическая рекристаллизация и глобуляризация структуры при нагреве – результат легирования Mo, элементом с наименьшим коэффициентом диффузии в Ti [314,315]. Эффект динамической рекристаллизации при СПД наблюдали в разных сплавах [7,309,316–319].

Различия в исходной структуре приводили к количественным несоответствиям в деформационном поведении в зависимости от режима обработки. Увеличение доли ВУГ в состоянии перед началом деформации снижает пиковые напряжения и уменьшает эффект разупрочнения, динамическая рекристаллизация протекает за меньшую степень деформации. Напряжения снижаются из-за меньшей дислокационной активности в α- фазе и ее локализации в β-фазе. При этом скорость роста зерен на межфазных границах α/β ниже, чем на границах α/α или β/β согласно данным литературы [308,309,315,320]. По этой причине лист В, обладающий более однородной исходной микроструктурой и высокой

долей межфазных границ, демонстрирует повышенную стабильность зеренной структуры при СПД и обеспечивает лучшие показатели сверхпластичности.

Результаты эволюции зеренной и дислокационной структуры в объеме согласуются с изменениями структуры поверхности образцов. Типичный рельеф поверхности, характерный для ЗГС, проявлялся в локальных областях ВТ14-А и более выражен в сплаве ВТ14-В, ввиду большей доли ВУГ. Более интенсивное ЗГС обеспечивало более однородную деформацию на начальной стадии в листах В.

Множественные полосы скольжения на поверхности β-фазы позволяют предположить, что ЗГС преимущественно аккомодируется ВДС в β-фазе. ВДС в β-фазе при СПД согласуется с результатами *in situ* исследования эволюции микроструктуры при деформации сплава Ti-Al-V [309], ПЭМ исследований ряда других титановых сплавов [318,321,322]. Пластичная ОЦК β-фаза выполняет аккомодационную функцию и облегчает скольжение ГП α-зерен [323,324]. Здесь можно провести полную аналогию с двухфазными латунями.

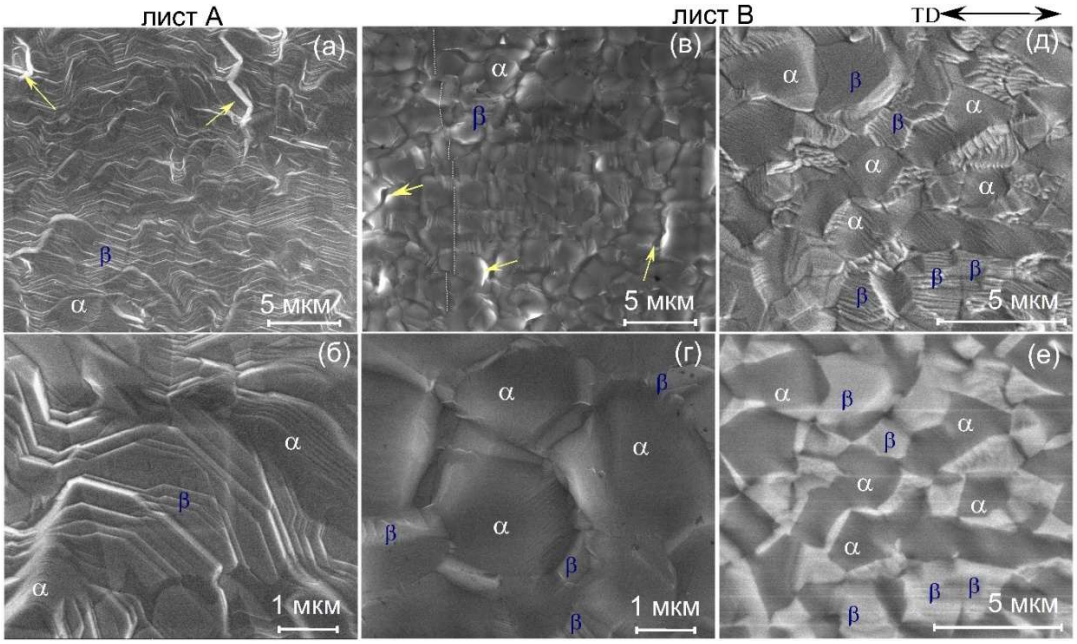


Рисунок 5.51 - Микроструктура предварительно полированных поверхностей образцов листов (а,б) А и (в–е) В, деформированных при 875 °С с постоянной скоростью 1×10^{-3} $с^{-1}$ до (а-г) е= 0.1 и (д, е) е=0.2; изображение (д) во вторичных и (е) отраженных электронах одного поля зрения микроскопа; желтые стрелки показывают рельеф, связанный с ЗГС [321]

Внутризеренная деформация α-фазы обнаружена в обоих сплавах, но более выражена в сплаве с меньшей долей ВУГ, рост плотности дислокаций способствует динамической рекристаллизации на начальной стадии СПД. Образование полос скольжения на поверхности α-зерен также может быть результатом дислокационной аккомодации ЗГС, в особенности для листа ВТ14-В с высокой долей ВУГ. Авторы [316] предположили, что динамическая рекристаллизация в титановых сплавах происходит

преимущественно в α-Ti фазе при малых деформациях и в β-Ti фазе при больших деформациях, что находит подтверждение в наших работах.

Перестройка β-фазы существенно влияет на сверхпластическое поведение и обеспечивает низкую остаточную пористость в титановых сплавах. ОЦК β-фаза имеет больше систем скольжения и быстрее идут диффузионные процессы, чем в ГП α-фазе. ЗГС неизбежно создает несплошности [7,261,325–327], которые немедленно заполняются β-фазой, появляются новые α/β границы. Таким образом трансформация β-фазы обеспечивает ЗГС, как следствие, высокое относительное удлинение с установившимся течением и крайне низкую пористость, типичную для титановых сплавов.

Модель ЗГС с аккомодацией дислокационным скольжением Бола-Хатчисона наиболее распространена и описывает поведение многих сплавов [7,309,317–319], модели аккомодации диффузионной ползучестью, например Ашби-Веррела или Спингана и Никса [328,329], не позволяют предсказать скорость процесса при СПД, но находят экспериментальное подтверждение в том числе для сплавов на основе Ti [9–11,261,292,330]. Как и в сплавах на основе алюминия, оба механизма могут действовать одновременно и приводить к перестройке β-фазы с увеличением кривизны межфазных границ при СПД в исследуемом сплаве. Дислокационный механизм деформации ОЦК β-фазы с образованием малоугловых границ в тройных стыках границ зерен показан в работах [309,318,331,332].

Судя по деформационному поведению и микроструктурным изменениям на начальной стадии, структура только формируется и ВДС, особенно в сплаве с высокой долей МУГ, действует в кооперации с ЗГС. При этом по мере формирования рекристаллизованной структуры, β-фаза выделяется по ГЗ, обеспечивает глобуляризацию структуры и в дальнейшем поддерживает аккомодацию ЗГС по механизму диффузионного массопереноса. Роль ДП увеличивается с увеличением степени деформации, когда в сплавах формируется рекристаллизованная структура и растет зерно. При этом признаки ВДС в виде дислокаций в теле зерен α-фазы и стенок из дислокаций обнаруживаются после e=1.6 (400 %). Появление новых стенок из дислокаций в теле α-зерен создает места ускоренной диффузии и формированию вдоль них β-фазы, увеличению доли межфазных границ и облегчению ЗГС.

Выделение β-фазы при СПД по границам и в теле зерен (которая при охлаждении может превращаться в мартенсит) согласуется с данными для сплава Ti-6Al-4V [333][334]. Авторы указывают, что формирование фазы связано с перераспределением легирующих элементов в структуре в присутствии неравновесных границ зерен. Аналогичное выделение богатой Zn фазы обнаружено в сплаве Zn-22Al [335], при сверхпластическом течении в двухфазном наноструктурированном сплаве Al-30Zn [5]. Выделение фазы, богатой быстро-

диффундирующим цинком, происходит на межфазных границах и в тройных стыках. Образование “усов” фазы Al_2Cu при СПД было обнаружено в богатом медью сплаве Al-Cu-Mn [8,336]. Описанные явления можно объяснить действием диффузионного массопереноса в неравновесных состояниях, возникающих до или во время СПД. Данные результаты подтверждают гипотезу, выдвинутую академиком А.А. Бочваром в 1946 году по результатам анализа сплава Zn-22Al [335,337], что активное развитие процессов растворения-выделения при СПД обеспечивает аккомодацию ЗГС за счет механизма диффузионной ползучести.

Сплав ВТ14 демонстрирует максимальное относительное удлинение 750% при 875 °С и только 300 % при температуре 775 °С [126]. Анализом структуры объема и поверхности в сплаве с медленно диффундирующим Mo, структура которого не формируется во время выдержки перед СПД, показано, что на начальной стадии деформации (в условиях максимальных удлинений и скоростной чувствительности) протекает динамическая рекристаллизация. Она формирует равноосную и глобулярную структуру с ВУГ необходимыми для ЗГС. В процессе деформации при ЗГС происходит формирование отростков («усов») β-фазы вдоль высокоугловых и малоугловых границ в теле α-зёрен. Выделение данной фазы – результат аккомодации ЗГС диффузионным массопереносом, эффективно «залечивающим» несплошности в титановых сплавах. Легирование железом позволяет существенно снизить температурный порог сверхпластичности.

Сплавы с железом сверхпластичны при 675-775 °С [338]. Низкотемпературная сверхпластичность с высоким удлинением в сплаве Ti-Al-Mo-V-Fe-B обеспечена несколькими факторами, связанными со снижением температуры равного соотношения фаз и ускорением диффузии:

(1) присутствие железа снижает β-трансус и смещает температуру соотношения α/β=50/50%, обеспечивающего максимальную стабильность зеренной структуры в дуплексных сплавах с 865–875 °С в Ti-Al-Mo-V до 775–800 °С. Следует отметить, что благодаря легированию дополнительным β-стабилизатором Fe температура β-трансуса снижается примерно на 35 °С, а температура СПД на 100–200 °С.

(2) исходная зеренная структура модифицированного Fe сплава более равноосная, чем у ВТ14 обеих модификаций, несмотря на более низкую температуру 775 °С. Добавки Fe и B ускоряют динамическую рекристаллизацию и глобуляризацию при пониженных температурах [29,339–343], повышают однородность структуры и плотность межфазных границ α/β, необходимых для ЗГС. В результате сплав Ti-Al-Mo-V-Fe-B демонстрирует в 3.5 раза более низкое напряжение, чем Ti-Al-Mo-V при 775 °С и 1×10^{-3} $с^{-1}$ (см. Главу 4),

равномерную деформацию и значительно более высокие удлинения при 675-775 °С.

(3) поскольку скорость диффузии контролирует механизмы СПД, быстро диффундирующее железо облегчает аккомодацию ЗГС при пониженных температурах [344].

Атомы Fe, вследствие сравнительно малого атомного радиуса 1.26А диффундируют по междоузлиям, в результате коэффициент диффузии Fe в титане на 5 порядков выше, чем самодиффузии Ti [275]. Присутствие атомов внедрения приводит к росту плотности комплексных дефектов вакансия-растворенный атом, что ускоряет самодиффузию титана [260]. В результате в сплаве с Fe более выражены «усы» в β-фазе, чем в ВТ14 несмотря на пониженную температуру деформации, а остаточной пористости не выявлено.

Для снижения температурного интервала сверхпластичности эффективно легирование быстродиффундирующими элементами, имеющими межузельный механизм диффузии и ускоряющими самодиффузию титана, что обеспечивает формирование равноосной структуры с высокой долей ВУГ. Кроме Fe, это элементы с близким электронным строением – Co, Ni. Данные элементы, ускоряя диффузию, облегчают формирование глобулярной структуры, дополнительно ускоряют аккомодацию ЗГС, интенсифицируя формирование отростков β-фазы, и в результате обеспечивают сверхпластичность при пониженных температурах.

Эффективность легирования титановых сплавов железом показана классиком материаловедения титановых сплавов Б.А. Колачевым, который называл данный элемент одним из перспективных для повышения прочностных свойств титановых сплавов и уменьшения себестоимости [345]. Снижение температуры СПФ при добавлении Fe показано для сплава ВТ6, что позволило разработать новый сверхпластичный сплав [346] [29]. Железо, как быстро-диффундирующий элемент, приводит к ускорению аккомодационных механизмов, за счет ускорения диффузионного массопереноса в β-фазе при пониженных температурах деформации, однако обратная сторона процесса - рост зерна, приводящий к ухудшению показателей. Подход к созданию сплавов очень детально описан в работе [344]. В исследуемом сплаве ВТ14 присутствует молибден, элемент с одним из самых низких коэффициентов гетеродиффузии в титане, что позволяет сохранить УМЗ структуру улучшить показатели сверхпластичности. Дополнительный фактор, который нужно учитывать при продолжении работ в данном направлении, это анализ влияния легирования быстро-диффундирующими элементами (Fe, Ni, Co) не только на показатели сверхпластичности, но и комплекс механических характеристик от комнатной температуры до 500°С в зависимости от режимов обработки и сверхпластической формовки. Указанные элементы повышают риск формирования интерметаллидов и омега фазы после термической обработки, приводящих к охрупчиванию, поэтому для выбора их концентраций при

дальнейшей разработке сплавов необходимо применять комплексный подход.

Таким образом, в дуплексных сплавах β-фаза (ОЦК) играет ключевую аккомодационную роль: она пластична, обеспечивает эффективную аккомодацию ЗГС дислокационной и диффузионной ползучестью и «залечивает» несплошности, возникающие при ЗГС. Для сплавов с высокой долей второй фазы растворно-осадительные процессы, приводящие к выделению второй фазы по границам зерен и в тройных стыках, являются ключевыми для аккомодации ЗГС при СПД.

Выводы по главе 5

Изучены изменения зеренной, дислокационной структуры и пористости при сверхпластической деформации, а также эволюция структуры поверхности с маркерными сетками в сплавах на основе алюминия с матричного и псевдоматричного типа, а также в дуплексных сплавах на основе меди и титана. По результатам микроструктурного анализа установлено:

1. Увеличение содержания магния в твердом растворе на основе алюминия ускоряет динамическую рекристаллизацию при сверхпластическом течении и/или обеспечивает более мелкозернистую и стабильную структуру в сплавах систем Al-Mg, Al-Mg-Zn, Al-Mg-Si, что в первую очередь обусловливает улучшение показателей сверхпластичности в сплавах с матричной и псевдоматричной структурой.

2. Вклад ЗГС уменьшается при легировании магнием алюминиевых сплавов с зерном 6-10 мкм и с ростом *f/d* для дисперсоидов некогерентных Mn/Cr-содержащих фаз и увеличивается до ~40% и выше при снижении температуры деформации (с 0.97 до 0.87 Тпл), уменьшении размера зерна до 3-4 мкм или легировании Zn, обеспечивая переход от ЗГС по модели Лифшица, согласно которой ЗГС и диффузионный массоперенос действуют взаимозависимо, к ЗГС по модели Рэчингера со сменой соседей зерен и ростом аккомодационного вклада внутризеренной дислокационной ползучести. Эффект влияния растворимых элементов хорошо коррелирует с атомистическими моделями их влияния на ЗГ диффузию и пороговое напряжение ЗГС.

3. В сплаве 7475 системы Al-Zn-Mg-Cu-Cr с высоким соотношением Zn/Mg и микрозеренной структурой ~8 мкм, стабилизированной ε-$Al_{18}Mg_2Cr_3$ дисперсоидами выявлено интенсивное ЗГС обеспечивающее до 60% от общей деформации образца аккомодируемое диффузионной ползучестью при отсутствии признаков аккомодации дислокационной ползучестью до значительных деформаций. Указанное соотношение механизмов неблагоприятно, так как приводит к развитию значительной остаточной пористости. Рост содержания магния в сплавах ограничивает ЗГС и увеличивает вклад

внутризеренной дислокационной ползучести, что снижает остаточную пористость.

4. Соотношение механизмов деформации при подсолидусных температурах СПД (0.95-0.97Тпл), обеспечивающее максимум скоростной чувствительности напряжения и относительных удлинений в алюминиевых сплавах с матричным типом структуры со средним размером зерна 6-10 мкм и Mn/Cr-содержащими дисперсоидами (d~40-50 нм) и низкую остаточную пористость, приводит к вытягиванию зерен в направлении оси деформации. Это обусловлено, главным образом, действием диффузионной ползучести (диффузионного массопереноса), приводящей к формированию зон свободных от выделений у поперечных границ зерен и скоплению частиц у продольных границ. На поверхности в местах ЗСВ формируются широкие полосчатые зоны с углом наклона к поверхности менее 30°. Как показал анализ эволюции маркерной сетки на поверхности образцов в сплавах на основе системы Al-Mg, вклад ЗГС ограничен 10-30% в зависимости от размера зерна и степени деформации. Указанные микроструктурные изменения в сплавах согласуются с моделью ЗГС Лифшица.

5. Недеформируемые частицы фаз эвтектического происхождения размером 0.7-2 мкм в псевдоматричных сплавах уменьшают средний размер зерна, создают межфазные поверхности и инициируют зернограничное скольжение, увеличивая его вклад в общую деформацию. В сплавах с исходной нерекристаллизованной структурой и высокой долей $L1_2$-фазы данные частицы стимулируют динамическую рекристаллизацию при сверхпластическом течении, увеличивая долю высокоугловых границ зерен, а $L1_2$-фаза стабилизирует зеренную структуру без признаков ограничения ЗГС, что обеспечивает 40-60% ЗГС при скоростях до 10^{-1} $с^{-1}$, обусловливая высокоскоростную сверхпластичность в сплавах.

6. В α+β сплавах с микродуплексной структурой более пластичная и/или диффузионно-проницаемая фаза выполняет аккомодационную ЗГС функцию, обеспечивая действие дислокационной и диффузионной ползучести. В данном контексте химический состав фаз и их диффузионные параметры определяют показатели сверхпластичности.

- В процессе сверхпластического течения двухфазных латуней происходит динамическая рекристаллизация β-фазы с образованием зерен размером менее 1 мкм. Легирование алюминием замедляет диффузию цинка, что обеспечивает уменьшение размера зерен β-фазы, формирующихся в результате динамической рекристаллизации с 200-800 нм в двойной латуни до 30-400 нм при 0.4-1.1 %Al. В результате более мелкие зерна эффективно аккомодируют зернограничное скольжение, обеспечивая эффект скольжения зерен α-фазы в более пластичной динамически рекристаллизующейся β матрице, в которой диффузионные процессы протекают быстрее. При легировании алюминием вклад ЗГС на

межфазных границах α/β снижается с 75% до 30–40%, что компенсируется значительной деформацией β-фазы и ЗГС на β/β границах, вклад деформации β фазы в общее удлинение увеличивается с 20% до 50%, что снижает пористость в 3-4 раза.

- В титановых сплавах β фаза также выполняет аккомодационную функцию. Фаза обеспечивает не только стабильность зеренной структуры, но и залечивание несплошностей, формирующихся при ЗГС. Как показано ПЭМ на деформированных образцах сплавов ОТ4-1, ВТ6, ВТ14 и модифицированного Fe сплава, β-фаза выделяется по высокоугловым границам зерен α/α или в теле зерен по малоугловым границам, создавая новые межфазные границы и аккомодируя ЗГС. Структурные изменения подтверждают аккомодационную теорию ЗГС по Бочвару за счет растворно-осадительных процессов на границах раздела.

7. Железо обеспечивает снижение температуры полиморфного превращения и соответственно температуры равенства двух фаз, приводит к ускорению диффузии в β фазе при пониженных температурах деформации, обеспечивая эффективную аккомодацию ЗГС через образование отростков β-фазы. Для титановых сплавов комплексное легирование медленно диффундирующим стабилизирующим зеренную структуру молибденом и быстро-диффундирующим, ускоряющим диффузию титана железом обеспечивает сверхпластичное состояние с удлинением 700-1000% при температурах 675-775°С при использовании традиционной термомеханической обработки.

ГЛАВА 6 ПЕРСПЕКТИВНЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ФОРМОВКИ

Анализ структурных параметров, деформационного поведения и эволюции структуры показывает перспективы следующего подхода к разработке сплавов для производства сверхпластичных листов и выявляет задачи, которые нужно решить при разработке сверхпластичных сплавов.

В сплавах типа магналии эффективно увеличение содержания марганца (до 1.4%) и магния (до 6.5%) в присутствии малой добавки хрома, исходя из позиции максимальной совместной растворимости указанных элементов в алюминии при кристаллизации[7] для минимизации и содержания грубых первичных кристаллов Mn и Cr-содержащих фаз. Необходимо использовать высокотемпературный (~480°C) или двухступенчатый с высокотемпературной ступенью гомогенизационный отжиг. Эффективно легирование сплавов данной группы малой добавкой циркония, с учетом возможностей промышленных условий литья ~0.1-0.15%, и легирование сплавов малой добавкой цинка до 1%. В данной связи перспективным выглядит состав сплава 1565ч, содержащий все указанные элементы в требуемых диапазонах концентраций, сравнительно недавно добавленный в ГОСТ. Для данного сплава, как типичного магналия, необходимо провести анализ возможности реализации технологии с гетерогенизационным отжигом.

Высокоскоростная сверхпластичность обеспечивается для алюминиевых сплавов псевдоматричного типа разных систем дополнительным легированием Ni, Ce в том числе совместно с Fe при повышенном до 0.2-0.28% Zr или совместно Sc и Zr. Эффект работает благодаря стимулированию динамической рекристаллизации микронными частицами эвтектического происхождения околосферической формы и ограничению роста за счет стабильных наноразмерных частиц $L1_2$-фазы со структурой ядро-матрица. Сплавы на основе Al-(4.5-4.9)Mg, Al-4Mg-4Zn-(1Cu), Al-(1.2-2)Mg-0.8Si-1Cu, Al-3.5Cu-2.2Mg, содержащие 6-8% частиц Al_3Ni/Al_9FeNi размерами до 2 мкм, сверхпластичны при постоянных скоростях деформации 10^{-2}-10^{-1} c^{-1} с удлинением выше 300-400%. Дополнительно необходимо определить допустимое содержание примесей кремния в сплавах без данного элемента и влияние режимов получения листов на показатели сверхпластичности.

Улучшение показателей сверхпластичности дуплексных сплавов возможно за счет введения растворимых элементов - алюминия в Cu-Zn и железа в сплавы Ti-Al-Mo-V, что обеспечивает снижение остаточной пористости и снижение температуры сверхпластичного состояния. Алюминий замедляет диффузию и способствует формированию более

[7] Необходимо учитывать условия промышленно достижимых скоростей кристаллизации.

мелкозернистой структуры в β-фазе в результате динамической рекристаллизации, а железо в титановых сплавах наоборот ускоряет диффузию, так как имеет аномально высокий коэффициент диффузии в титане и формирует комплексы с вакансиями, ускоряя самодиффузию титана, что ускоряет формирование структуры, ЗГС и его аккомодацию при сверхпластическом течении в условиях пониженных температур.

В данной главе описаны технологические особенности получения сплавов, оценена их формуемость в состоянии сверхпластичности и механические свойства. Форма используемой пресс-формы была спроектирована таким образом, чтобы иметь критическую область с различными скоростями деформации для оценки сверхпластичности этой области и оценки разницы в толщине. Геометрия детали для СПФ выбрана в соответствии с [132]. Представленная геометрия имеет сложную форму с высокой степенью деформации и металлические детали такой формы трудно изготавливать традиционными методами формовки.

Испытания для оценки коррозионной стойкости проводили по стандарту ASTM G 110–92, ГОСТ 9.913-90, ГОСТ 9.021-74 с выдержкой в коррозионно-агрессивной среде от 1 до 30 суток. После испытания оценивали визуальное состояние поверхностей и механические свойства. Детали методов исследования и основные результаты представлены в работах [43,44,51,54,55,57,61,65,70–73,75,83–85,90,92,95,100,102,106,108,110,120,121,123,126,128,129].

6.1 Сплавы с матричным типом структуры

6.1.1 Формирование структуры и сверхпластичность сплава 1565ч

Заготовки имели химический состав в пределах марки сплава по ГОСТ 4784–2019 – Al-(5.6-5.7)%Mg-(0.7-1.0)%Mn-(0.5-0.7)%Zn-(0.06-0.1)%Cr-0.1%Zr-0.06%Cu-0.05%Ti и содержали примесные элементы в количестве до 0.15%Fe и 0.07%Si. Температура солидуса сплава составила 560±5 ºС. Исследовали слитки, горячекатанные плиты и холоднокатанные листы, полученные в заводских условиях. Для получения листов полученные непрерывным литьем слитки толщиной 340 или 400 мм подвергали гомогенизационному отжигу при 470±10 °С, 3-8 часов, затем горячей прокатке при ~420 °С до 2-6 мм и конечной холодной прокатке с разным обжатием для получения листов разной толщины (t): t=1 мм (степень деформации при холодной прокатке 50 или 67%), t= 1.2 мм (степень деформации 80%), t=1.6 мм (степень деформации 73%), t=2.0 мм (степень деформации 67%), t=3 мм (степень деформации 50%). Листы получены в условиях Самарского металлургического завода (г. Самара).

Дополнительно сравнивали лабораторные технологии, используя горячекатаные

плиты, предоставленные СМЗ. Для получения листов повышенной толщины 3 и 5 мм применяли технологию с промежуточным гетерогенизационным отжигом при 230 °С, 12 ч, эффективную для модельных сплавов (Главы 1, 4). Для сравнения горячекатаную плиту подвергали холодной прокатке в лабораторных условиях до 3 или 5 мм с обжатием 50 или 75% без и с промежуточным гетерогенизационным отжигом при 230 °С, до 24 ч и предварительной закалкой горячекатаной заготовки с температуры выше сольвуса. Дополнительно использовали технологию с применением описанного в предыдущих главах метода ВИК при 350 °С с накопленной деформацией 7.2 (для чего горячекатаную плиту переплавляли в лабораторных условиях методом полунепрерывного литья в слиток толщиной 30 мм со скоростью охлаждения при литье 5 К/с и подвергали гомогенизационному отжигу по промышленному режиму) и технологию, включающую ВИК с последующей холодной прокаткой на 67%. Результаты опубликованы в [54,71,110].

6.1.1.1 Анализ микроструктуры сплава

Структура литого сплава имеет матричный тип, состоит из алюминиевого твердого раствора с включениями вторых фаз, обогащенных в основном Mn и Fe и принадлежащих фазе Al_6(Mn,Fe) (рис. 6.1а,б). В данной фазе обнаруживается также локализация Cr. Ввиду пониженного содержания примеси Si выявлены только единичные включения фазы Mg_2Si. Основной проблемой для промышленных магналиев является необходимость формирования пересыщенного Mn и Cr твердого раствора, для чего требуются более высокие температуры заливки и большие скорости кристаллизации. Неравновесная растворимость хрома уменьшается при увеличении степени легированности сплавов, т.е. увеличение содержания Mg и Mn приводит к необходимости снижать содержание Cr и наоборот. При получении листа сплава 1565ч с пониженным содержанием марганца (0.6-0.7%) по стандартной технологии с малой степенью холодной деформации 35-40% - размер зерна выше целевых значений и достигает 32-35 мкм в продольном направлении. Соответственно, с учетом полученных ранее закономерностей и технологических возможностей, содержание дисперсоидообразующих элементов повысили до максимально-возможных значений. В сплаве с Mn на нижнем пределе ~0.6% возможно до ~0.12%Cr, при этом встречаются единичные первичные кристаллы, а вторая фаза представлена в основном эвтектическими включениями размерами несколько микрометров.

В слитках как стандартной толщины 400 мм, так и уменьшенной 340 мм, в сплаве с повышенным содержанием 1.0% и 0.1%Cr, кроме фазы Al_6(Mn,Fe), формируются единичные грубые первичные включения фазы богатой магнием и марганцем ($Al_{18}Mg_2Mn_3$) размером до 160 мкм (рис.6.1а), ввиду чего для сплава оптимизированного состава

содержание марганца снизили до 0.9-0.95%, хрома до 0.06%. С учетом положительного эффекта цинка на показатели сверхпластичности, отмеченного ранее, его содержание повышено до 0.7%. Морфология частиц кристаллизационного происхождения не меняется при гомогенизационном отжиге, а из твердого раствора выделяются дисперсоиды с характерным для Al_6Mn неравномерным распределением по сечению дендритной ячейки (рис.6.1б,в). Согласно данным, полученным на сплавах аналогичных составов, дисперсоиды принадлежат фазе $Al_6(Mn,Fe,Cr)$, что описано в Главе 2 [47,73].

После прокатки размер крупной фракции частиц, имеющих кристаллизационное происхождение, варьируется от 1 мкм до 20 мкм, доля таких частиц около 1.5%. При этом слиток меньшей толщины 340 мм ввиду большей скорости охлаждения при литье обеспечивает большую дисперсность частиц фаз кристаллизационного происхождения 0.5-10 мкм и пониженную их объемную долю не более 1%. Частицы микронных размеров имеют преимущественно эвтектическое происхождение и, как отмечено выше, способны уменьшать размер зерна ввиду увеличения числа мест зарождения центров новых зерен при рекристаллизации. При этом грубые включения размером в десятки микрометров нежелательны, так как могут инициировать порообразование и приводить к преждевременному разрушению при деформации, поэтому их формирования нужно избегать.

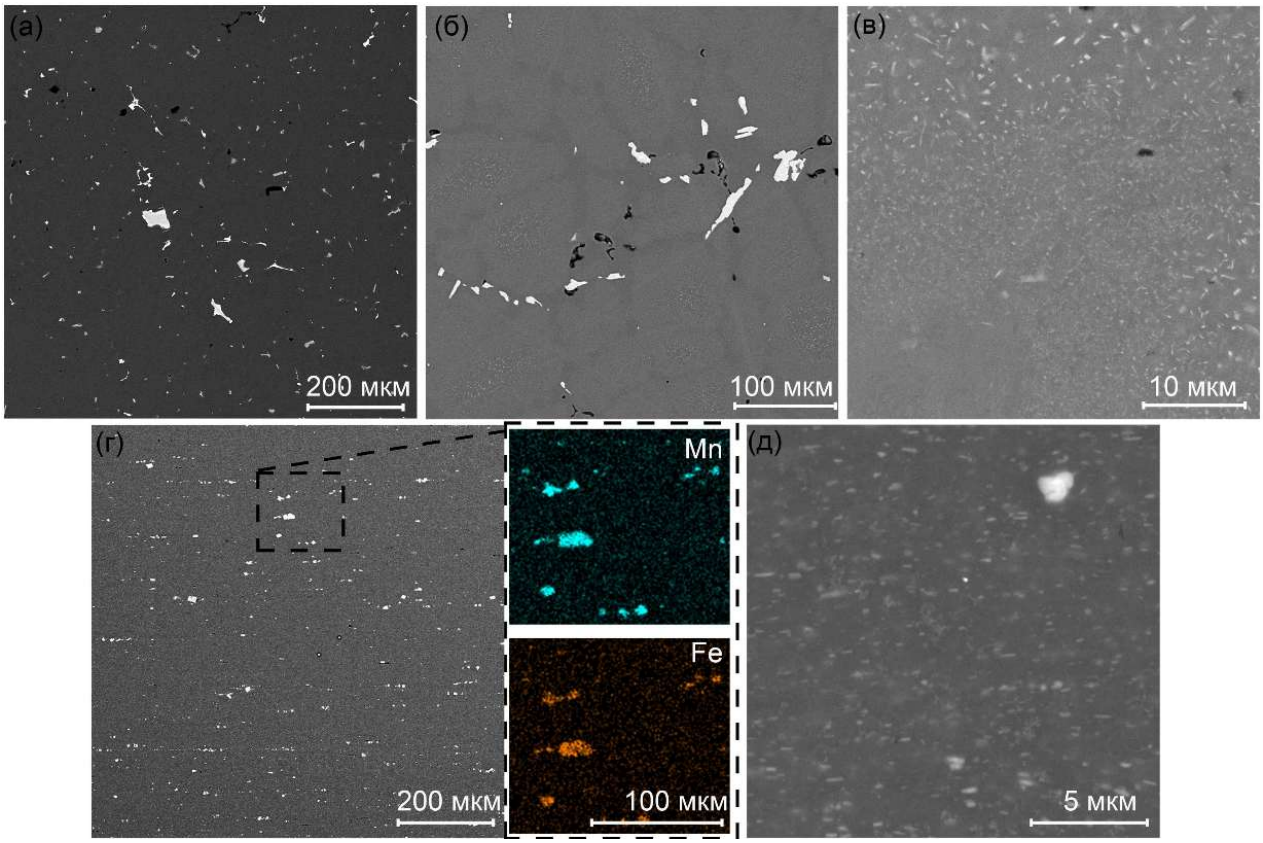


Рисунок 6.1 - Микроструктура (а-в) слитка и (г,д) холоднокатанных листов сплава 1565ч толщиной (г) 1.2 мм, (д) 1.6 мм; врезка на (г) карты распределения марганца и железа

Дисперсные выделения Al_6Mn фазы размером менее 0.5 мкм (рис.6.1в) образуются при отжиге слитка и измельчаются при последующей термомеханической обработке, принимая однородное распределение в матрице [40]. Можно отметить относительно высокую плотность дисперсных частиц в матрице и их равномерное распределение после прокатки.

Отжиг в течение 15 мин при температурах 480-540 °С имитирует нагрев до температуры СПД, т.е. моделирует структуру перед началом деформации. Зеренная структура после отжига представлена рекристаллизованными зернами (рис. 6.2). Размер зерна уменьшается с увеличением степени деформации при прокатке, и, соответственно, с уменьшением толщины листа. Более дисперсная структура формируется в листах, полученных с обжатием при холодной прокатке (73-80%) в интервале температур 480-520 °С, где размер 7.3-8.3 мкм. Размер зерна слабо зависит от степени деформации при прокатке при использовании более высокой температуры отжига 540 °С, достигая значений 9.3-11 мкм. Отметим, что интенсивный рост зерен при температурах вблизи солидуса характерен для сплавов Al-Mg-Mn без Cr или при малом его содержании [52].

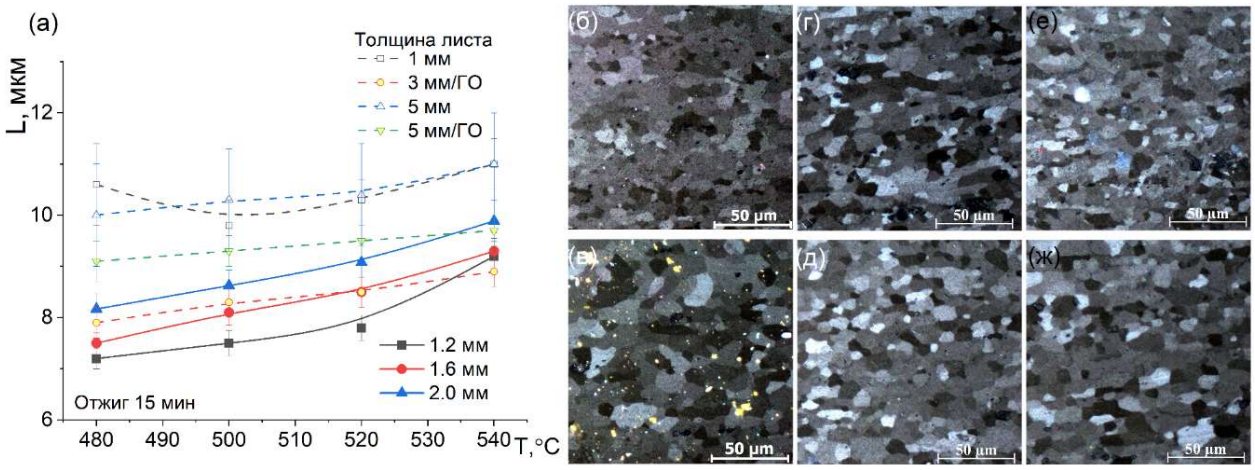


Рисунок 6.2 - Зависимость среднего продольного размера зерна от температуры отжига (время отжига 15 мин) (а) и зеренная структура листов толщиной (б) 2 мм, (в) 5 мм (г,д) 1.6 мм и (е,ж) 1.2 мм после отжига при (б,г,е) 480 °С и (в,д,ж) 540 °С

В сплаве с 0.8%Mn (пунктирные линии на рис.6.2а) при степени обжатия 50-67% зерно ~ 10 мкм и слабо меняется при увеличении температуры отжига. Меньший размер зерна в листах повышенной толщины обеспечивает режим с промежуточным гетерогенизационным отжигом - размер зерна уменьшается до 8 мкм в заготовках толщиной 3 мм и 9 мкм в заготовках толщиной 5 мм.

Ввиду неоднородности распределения деформации после ВИК с $\sum e = 6.3$ структура неоднородна с бимодальным распределением зерен по размерам с крупными зернами размером от 13 до 150 мкм на периферии образца и 1.2±0.1 мкм в центре заготовки (рис.6.3) [64,77]. Средний размер зерна в мелкозернистой области увеличивается до 1.9 ± 0.1, 5.0 ±

0.2 и 9.4 ± 0.2 мкм после отжига при 450, 500 и 540 °С соответственно, при этом неоднородность по размерам сохраняется.

Технология в которой ВИК заменяет горячую прокатку обеспечивает высокую однородность рекристаллизованной структуры с более узким интервалом зерен по размерам (2-13 против 2-26 мкм) (рис.6.3з,и,м), доля мелких зерен увеличивается, а КФ зерен растет с 0.73 до 0.79. Средний размер зерна составляет 4.8±0.1 мкм для образца, полученного ВИК и холодной прокаткой и 8.0±0.3 мкм при использовании горячей и холодной прокатки.

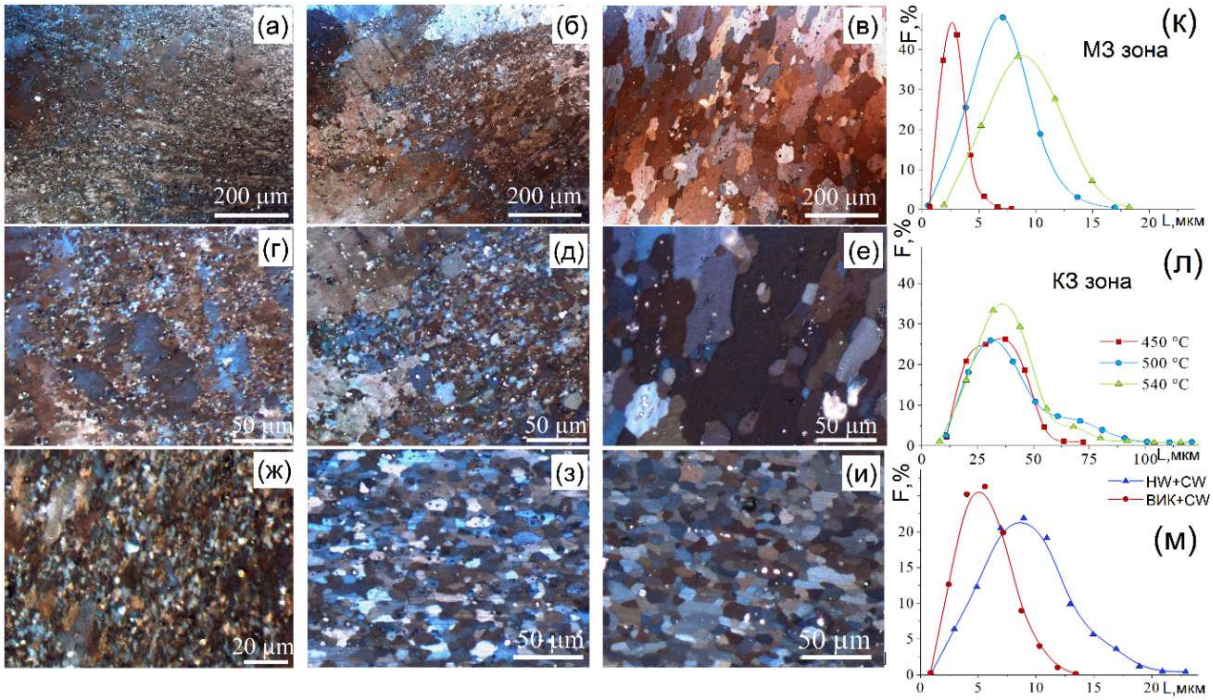


Рисунок 6.3 - Зеренная структура центральной части образца после изотермической ковки при 350 °С с накопленной деформацией 7.2 и 30 мин отжига при (а,г,ж) 450, (б,д) 500 и (в,е) 540 °С в течение; (з,и) зеренная структура после отжига при 500 °С образца, полученного ВИК с последующей прокаткой, в сравнении с образцом, полученным традиционной горячей и холодной прокаткой на 67%; (к-л) - распределение зерен по размерам в мелкозернистой и крупнозернистой областях после ВИК и отжига и (м) после отжига прокатанных заготовок [65]

6.1.1.2 Анализ показателей сверхпластичности

Показатели сверхпластичности листов сплава 1565ч с микрозеренной структурой, полученных по разным технологиям, сравнивали с показателями сверхпластичности сплава 5083sp [347] состава Al-4.8Mg-0.9Mn-0.1Cr-0.05Si-0.06Fe без добавок Zn и Zr, произведенного серийно непосредственно для сверхпластической формовки и имеющего близкий исходный размер зерна (7.8 ± 0.1 мкм после отжига при 520 °С).

Зависимости напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах имеют сигмоидальную форму (рис.6.4а-в, 6.5а-в). Максимум показателя *m* растет с 0.6 до 0.7 и его положение сдвигается с 1×10^{-3} до 3×10^{-3} $с^{-1}$ с увеличением

температуры от 480 до 540 °С. При условиях равного размера зерна, в сплаве 1565ч с малой добавкой цинка наблюдали более высокие значения показателя *m* по сравнению с 5083sp (рис.6.4а,б). Таким образом, влияние цинка на показатель *m* в промышленных сплавах на основе Al-Mg аналогично модельным сплавам. При этом максимум показателя *m* соответствует скоростям (1-2)×10^{-3} $с^{-1}$ в обоих сплавах. Данные значения слабо зависят от степени деформации при прокатке и от содержания Mn - 0.8-0.9%.

Как и при испытаниях со скачковым повышением скорости деформации, напряжения течения при постоянной скорости деформации в интервале 1×10^{-3} - 1×10^{-2} $с^{-1}$ существенно ниже в сплаве 1565ч, чем в 5083sp (рис. 6.4л,е,и,к), несмотря на близкий исходный размер зерна. Относительное удлинение сплава 1565ч (рис. 6.4д,е заполненные символы) также больше, чем 5083sp (рис. 6.4д,е выколотые символы).

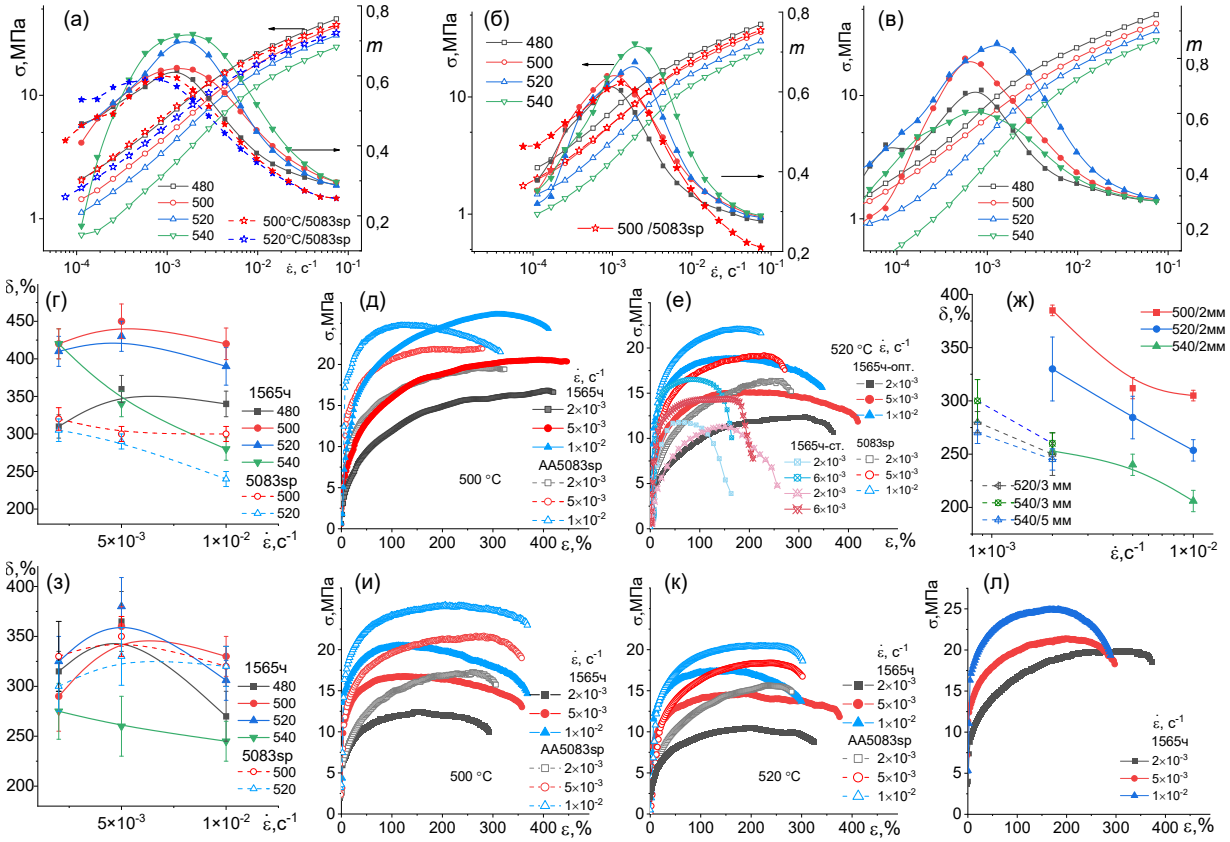


Рисунок 6.4 - (а-в) Зависимости напряжения течения, показателя *m* и (г,з,ж) относительного удлинения от скорости деформации; (д,е,и,к,л) кривые деформации: (д,и,л) при 500 °С, (е,к) при 520 °С для (а,г-е) листов сплава 1565ч в сравнении с 5083sp толщиной 1.2 мм и (б,з-к) для листов 1565ч в сравнении с 5083sp толщиной 1.6 мм, (ж,л) толщиной 2 мм (на ж пунктиром нанесены данные удлинений для листов толщиной 3-5 мм с гетерогенизационным отжигом)

Максимальные значения удлинения достигнуты при температурах 500-520 °С: 400-450%. При меньшей степени деформации прокаткой (лист 1.6 -5 мм, рис. 6.4е-к,л или лист 1 мм, полученный с 70% обжатием рис. 6.5) относительные удлинения уменьшаются до 230-380% ввиду увеличения среднего размера зерна. Для листа 1565ч толщиной 3-5 мм,

полученного с применением технологии с гетерогенизационным отжигом относительное удлинение 230-270 % при скорости 1×10^{-3} $с^{-1}$ при напряжении течения 6-8 МПа [54]. При этом сплав с 0.6 %Mn, полученный прокаткой на 50-67%, проявляет слабые признаки сверхпластичности (рис.6.4е, точки с крестиком). Использование схемы с гетерогенизационным отжигом для тонких листов не эффективно, так как размер зерна при степени деформации 80% не зависит от режима гетерогенизационного отжига [54,71].

Применение ВИК по выбранному режиму, ввиду неоднородности структуры, приводит к ухудшению показателей сверхпластичности, максимум *m* сдвигается в сторону на порядок меньших скоростей деформации, а напряжения увеличиваются (рис.6.5). При этом наибольшие удлинения, на 30-100% выше, чем при прочих режимах обработки, обеспечивает технология с применением ВИК и прокатки, но максимум удлинения в 500% получен в условиях типичных для данных сплавов при $(1\text{-}2)\times10^{-3}$ $с^{-1}$ и подсолидусной температуре. Таким образом, хотя ВИК совмещенная с холодной прокаткой и приводит к уменьшению размера зерна и росту относительного удлинения по сравнению с традиционной горячей и холодной прокаткой, повысить скорости деформации или снизить температуру данным путем не удается. Необходимо увеличивать накопленную деформацию, что приведет к неоправданному росту себестоимости получения заготовок.

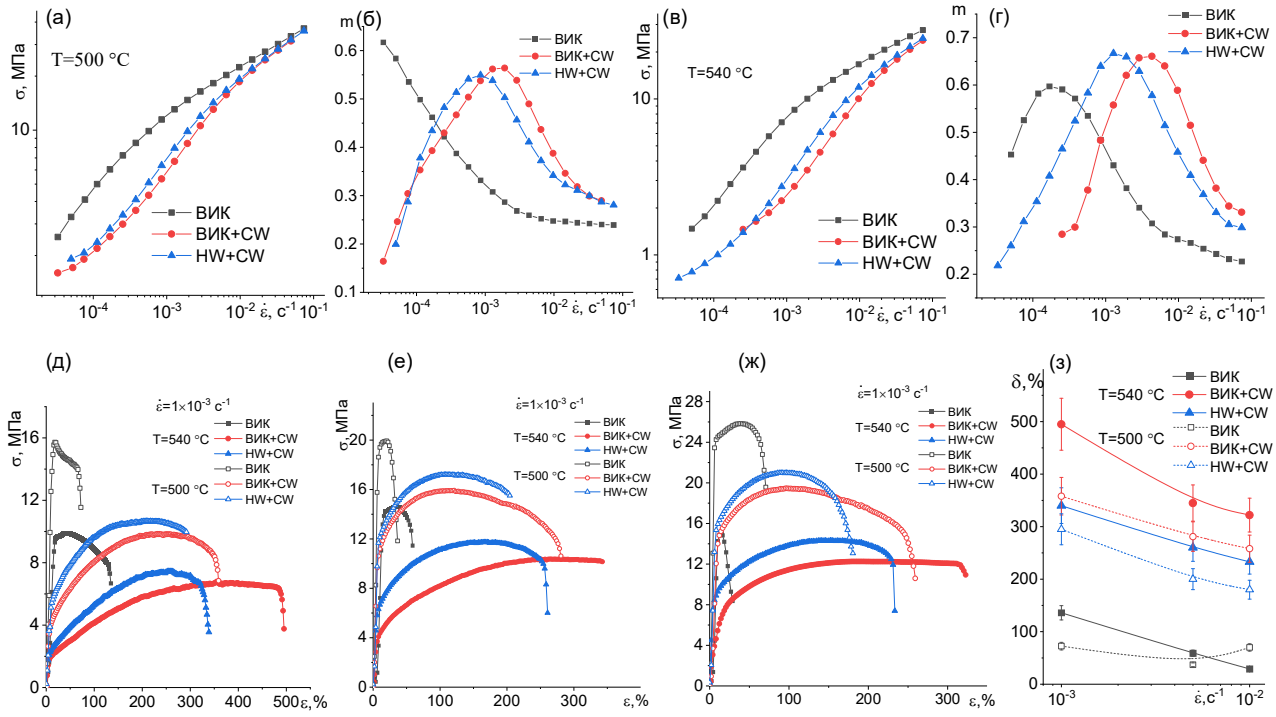


Рисунок 6.5 - Показатели сверхпластичности сплава 1565ч, полученного по разным режимам обработки (ВИК при 350 °С, ВИК 350 °С с последующей холодной прокаткой 70%, горячая прокатка и холодная прокатка 70%) [65]

Для листов с 0.9%Mn толщиной 1.2-2 мм наилучшей температурой СПФ можно считать 500-520 °С и скорость деформации $(2\text{-}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. Важно, что удлинения 300-320%,

а при толщине листа 1.2 мм - 400%, получены при постоянной скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$, что позволит повысить производительность СПФ. По данным [348] улучшение показателей сверхпластичности сплава возможно при получении заготовки кручением под высоким давлением. Метод позволяет снизить температуру проявления сверхпластичности в сплаве 1565ч до 250-300 °С, но размеры заготовки в таком случае ограничены десятками миллиметров.

Таким образом, эффективным подходом для получения сверхпластичных листов сплава 1565ч является увеличение содержания марганца до 0.9-0.95% и увеличение степени обжатия при холодной прокатке до 80%. Получение сверхпластичных листов повышенной толщины 3-5 мм, т.е. с уменьшенной степенью деформации прокаткой, для сплава 1565ч возможно при условии применения промежуточного гетерогенизационного отжига. Отметим, что сплав 1565ч оптимизированного состава имеет лучшие показатели сверхпластичности, чем 5083.

6.1.1.3 Анализ механических свойств до и после сверхпластической деформации

Механические свойства при комнатной температуре определяли на универсальной испытательной машине Zwick Z250 по ASTM E8/E8M–11 (ширина рабочей части 6 мм, расчетная длина 25 мм). Результаты для всех состояний обобщены в таблице 6.1.

Для образцов стандартного состава со средним содержанием по марке 0.7-0.8%Mn, полученных с использованием холодной прокатки с обжатием 50-70%, в холоднокатаном состоянии предел текучести 235 МПа, предел прочности 475 МПа и удлинение 10%, после рекристаллизационного отжига при 500-520 °С значения предела текучести равны 150-180 МПа, предела прочности 300-360 МПа [79], что согласуется с данными [349].

ВИК обеспечивает увеличение предела текучести до ~300 МПа и предела прочности при растяжении до ~400 МПа, и, несмотря на неоднородную зеренную структуру, относительное удлинение 17% [64]. Более высокие прочностные характеристики – результат формирования микрозеренной структуры, ~50% зерен имеют размер менее 2 мкм. Прокатка подвергнутых ВИК образцов увеличивает предел текучести до 500 МПа при снижении относительного удлинения до 3%. Рекристализационный отжиг при 500 °С для образцов, обработанных по режиму ВИК совместно с последующей прокаткой, с однородной рекристаллизованной структурой обеспечил повышенные для рекристаллизованного состояния прочностные характеристики ($\sigma_{0.2}$ = 195 МПа, σ_B = 335 МПа) и максимальные удлинения при комнатной температуре (27%) [79].

Среднее значение предела текучести листа сплава опытной партии с повышенным содержанием марганца 0.9% при толщине 1.2 мм - 195 МПа, при 1.6 мм - 190 МПа.

Объяснить больший предел текучести по сравнению со значениями для серийно произведенных листов можно в первую очередь ростом вклада зернограничного упрочнения в листе 1.2 мм, т.е. эффектом Холла-Петча, а также ростом доли дисперсных частиц. Предел прочности составил 363-375 МПа, относительное удлинение 19-22%, при этом разницы в пределе текучести при комнатной температуре между продольными и поперечными образцами не выявили - снижение характеристик в поперечном направлении находится в пределах доверительного интервала. Относительное удлинение сплава 1565ч несколько ниже, однако предел текучести и предел прочности выше на 17-18%, чем у 5083sp. Более низкие значения относительного удлинения в 1565ч можно объяснить наличием фракции крупных частиц размером 10-20 мкм, имеющих неравноосную форму.

Таблица 6.1. Механические свойства сплава 1565ч при комнатной температуре

Сплав	Состояние	Размер зерна, мкм	Механические свойства		
			$\sigma_{0.2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
5083sp / 1.2 мм	520°C,15 мин –	7.8	171 ± 3	333 ± 4	26 ± 1
	100%/520°C/$2\times10^{-3}c^{-1}$	8.9	143 ± 8	297 ± 9	17.1± 0.3
1565ч (0.7Mn)/3 мм (50% холодная прокатка)	520°C, 15 мин	35	150 ± 5	345± 4	21 ± 2
1565ч-(0.7Mn) / 1 мм	500 °C, 30 мин	10	175 ± 5	320 ± 5	21 ± 1
1565ч-(0.7Mn)/ 3 мм (технология с гетерогенизацией)	520°C, 15 мин	10	177 ± 7	365± 5	23 ± 1
1565ч-(0.8Mn) / ВИК	350°C/Σe=4.8,	1.5	300 ± 5	405 ± 4	17 ± 1
1565ч-(0.8Mn) / ВИК + холодная прокатка 67%	нагартованное	-	500 ± 5	525 ± 7	3 ± 1
	500 °C, 30 мин	4.8	195 ± 3	335 ± 5	27 ± 2
1565ч-(0.8Mn) / холодная прокатка 67%	нагартованное	-	235 ± 5	475 ± 6	10 ± 1
	500 °C, 30 мин	8.0	175 ± 5	320 ± 5	21 ± 1
1565ч-(0.9Mn) / холодная прокатка 80%, 1.2 мм	520°C,15 мин	7.5	194±2/195±2	375±3/369±2	21±2/22±1
1565ч-(0.9Mn) холодная прокатка 73%, 1.6 мм	520°C,15 мин	8.3	190±2/189±2	374±3/363±3	21±1/19±1
1565ч-(0.9Mn) СПД / <1.2 мм	60%/520°C/$2\times10^{-3}c^{-1}$	13	177 ± 5	345±5	19±1
	220%/520°C/$2\times10^{-3}c^{-1}$	15	172 ± 2	350±1	17±1
	100%/520°C/$5\times10^{-3}c^{-1}$	14	175 ± 3	350±1	17±2

Для анализа влияния СПД на механические свойства использовали лист сплава 1565ч толщиной 1.2 мм с наилучшими показателями сверхпластичности. Сверхпластическая деформация листовых заготовок (полос) проведена при температуре 520 °C и начальной скорости деформации 2×10^{-3} c^{-1} на ~60 и 220% и при 5×10^{-3} c^{-1} на ~100%. Образцы вырезаны из центральной части деформированной заготовки (рис. 6.6). Зерна вытягиваются в

направлении оси деформации, средний продольный размер зерна увеличивается до 13±1 мкм после деформации 60-100% при (2-5)×10^{-3} $с^{-1}$ и до 15±1 мкм после 220% при 2×10^{-3} $с^{-1}$, т.е. слабо зависит от выбранных режимов деформации. Динамический рост зерен характерен для сверхпластичных сплавов, в том числе возможно вытягивание зерен вдоль оси деформации. Рост в продольном направлении является результатом действия механизмов дислокационной и диффузионной ползучести, которые необходимы для аккомодации зернограничного скольжения. Данные механизмы могут вносить значительный вклад в общее удлинение при сверхпластическом течении в сплавах исследуемой группы, полученных простой термомеханической обработкой, что было показано в Главе 5. После деформации выявили формирование пор по границам зерен, однако их доля менее 0.5% после 60-100% деформации и не превышает 0.8% после деформации 220%. Поры формируются главным образом вблизи крупных неравноосных частиц 10-20 мкм.

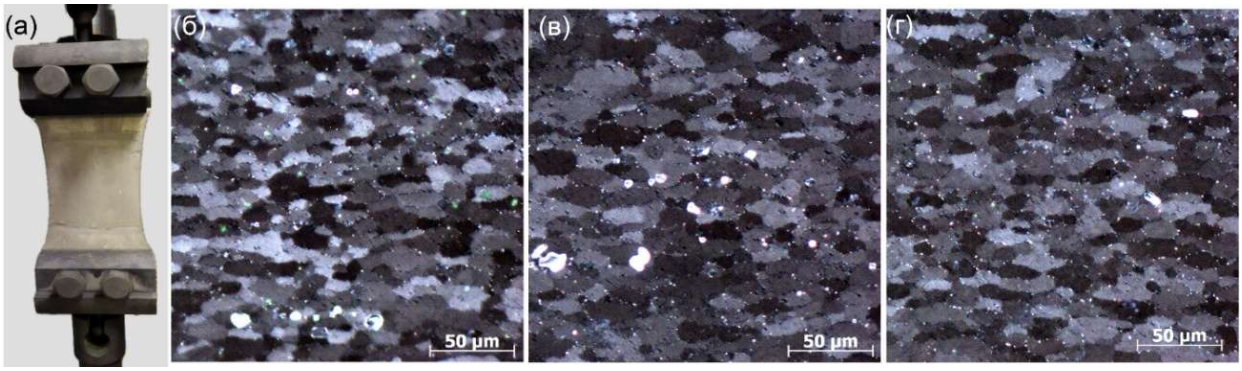


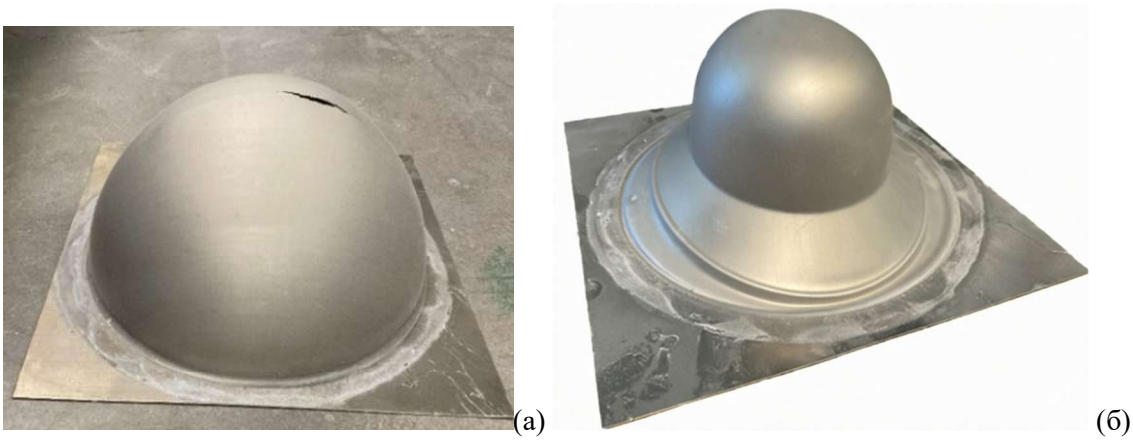
Рисунок 6.6 - (а) Листовой образец после деформации растяжением на ~60% и зеренная структура сплава после СПД при 520 °С (б) ~60% и (в) 220% со скоростью деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$, (г) ~100% со скоростью деформации 5×10^{-3} $с^{-1}$ [110]

Значения предела текучести и предела прочности после СПД снижаются с 194 до 177-172 МПа и с 375 до ~350 МПа соответственно. Относительное удлинение также несколько уменьшается с 21 % до 17-19%. Снижение механических свойств можно связать с динамическим ростом зерен при СПД и остаточной пористостью. При этом прочностные характеристики после формовки остаются выше гарантируемых для сплава 1565ч в отожженном состоянии и выше, чем для отожженных листов сплава 5083sp. Повысить характеристики пластичности и снизить пористость возможно при использовании больших скоростей кристаллизации, т.е. уменьшении толщины слитка и при повышении температуры перегрева расплава перед заливкой.

6.1.1.4 Сверхпластическая формовка модельных деталей

Оценка формуемости листов сплава 1565ч проведена в условиях свободной выдувки давлением газа купола диаметром 330 мм со скоростью деформации ~2×10^{-3} $с^{-1}$ (давление

газа 1.5 атм) и температуре 510±3 °С. Высота купола до разрушения при 1.2 мм равна 170-175 мм (рис. 6.7). Сверхпластическую формовку в матрицу проводили при температуре 515±5 °С со скоростями 2×10^{-3} и 1×10^{-2} $с^{-1}$. Режим давление - время для модельных деталей выбранной геометрии рассчитывали с использованием значений напряжения течения, полученных по результатам испытаний на одноосное растяжение. Формовали детали сравнительно простой формы в виде чаши и более сложной формы - чаши с одним или четырьмя выступами, что имитировало одновременное действие вытяжки и обтяжки при формоизменении [110].



(а) (б)

Рисунок 6.7 - Куполообразные детали, полученные (а) свободной выдувкой (б) в матрицу при температуре 510 °С со скоростью деформации около 2×10^{-3} $с^{-1}$ (размер карточки 400×400 мм, толщина листа 1.2 мм) [110]

Лабораторная установка собрана на базе испытательной машины У10-Т, обеспечивающей нагрузку 10 тонн, оснащенной односекционной печью сопротивления, внутри которой помещена изготовленная из жаропрочного никелевого сплава и состоящая из двух частей разъемная оснастка внутренним диаметром 120 мм с двумя технологическими отверстиями для подачи газа и вывода воздуха. Пуансоном при СПФ служит газ, в данном случае применяли аргон высокой чистоты марки 5.5 (99.9995%) в баллоне. Подачу газа осуществляли из баллона механически, давление регулировали/контролировали дополнительными редукторами на входе и выходе из оснастки. Образец помещали в нагретую до заданной температуры печь. Усилие прижима листа по периметру уплотнительного кольца оснастки поддерживали постоянным во избежание утечки газа при СПФ, для выбранного диаметра детали усилие составляло 1.5 тонны.

Методом СПФ при температуре 515 ± 5 °С получены осесимметричные модельные детали диаметром 115 мм с точным воспроизведением гравюры матриц разных геометрий (рис. 6.8). Максимальное давление газа при формовке варьировалось от 2.5-3.3 ат. для

скорости 2×10^{-3} $с^{-1}$ до 3.7 ат. – для скорости 1×10^{-2} $с^{-1}$. Места наибольшей деформации на детали указаны стрелками на рис. 6.8. Толщина серединного сечения отформованной детали наиболее простой формы, полученной из листа 1.2 мм при скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$, составляла от 1 мм в основании до 0.75 мм в углах (рис. 6.8а,б). Для детали более сложной формы, полученной при скорости деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$, толщина в критической точке с максимальной деформацией составила 0.51 мм для листа исходной толщины 1.2 мм (деформация e = 0.86) и 0.57 мм для листа толщиной 1.6 мм (деформация e = 1.03). Ввиду меньшего размера зерна лист толщиной 1.2 мм демонстрирует более равномерное течение при формовке.

Полученного относительного удлинения в 230% для листа 5 мм достаточно для формообразования простой детали куполообразной формы и сверхпластическая формовка на такой листовой заготовке была опробована (рис. 6.9). Давление аргона не превысило 0.5 МПа (5.2 атм.), а время получения детали составило 4 минуты 15 секунд. Деталь с максимальной деформацией полностью воспроизводит гравюру матрицы [54].

Рисунок 6.8 - (а) Внешний вид детали, сложной формы, полученной сверхпластической формовкой, (б-г) половина детали разной геометрии полученных со скоростью (б) 10^{-2} $с^{-1}$, (а,в,г) 2×10^{-3} $с^{-1}$, (д) центральное сечение деталей [110]

Рисунок 6.9 – Формообразование детали куполообразной формы из 5 мм листа сплава 1565ч, полученного методом сверхпластической формовки [54]

Степень деформации после сверхпластической формовки полной детали данной формы составила 35% - уменьшение толщины с 5 до 3.25 мм в углах заготовки, а в вершине заготовки - 28% - уменьшение толщины до 3.6 мм.

6.1.2 Влияние технологических параметров получения листа на показатели сверхпластичности сплава 1545К

Цирконий (0.25–0.3 %) в матричных сплавах, благодаря наноразмерной $L1_2$-фазе, почти вдвое повышает удлинения по сравнению с Mn/Cr-содержащими композициями при одновременном снижении температуры и росте скорости деформации. Однако получение пересыщенного Zr твердого раствора требует высоких температур заливки и скоростей кристаллизации, что в магналиях затруднено из-за увеличения температуры ликвидуса с ростом содержания Mg (до ~770-800 °С) и опасности образования первичных кристаллов Al_3Zr. Необходимый перегрев расплава ведет к угару магния и ускоренному износу оборудования. В этих условиях более технологичным оказывается использование Sc для достижения требуемой объемной доли $L1_2$-фазы. Типичным представителем данной группы сплавов является 1570О с 6Mg и 0.3Sc (содержание циркония около 0.1%), но ввиду повышенной стоимости Sc большую перспективу использования имеют сплавы с пониженным содержанием данного элемента, например, 1580 или 1545К. Немаловажным фактором для производства СПФ деталей данных сплавов является получение сверхпластичного листа традиционными промышленными методами термомеханической обработки.

Проанализируем влияние режимов обработки с применением горячей, теплой и холодной прокатки на показатели сверхпластичности на примере сплава 1545К (Al-4.7Mg-0.3Mn-0.21Sc-0.1Zr-0.02Cr-0.03Ti). В качестве исходной заготовки использовали горячекатаную плиту сплава толщиной 10 мм, полученную в заводских условиях прокаткой при температуре 380±20 °С. Сплав подвергали термомеханической обработке по следующим технологическим режимам [263]:

Режим 1 – горячая прокатка при 400±20 °С на 30 %, теплая прокатка при 200 °С на 86 %; *режим 2* – горячая прокатка при 400±20 °С на 30 %, прокатка при 20 °С на 86 %; *режим 3* – прокатка при 20 °С на 90 % с промежуточным отжигом при 250 °С, 3 ч; *режим 4* – теплая прокатка при 200±10 °С на 90 %; *режим 5* – теплая прокатка при 200± 10 °С на 70 %. Конечная толщина холоднокатаного листа составила 1 мм (режимы 1-4) и 3 мм (режим 5). Структура листов после 20 минут отжига при 450-500 °С волокнистая с единичными рекристаллизованными зернами (рис.6.10). Сплав практически не рекристаллизуется. После отжига при 550 °С структура неоднородная с признаками аномального роста зерен, вследствие огрубления $L1_2$ дисперсоидов [263].

Высокие значения относительного удлинения 400-560% вне зависимости от режима обработки сплав имеет при температуре 500 °С и скоростях деформации 2×10^{-3}-1×10^{-2} $с^{-1}$. Можно отметить, что образцы, полученные горячей прокаткой при температурах менее

400 °С с последующей теплой прокаткой при 200 °С (режимы 4 и 5) обеспечивают несколько меньшее напряжение течения и менее выраженное разупрочнение на кривых при повышенной скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ при однородном течении.

При СПД формируется рекристаллизованная структура. Размер зерна после деформации ~400% составляет 5-7 мкм, увеличиваясь с уменьшением скорости деформации, при этом практически не зависит от режима обработки. Снижение температуры до 450 °С приводит к снижению удлинений в два раза, при этом в структуре сохраняются нерекристаллизованные зерна, что соответствует данным главы 5 для модельных матричных сплавов с нерекристаллизованной структурой. В целом, зеренная структура и показатели сверхпластичности сплава 1545к матричного типа с высокой долей $L1_2$-фазы слабо зависят от режима обработки и степени деформации при прокатке, в отличие от сплава 1565ч. При этом температура, обеспечивающая наиболее устойчивое течение с максимальными удлинениями в обоих сплавах, составляет 500 °С.

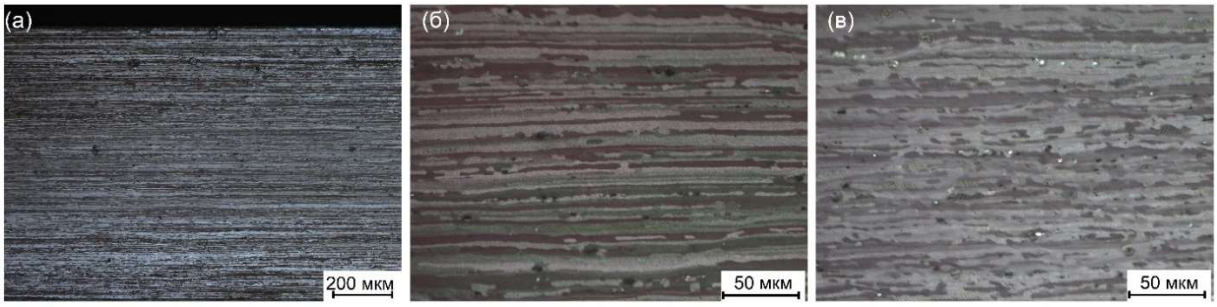


Рисунок 6.10 – Структура образцов сплава 1545к, полученных по режиму 1 (а, б), режиму 5 (в) после 20 мин отжига при 500 °С [263]

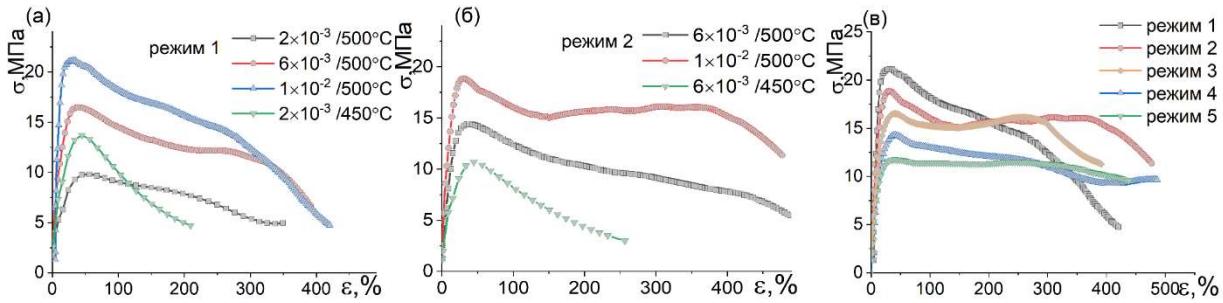


Рисунок 6.11 - Кривые растяжения при СПД с постоянными скоростями деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$ - 1×10^{-2} $с^{-1}$ при температуре 450-500 °С образцов сплава 1545К, полученных по режимам (а) 1 и (б) 2, (в) сравнение всех режимов при 1×10^{-2} $с^{-1}$ и температуре 500 °С [263]

6.2 Сплавы с псевдоматричным типом структуры

Высокоскоростную сверхпластичность при 10^{-2}-10^{-1} $с^{-1}$ и температуре 460±20 °С показали сплавы с крупными частицами эвтектического происхождения и $L1_2$ дисперсоидами, образованными цирконием или скандием совместно с цирконием. Достаточно хорошими свойствами обладают сплавы с Mn-содержащими дисперсоидами. Общим для большинства сплавов является не только структурный тип, но и эвтектико-

образующий элемент – никель или никель в паре с железом. Заменой никелю в случае магналиев успешно служит церий.

Экспериментальные сплавы разработаны на основе разных систем легирования (Al-Mg, Al-Mg-Si-Cu, Al-Zn-Mg-Cu) и запатентованы. Далее для каждого сплава описаны особенности технологии получения, анализ механических свойств при комнатной температуре и примеры модельных деталей, подтверждающие способность сплавов к сверхпластической формовке при повышенных скоростях деформации.

6.2.1 Сплавы Al-Mg-Fe-Ni/Ce-(Mn, Zr, Sc)

Сплавы имели химический состав в пределах заявленного в патентах (EA 033989 B9 и RU 2817627 C1) – Al-(3.8-5.5)%Mg-(0.6-1.2)Ni-(0.6-1.2)Fe-(0.05-0.8)Mn-(0.05-0.25)%Cr-(0.1-0.3)%Zr-(0.03-0.3)%Sc в том числе с (0.4 - 1.3)%Zn и содержали примесь кремния от 0.03 до 0.08%Si. В представленных в данной Главе сплавах содержание магния составляло 4.8%, циркония менее 0.2%, скандия 0.05-0.1%. Для сравнения с основной системой приведены данные для альтернативной пары эвтектикообразующих элементов Fe и Ce вместо Fe и Ni, запатентованный (Патент RU 2772479 C1) в диапазоне концентраций Al-(4.5-5.5)%Mg-(0.6-1.2)%Ce-(0.5-0.9)%Fe-(0.1-0.7)%Mn-(0.1-0.3)%Zr-(0.05-0.3)%Sc. Слитки толщиной 30 мм получены в лабораторных условиях методом полунепрерывного литья со скоростью охлаждения ~10 К/с. Слитки гомогенизировали при температурах 350-460 °С, выбранных по результатам представленным в Главах 1-2,4, с целью получения наиболее однородной структуры с высокой плотностью распределения дисперсоидов и равноосных частиц фаз эвтектического происхождения. Для получения листов слитки подвергали горячей прокатке при 420 ±20 °С до 2-6 мм и далее холодной прокатке до конечной толщины 1.1±0.1 мм. Сплавы с повышенным содержанием марганца прокатывали с обжатием ~80%, сплавы со скандием ~50-65%. Режимы термомеханической обработки выбраны, основываясь на результатах исследований сплавов с матричным типом структуры и данных о влиянии степени деформации при холодной прокатке или соотношения горячая/холодная прокатка на показатели сверхпластичности. Для сравнения сплава с 0.2%Zr и 0.1%Sc получали по технологии, включающей ВИК при 350 °С с накопленной деформацией Σe=12. Исходная зеренная структура и показатели сверхпластичности сплавов описаны патентах и в Главе 4.

6.2.1.1 Механические свойства при комнатной температуре

Крупные частицы, измельчая зерно до ~4 мкм, обеспечивают более высокий предел текучести: при 5.7 % Mg – ~215 МПа, при 4.8 % Mg – ~190 МПа, что выше, чем у 1565ч и

AA5083 с близким содержанием Mg и более крупным зерном (таблица 6.2). Примесь Si до ~0.15% практически не влияет на механические свойства. После 100% деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях предел текучести сплавов с Mn-содержащими дисперсоидами и исходной рекристаллизованной структурой снижается всего на 10-20 МПа ввиду незначительного роста зерна и низкой остаточной пористости.

Таблица 6.2 Механические свойства экспериментальных магналиев с псевдоматричным типом структуры

Сплав (мас.%).	режим	Размер зерна, мкм	$\sigma_{0.2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
Al-5.7Mg-0.8Ni-0.6Fe-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr	540 °C, 20 мин	4.2	215±5	330±5	20±1
	540 °C, 20 мин и экспресс тест корроз.	4.2	210±5	320±5	18±1
Al-4.8Mg-0.8Ni-0.6Fe-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr	540 °C, 20 мин	4.8	193±2	329±4	22±1
	540 °C, 20 мин, экспресс тест корроз.	4.8	197±4	336±4	16±2
	540 °C, 20 мин, 30 суток корроз.	4.8	199±3	324±4	15±2
	e=0.69 , 540 °C, 1×10^{-2}с $^{-1}$	5.6	182±5	318±4	14±2
Al-4.78Mg-0.85Ni-0.62Fe-0.63Mn-0.14Cr-0.1Zr-0.12Si	540 °C, 20 мин	5.0	202±2	367±3	20±1
Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc	Холодная прокатка 67%	н/р	470±5	500±7	5±1
	460 °C, 20 мин	н/р	270±7	385±8	14±2
	460 °C, 20 мин и экспресс тест корроз.	н/р	265±8	380±8	11±2
	e=0.69, 460 °C, 1×10^{-2}с $^{-1}$	частично н/р	240±5	355±9	13±2
	ОТП	2.8	212±5	340±10	21±3
	ВИК 350 °C Σe=12	1.3	440±5	465±6	3±1
	ВИК, 460 °C, 20 мин	3.6	230±5	346±5	24±1
Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc-0.14Si	460 °C, 30 мин	н/р	272±5	380±8	13±1
Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc-0.7Zn	460 °C, 30 мин	н/р	260±8	385±5	13±1
Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.15Cr	500 °C, 30 мин	3.8	192±5	332±5	25±1
	500 °C, 30 мин, экспресс тест корроз.	3.8	195±5	330±5	24±1
	500 °C, 30 мин, 30 суток корроз.	3.8	195±5	335±3	26±2
	e=0.69, 500 °C, 1×10^{-2} с $^{-1}$	5	172±5	320±5	23±1
	e=0.69, 500 °C, 5×10^{-2} с $^{-1}$	4.5	182±5	348±5	23±1
Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.2Zr-0.1Sc	500 °C, 30 мин	н/р	220±5	354±5	13±1

Сплав с 0.1%Sc ожидаемо демонстрирует наибольшие прочностные характеристики. Ввиду процессов возврата предел текучести снижается с 470 МПа в нагартованном состоянии до 270 МПа после отжига при 460 °C, 20 мин, характеристики пластичности растут с 5% до 14% [57]. Повышенный уровень прочностных свойств обеспечен не только

$L1_2$ нанодисперсоидами, но и нерекристализованной, субзеренной структурой. Однако ВИК, формируя практически УМЗ структуру со средним размером зерна ~1 мкм и повышенной плотностью дислокаций, обеспечивает существенный рост предела текучести до 440 МПа.

После 100 % сверхпластической деформации предел текучести снижается до 240 МПа вследствие динамической рекристаллизации. Образцы после ВИК и отжига, имея практически рекристаллизованную структуру, показали наименьший предел текучести (~230 МПа) при повышенной пластичности (удлинение 24 %). Обработка трением с перемешиванием снижает предел текучести до ~210 МПа, что связано с нагревом до ~500°C во время обработки (карты распределения температур при ОТП приведены в [101]) и огрублением выделений $L1_2$-фазы. Механические характеристики после коррозионных испытаний остались в пределах статистической погрешности неизменными; поверхность образцов сохранила исходный вид, а микроструктурный анализ не обнаружил признаков коррозии. Таким образом, разработанные сплавы обладают хорошей стойкостью к общей коррозии. Сплавы с никелем несколько темнеют при испытаниях на межкристаллитную коррозию и на локальных участках поверхности формируются области коррозионного поражения на глубину до 20 мкм. Образцы сплавов с церием не изменились и не обнаружили признаков межкристаллитной коррозии.

6.2.1.2 Анализ формуемости и сверхпластическая формовка модельных деталей

Результаты формовочных тестов образцов конусного типа (cup-test проведен в промышленных условиях) для сплавов в пределах состава Патента (EA 033989 B9) представлены на рисунке 6.12 и в таблице 6.3.

Таблица 6.3 - Результаты анализа формуемости псевдоматричных магналиев в сравнении с промышленным матричным сплавом AA5083

Образец	Тем-ра, °C	Скорость, c^{-1}	Время фазы 1, сек	Время фазы 2, сек	Высота конуса, мм	Высота H_R, мм	Мин. Толщина, мм	Толщина t_R, мм
Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.22Zr-0.05Mn								
1	489	0.01	35	129	31.1	23.8	0.27	0.51
2	489	0.005	55	275	28.8	24.1	0.41	0.54
Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ni-0.6Mn-0.1Cr-0.1Zr								
1	538	0.005	55	385	27.0	22.8	0.48	0.52
AA5083sp								
1	552	0.01	35	75	22.6	14.3	0.53	0.72
2	546	0.005	55	93	23.9	14	0.63	0.75
3	545	0.001	276	1322	27.0	23.5	0.5	0.65

В конце первой фазы истинная деформация конуса достигает 0.3. Начиная с этого момента, скорость деформации во второй фазе постоянна. Измеряли высоту конуса, высоту

в точке касания конуса с матрицей при разрушении. После разрезания конусов на две половины измеряли толщину материала в месте закругления и минимальную толщину.

Оптимальный скоростной диапазон для разработанного сплава составляет от 5×10^{-3} до 1×10^{-2} c^{-1}. Верхний предел интервала оптимален для сплавов с повышенным содержанием Zr и с Sc, нижний – для сплавов с повышенным содержанием Mn и без Sc. В промышленном сплаве AA5083 с зерном 8 мкм оптимальное значение скорости – $1\times10^{-3}c^{-1}$. При скорости деформации 1×10^{-2} c^{-1} для разработанного сплава без Sc высота конуса до разрушения на 40 % выше, чем у AA5083. Даже при 1×10^{-3} c^{-1} 5083 демонстрирует меньшие значения (таблица 6.3, рис. 6.12г). Таким образом, разработанный сплав обеспечивает более высокие показатели формуемости при скорости в 5-10 раз превышающей таковую для AA5083. Состав, легированный Mn при минимальном содержании Zr в 0.1%, демонстрирует высоту конуса, близкую к сплаву AA5083, однако достигает ее при скорости в 5 раз выше.

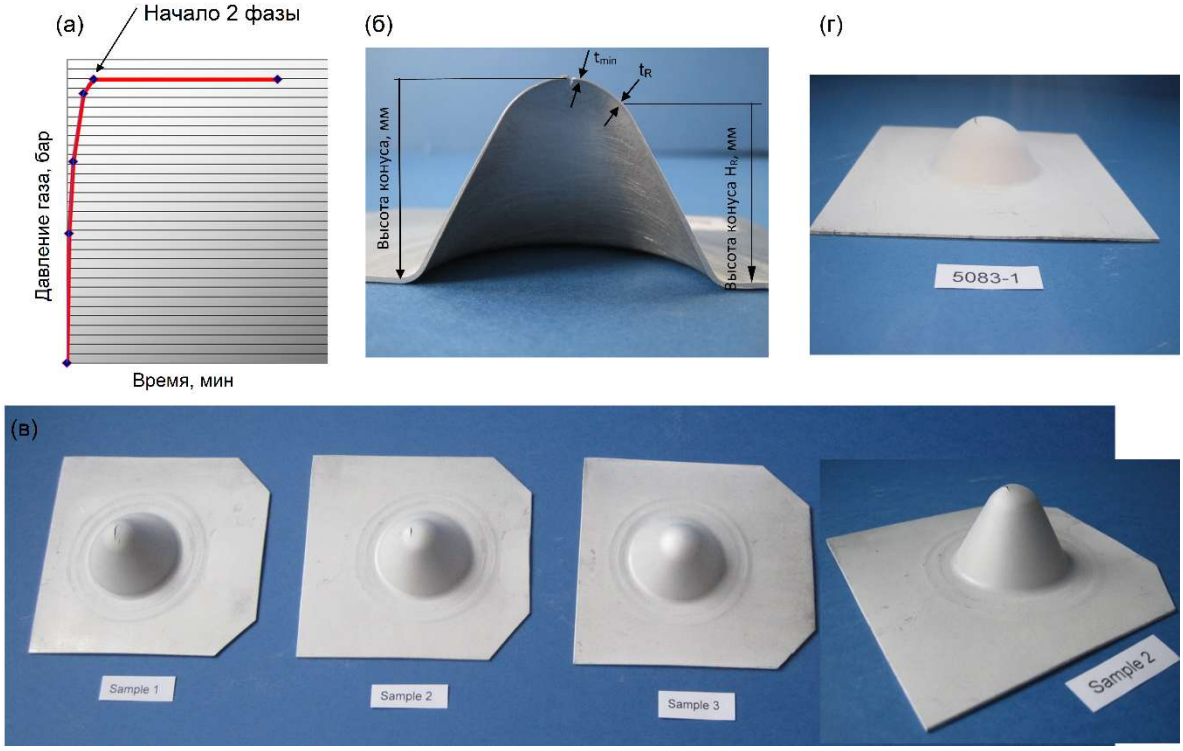


Рисунок 6.12 – (а) Схема изменения давления при испытаниях на формуемость, (б) деталь в разрезе и (в) фотографии полученных образцов экспериментальных сплавов (скорости 5×10^{-3} - 1×10^{-2} c^{-1}) в сравнении с (г) AA5083 (скорость деформации 1×10^{-3} c^{-1})

Из листов сплавов экспериментальных составов получены осесимметричные детали типа «крест» и «купол» диаметром 115 мм (рис. 6.13). Способность воспроизводить тонкий рельеф проверена формовкой декоративного элемента, который до мельчайших деталей, повторяет гравюру матрицы (рис. 6.13г). Режимы формовки (давление-время) выбирали на основании кривых одноосного растяжения, приведенных в Главе 4. Для скоростей

деформации 5×10^{-3} $с^{-1}$ и 1×10^{-2} $с^{-1}$ давление газа не превышало 6 и 8 атм соответственно.

Для анализа структурных изменений использовали модельные детали типа купол (центральный фрагмент детали, отобранный для анализа показан врезкой на рис. 6.13б), полученные при скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ и температуре 460±5 °С из сплава Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc с наилучшими показателями. По центральному сечению образца анализировали степень деформации, равномерность течения и микроструктурные параметры (размер и долю частиц, размер зерна и остаточную пористость) (рис. 6.14).

Морфология частиц эвтектического происхождения ожидаемо не меняется в процессе формоизменения. Объемная доля частиц равна 0.07±0.01%, а их размер составляет от 0.3 до 2.3 мкм (рис. 6.14). При этом средний размер частиц равен 1.2±0.1 мкм, что соответствует исходной структуре.

При деформациях менее 1.1 сохраняется нерекристаллизованный объем. Полностью рекристаллизация проходит в сплавах только в зонах с e> 1.5 (рис.6.14ж-и). Размер рекристаллизованных зерен варьируется от 1 до 7 мкм, а средний размер после деформации 1.7 составляет 3.7 ±0.2 мкм, после деформации 2.3 (около 900%) - 4.1±0.2 мкм. Указанные значения близки к значениям, полученным по результатам ДОЭ после одноосного растяжения.

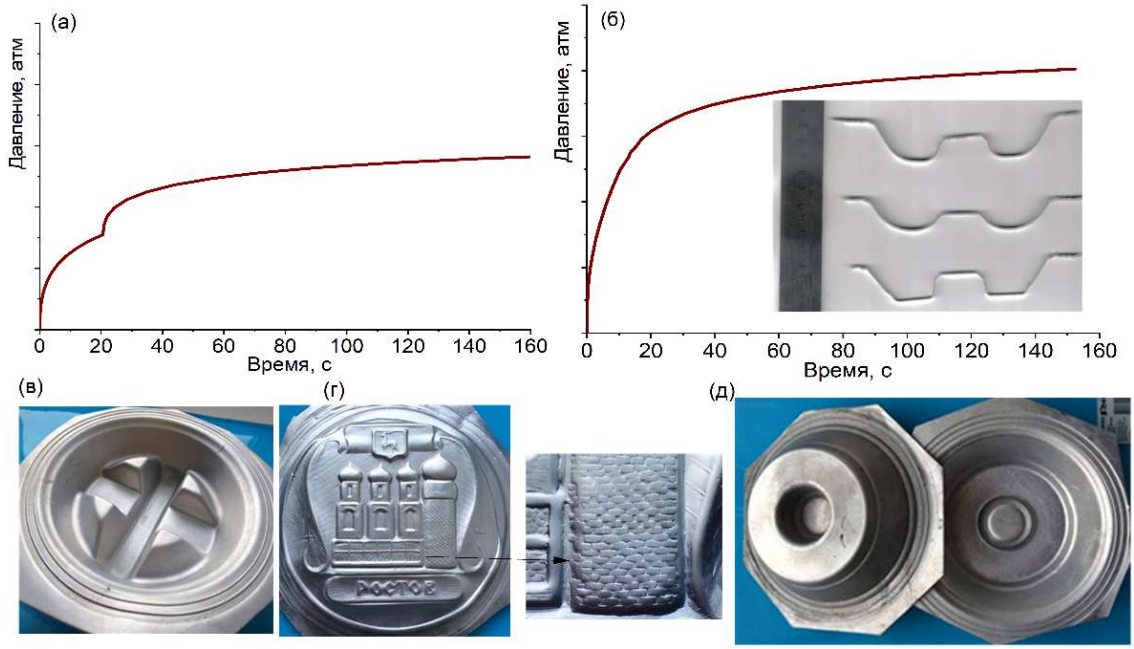


Рисунок 6.13 - Схема изменения давления при формовке и полученные со скоростями деформации (а) 5×10^{-3} $с^{-1}$ и (б) 1×10^{-2} $с^{-1}$ детали (в) типа «крест» и (д) типа «купол» из псевдоматричных магналиев, (г) декоративный элемент с высокой точностью повторения гравюры матрицы

Поры имеют размер 0.5-0.7 мкм при деформации менее 1.6, а их объемная доля не превышает 0.2%. Рост пористости наблюдается при e>1.7, когда в сплавах формируется полностью рекристаллизованная структура и увеличивается вклад зернограничного

скольжения. Доля пор значительно возрастает до 1.5-2% при увеличении деформации до 2.0. Особенно выражена остаточная пористость при 2.3-2.4 (900-1000%) в сильно деформированных тонких участках критической зоны. Вероятно, в условиях двухосного растяжения меняется схема напряженного состояния и реализуются большие деформации. Сопоставление микроструктур, сформированных при одноосном растяжении и в условиях двухосного напряженного состояния при формовке, указывает на схожий характер их эволюции: зеренная структура в обоих случаях близка, а пористость нарастает по экспоненциальному закону, резко увеличиваясь лишь при больших степенях деформации, нереализуемых в реальных деталях. Можно отметить, что вплоть до e ≈ 1.7 остаточная пористость низкая.

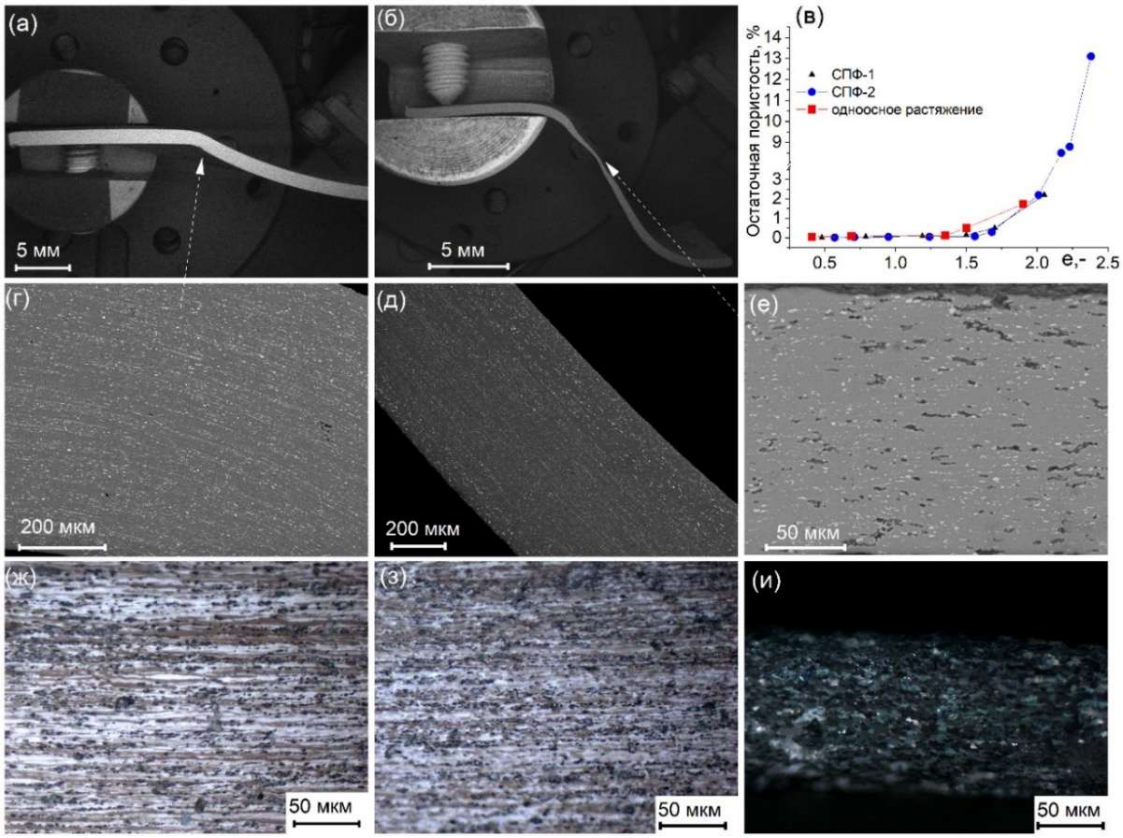


Рисунок 6.14 – Профиль критической зоны с максимальной деформацией (а-б), (в) зависимость остаточной пористости от деформации при СПФ и одноосном растяжении и (г-и) микроструктура сечения модельных деталей сплава Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc-Zn при деформации (а, г, ж - 0.38, д,з - 0.69, е - 2.05, и - 2.34), полученных со скоростью 10^{-2} $с^{-1}$ при 460 °С

6.2.2 Высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr

6.2.2.1 Влияние режимов обработки на показатели сверхпластичности

Алюминиевый сплав Al - (3.5-4.2)% Zn - (4-4.5)% Mg - (0.7-1)% Cu - (0.25-0.3)% Zr - (3-3.5)%Ni (Патент RU 2491365 C2) демонстрирует высокоскоростную сверхпластичность при температуре 440 °С за счет динамически рекристаллизующейся структуры с размером зерен 1-3 мкм, сохраняющей высокую термическую и деформационную стабильность [42].

Важными структурными параметрами, определяющими размер зерна и деформационное поведение, кроме состава сплава являются *f/d* для частиц Al_3Zr и Al_3Ni. Данные параметры также зависят от технологии получения листа. Результаты раздела опубликованы в [44].

Достаточная скорость охлаждения при литье является важным параметром для алюминиевых сплавов, содержащих Zr, как и температура заливки. Параметры литья должны предотвратить кристаллизацию Al_3Zr и обеспечить пересыщенный цирконием Al твердый раствор. Сравним показатели сверхпластичности листов, полученных в разных условиях со скоростью охлаждения при литье ~3 К/с и ~15 К/с, и обработанных с разной степенью обжатия при холодной прокатке от 0 до 80 %. Скорость охлаждения при непрерывном литье слитков в промышленных условиях имеет порядок 10 К/с и зависит от размера слитка. При обеих скоростях охлаждения при литье и температуре заливки 780±10 °С Zr растворяется в алюминии при кристаллизации.

Размер частиц Al_3Ni в холоднокатаном состоянии увеличивается с 1.5 до 3 мкм при уменьшении скорости охлаждения при литье, структура при температуре до 480 °С остается нерекристаллизованной в обоих случаях. При этом средний размер зерна в рекристаллизованном объеме зависит от условий литья ввиду снижения *f/d* для Al_3Ni [44].

Размер зерна составляет 3.6±0.3 и 4.5±0.3 мкм при использовании скорости охлаждения 15 и 3 К/с соответственно, так как меньше число частиц в единице объема, стимулирующих зарождение новых зерен при рекристаллизации. В результате относительное удлинение снижается с 650-750% до 450-500% при скоростях деформации $(0.5\text{-}1)\times10^{-2}$ $с^{-1}$ и температурах 440-460 °С, при этом напряжение течения слабо меняется при уменьшении скорости охлаждения при литье (рис.6.15). Тем не менее удлинение 400% является достаточным для сверхпластической формовки деталей сложной формы. Использование алюминия пониженной чистоты А85 или даже А7 взамен А99 не оказывает негативного влияния на показатели сверхпластичности данного сплава.

Зеренная структура и относительное удлинение слабо зависят от степени деформации при холодной прокатке (рис. 6.15в). Размер зерна после деформации 0.69-1.1 варьируется в диапазоне 3.0-3.5 мкм (скорость охлаждения при литье ~10К/с) [44]. Холоднокатаные образцы на начальной стадии деформации разупрочняются. В отличие от них, горячекатаный лист (обжатие 95 % при 420±20 °С) показывает наиболее низкое напряжение течения (максимум 6-7 МПа против 10-12 МПа после холодной прокатки) и устойчивое течение, т.е. прокатка при повышенной температуре предпочтительна. Относительное удлинение сплава более 400 % при скоростях деформации вплоть до 10^{-1} $с^{-1}$ и 650-850% - при 10^{-1} $с^{-1}$ [44].

Как и матричные сплавы с повышенной долей $L1_2$ -фазы (1545к), исследуемый

псевдоматричный сплав допускает уменьшение степени деформации при холодной прокатке до минимальных значений, так как структура формируется в условиях динамической рекристаллизации [44]. Прокатка при комнатной температуре может быть необходима для получения требуемой толщины тонких листов, для чего достаточно небольших обжатий.

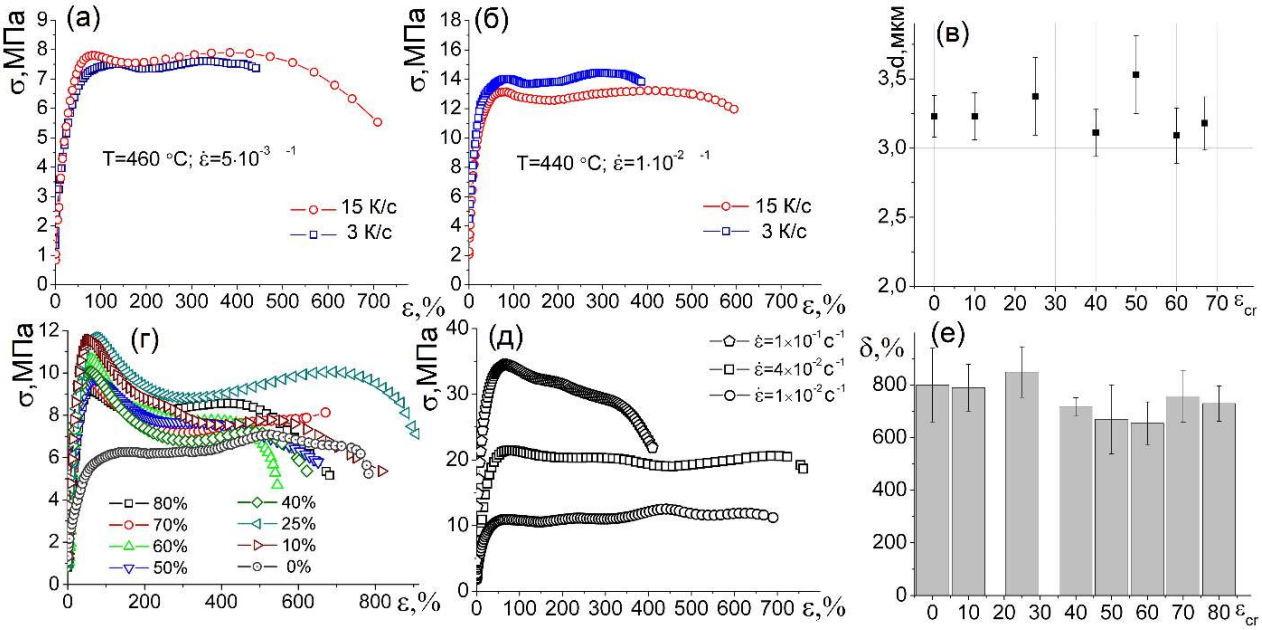


Рисунок 6.15 – (а,б,г,д) Кривые деформации в разных температурно-скоростных условиях: (а,б) сплавов полученных со скоростью охлаждения при литье 3 и 15К/с, (г,д) полученных с разной степенью обжатия при холодной прокатке, (в) размер зерна при e=0.69 и (е) относительное удлинение образцов в зависимости от степени деформации при холодной прокатке при СПД при 460 °C и скорости деформации 5×10^{-3} $с^{-1}$ [44]

6.2.2.2 Анализ механических свойств при комнатной температуре

После закалки и искусственного старения (Т1) сплав Al-4.1Mg-3.9Zn-3.2Ni-0.8Cu-0.28Zr с практически нерекристаллизованной структурой имеет $\sigma_{0.2}$=590 МПа, $\sigma_в$=610 МПа при δ = 4-5 %. Снижение скорости охлаждения при литье приводит к уменьшению прочностных характеристик ввиду роста доли рекристаллизованного объема. Однако уровень прочностных свойств остается высоким.

Таблица 6.4 - Механические свойства при комнатной температуре сплавов, полученных с разной скоростью охлаждения при литье после закалки в воде и старения [44]

Скорость охлаждения при литье	Состояние	Режим старения	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
15 К/с	До СПД	100 °C, 5ч.+130 °C, 24 ч.	590±10	610±10	4±1
3 К/с	До СПД	100 °C, 5ч.+130 °C, 24 ч.	520±10	570±10	5±1

6.2.2.3 Разработка технологии получения сверхпластичных листов с твердой плакировкой

Низкая коррозионная стойкость после закалки и старения для высокопрочной группы алюминиевых сплавов является проблемой, которую решают использованием плакирования. При том, что сплавы, содержащие Ni, не имеют проблем с коррозионным растрескиванием [146,152], дополнительное легирование данным элементом повышает гетерогенность структуры и снижает стойкость к общей коррозии [350]. Для защиты от коррозии традиционно применяют плакирование. Как мы показали ранее, использование Al или традиционного для высокопрочной группы сплавов материала плакировки Al-1%Zn, не позволяет сохранить целостность плакирующего слоя при СПД даже при небольших деформациях: слой плакировки разрушается и отслаивается из-за интенсивного роста зерна [351]. Решение проблемы возможно при использовании твердой плакировки сверхпластичным сплавом [55].

Материал плакировки должен (1) проявлять сверхпластичность в тех же условиях деформации, что и основной сплав, (2) обладать хорошей коррозионной стойкостью и высокой технологической пластичностью для соединения слоев при горячей прокатке [55]. В качестве опытного материала плакировки выбрали матричные магналии с пониженным содержанием магния Al-3Mg-0.25Zr-(0.1Ti) и Al-3Mg-0.3Er-0.25Zr, гомогенизированные по двухступенчатому режиму (данные о формировании $L1_2$ -фазы представлены в Главе 2, данные о показателях сверхпластичности в Главе 4), два эвтектических сплава - Al-Mg-Si, соответствующий эвтектической точке квазибинарного разреза Al-Mg_2Si (Al-8.5Mg-4.7Si), и сверхпластичный АЦ5К5 (Al-5Zn-5Ca), которые имеют хорошую коррозионную стойкость [172,352] и проявляют сверхпластичность при достаточно высоких скоростях деформации около 10^{-2} $с^{-1}$. Также использован экспериментальный доэвтектический сплав с уменьшенным содержанием фазы Mg_2Si (f=0.05) и добавкой Zr, Al-3.8%Mg-2.2%Si-0.28%Zr.

Таблица 6.5 – Химический состав исследованных сплавов для твердой плакировки (мас. %).

Сплав	Содержание элементов мас.%									
	Mg	Si	Ca	Zn	Ni	Cu	Zr	Ti	Примеси	Al
Al-Mg-Zr	3.1	-	-	-	-	-	0.28	0.02-0.1	0.05Fe, 0.05Si	осн.
Al-Mg-Zr-Er	2.9	-	-	-	-	-	0.28	0.02-0.1	0.05Fe, 0.05Si	осн.
Al-Mg-Si-Zr	3.8	2.2	-	-	-	-	0.25	-	0.01 Fe	осн.
Al-Mg-Si	8.2	4.7	-	-	-	-	-	-	0.01 Fe	осн.
Al-Ca-Zn	-	-	5	5	-	-	-	-	0.01 Fe	осн.
Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr	4.2	-	-	3.9	2.8	0.8	0.26	-	0.05Fe, 0.05Si	осн.

Подробная методика получения плакированного листа приведена в работе [55]. Температура прокатки при использовании магналиев была снижена до 410±10 °С для

достижения сопоставимой технологичности листов плакировки и основного сплава и получения качественного плакирующего слоя.

Толщина плакирующих слоев составляет 70-80 мкм с каждой стороны. Несплошности на границах между слоями не обнаружены (рис. 6.16а-г), что подтверждает соединение слоев при прокатке [55]. Термомеханическая обработка обеспечивает сферическую морфологию и равномерное распределение эвтектических частиц Mg_2Si и Al_4CaZn в алюминиевой матрице сплавов систем Al-Mg-Si и Al-Zn-Ca соответственно. Сплав Al-8.2Mg-4.7Si имеет размер частиц 1.0±0.1 мкм и объемную долю 0.17±0.02. Объемная доля фазы Al_4CaZn в сплаве Al-5Zn-5Ca составляет 0.20±0.02, а размер частиц - 0.9±0.1 мкм. В сплаве Al-3.8Mg-2.2Si-0.28Zr частицы незначительно крупнее - размер 1.4±0.2 мкм, а объемная доля в два раза меньше 0.09±0.01.

В плакирующих слоях эвтектических сплавов Al-Mg-Si и Al-Zn-Ca формируется равноосная структура со средним размером зерна 3.5±0.3 и 1.5±0.2 мкм соответственно. Сплавы, содержащие Al_3Zr дисперсоиды при 460 °C статически не рекристаллизуются, рекристаллизованная структура формируется в результате динамической рекристаллизации.

Основной сплав демонстрирует максимальное относительное удлинение при СПД при температурах 440-460 °C и скоростях деформации 2×10^{-3} и 1×10^{-1} $с^{-1}$ (рис.6.17а). Плакирующие сплавы должны обладать сверхпластичностью при тех же скоростях деформации и температурах. Магналии с высокой долей $L1_2$ -фазы до скоростей деформации 10^{-2} $с^{-1}$ также проявляют сверхпластичность, хоть и с меньшими значениями удлинений (Глава 4). Плакирование магналиями обеспечивает стабильно высокие значения относительного удлинения на уровне основного сплава, отсутствие разрывов плакирующего слоя до деформации 400-500% и несплошностей на границе плакировка-основной металл (рис.6.16д,и, рис.6.17б,в).

Эвтектические сплавы сверхпластичны при более высоких температурах деформации 500-600 °C, а при 460 °C и 5×10^{-3} $с^{-1}$ удлинения 200% в Al-Mg-Si, 280% демонстрирует сплав с бимодальным распределением частиц Mg_2Si и Al_3Zr, ~400% показывает сплав Al-Ca-Zn. В результате плакирование сплавами системы Al-Mg-Si снижает относительное удлинение в 2 раза, а АЦ5К5 обеспечивает уровень удлинения аналогичный сплаву основе. Пористость в плакирующем слое Al-Ca-Zn и Al-Mg-Si-Zr незначительна – не более 0.5%, а в сплаве Al-Mg-Si – 4%. При СПД формируются несплошности на границе основного сплава и плакирующего слоя всех сплавов с эвтектиками. Однако нарушение целостности плакировки, характерное для плакирования алюминием и сплавом Al-1Zn [351], обнаружено только в сплавах Al-Mg-Si-(Zr) и не

выявлено при плакировании Al-Ca-Zn. Таким образом, плакирование магналиями и сплавом Al-Zn-Ca обеспечивает высокое удлинение и защищенную поверхность без разрывов.

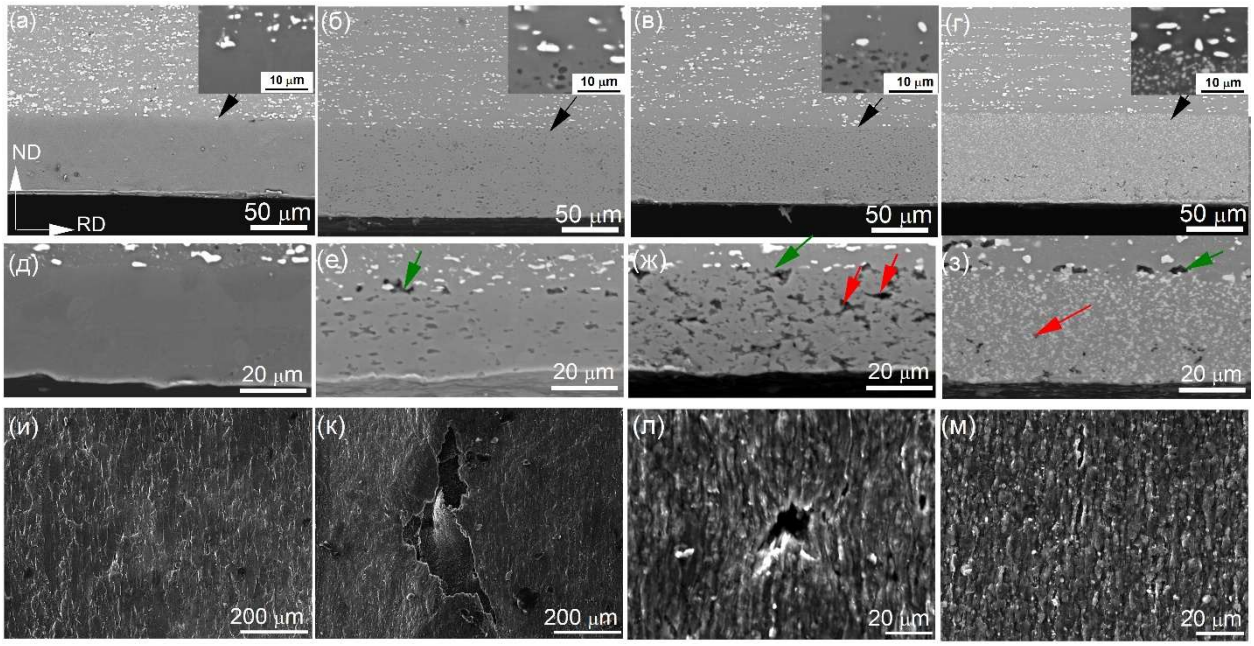


Рисунок 6.16 - Микроструктура плакированных сплавами (а,д,и) Al-Mg-Zr, (б,е,к) Al-Mg-Si-Zr, (в,ж,л) Al-Mg-Si и (г,з,м) Al-Zn-Ca листов в состоянии (а-г) перед началом СПД и (д-м) после деформации 1.4 при температуре 5×10^{-3} $с^{-1}$ и температуре 460 °С [55]

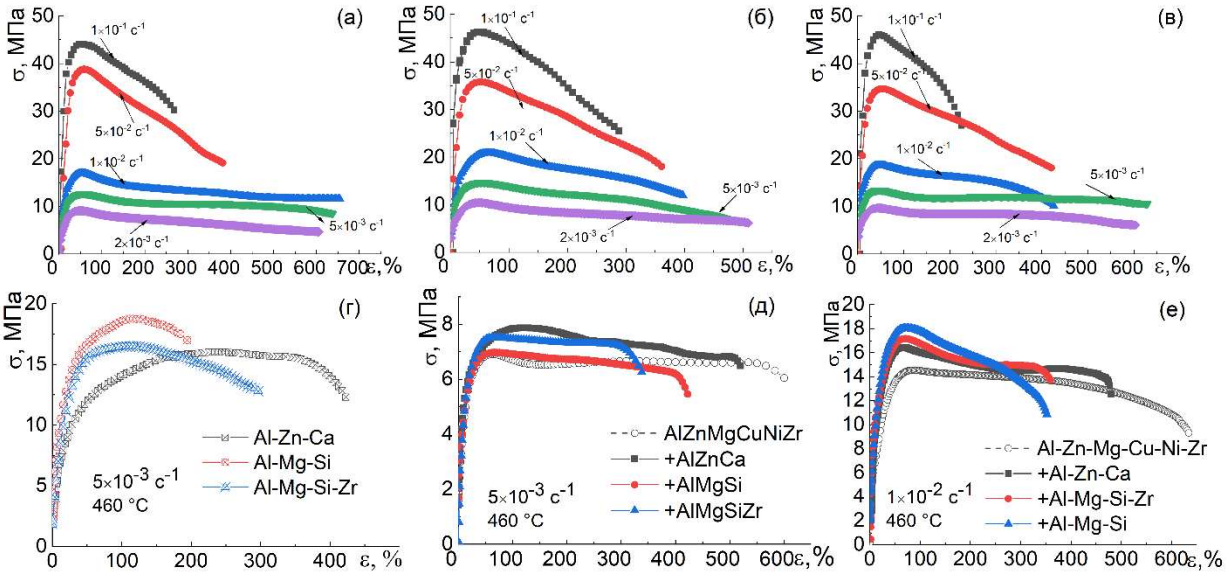


Рисунок 6.17 - Кривые напряжение-деформация при 440 °С при разных постоянных скоростях деформации для (а) сплава основы и (б,в) плакированных сплавами (б) Al-Mg-Zr и (в) Al-Mg-Zr-Er; (г-е) сравнение кривых деформации (г) плакирующих сплавов с эвтектической компонентной (Al-Mg-Si, Al-Mg-Si-Zr, Al-Ca-Zn), (д,е) сплава-основы и плакированных сплавов при 460 °С постоянной скорости деформации (г,д) 5×10^{-3} $с^{-1}$ и (е) 1×10^{-2} $с^{-1}$ [55]

Для сравнения эффективности плакирования анализировали механические характеристики при комнатной температуре и оценивали коррозионные свойства (Таблица 6.6). Механические свойства листов при комнатной температуре определены после закалки при 485 °С и искусственного старения: 100 °С (5 ч) + 130 °С (12 ч) (на максимальную

прочность Т6) или после СПД (e=0.69 при 440 °С со скоростью 1×10^{-2} $с^{-1}$), закалки с температуры деформации и последующего старения [55].

Основной причиной снижения прочностных характеристик плакированных листов на 7-10 % является меньшая прочность плакирующих слоев в сочетании с уменьшением эффективной толщины высокопрочного сплава на аналогичные 7-8% при сохранении относительного удлинения. Деформация e=0.69 снижает характеристики прочности сплавов на 5-10% как плакированных, так и основного сплава без плакировки, что можно объяснить ростом доли рекристаллизованного объема. Снижение менее выражено в сравнении с магналиями с $L1_2$ -фазой, так как уровень прочностных характеристик в первую очередь определяется механизмом дисперсионного твердения за счет низкотемпературного старения.

Таблица 6.6 - Механические свойства плакированных листов и относительное снижение прочностных характеристик свойств после коррозионных испытаний (закалка с 480 °С) [55]

Состояние		$\sigma_{0.2}$, МПа	$\sigma_В$, МПа	δ, %	$\Delta\sigma_{0.2}/\Delta\sigma_В$,%
Сплав основа					
закалка + старение	-	563±4	653±5	14±3	
	+кор. тест	470±4	524±5	7±2	17/28
e=0.69+закалка + старение	-	522±5	553±3	12±1	
	+кор. тест	-	320±5	0	-/40
+Al-Zn					
закалка + старение	-	507±5	565±7	12±3	
	+кор. тест	495±5	550±8	10±2	2/2
e=0.69+закалка + старение	-	473±3	514±5	15±2	
	+кор. тест	433±5	462±5	8±2	8/10
+Al-Mg-Zr-(Ti)					
закалка + старение	-	521±3	593±5	19±1	
	+кор. тест	507±5	563±5	12±3	2/5
e=0.69 + закалка + старение	-	487±4	533±3	16±3	
	+кор. тест	467±4	506±3	14±4	4/5
+Al-Mg-Er-Zr					
закалка + старение	-	514±6	589±7	19±2	
	+кор. тест	507±5	561±5	14±3	1/5
e=0.69 + закалка + старение	-	486±3	536±3	17±3	
	+кор. тест	471±3	514±3	13±4	3/4
+Al-Zn-Ca					
закалка + старение	-	515±5	580±2	17±1	
	+кор. тест	509±5	572±8	15±1	2/3
e=0.69 + закалка + старение	-	484±5	532±5	13±1	
	+кор. тест	484±5	529±5	13±1	0

Оценку коррозионной стойкости выполняли с помощью ускоренного экспресс-теста (рис. 6.18). Неплакированный основной сплав в агрессивной среде покрывается продуктами коррозии, его прочностные и пластические характеристики снижаются на 30-40%, а образцы, подвергнутые предварительной сверхпластической деформации и находящиеся в

рекристаллизованном состоянии даже хрупко разрушаются. Напротив, плакированные сплавы практически не подвергаются коррозии, сохраняют металлический блеск, а снижение прочностных свойств не превышает 2-5 %, что в пределах погрешности. Вследствие этого после коррозионных испытаний, в том числе в сочетании с СПД, плакированные листы обладают существенно более высокими механическими характеристиками, чем неплакированные. Стандартная плакировка защищает сплав в отожженном состоянии, но после деформации из-за локального нарушения целостности покрытия снижение характеристик достигает 10%, при этом существенно снижаются характеристики пластичности. Таким образом, плакирование сплавами Al-Mg-Zr-(Ti,Er) и Al-Zn-Ca обеспечивает сохранение высокоскоростной сверхпластичности без разрушения плакирующих слоев после СПД при обеспечении повышенного уровня механических свойств при комнатной температуре и коррозионной стойкости [55].

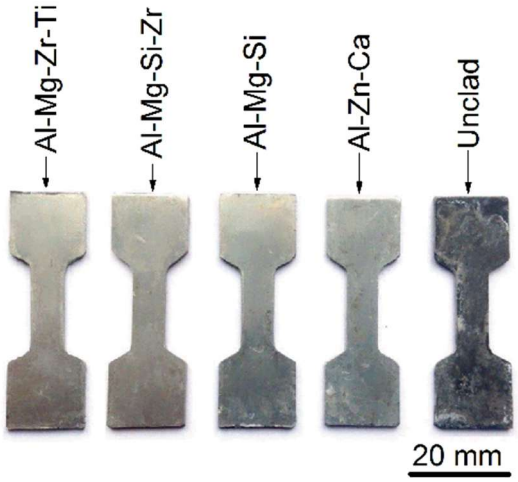


Рисунок 6.18 – Плакированные образцы после вылеживания в коррозионно-агрессивной среде [55]

6.2.2.4 Сверхпластическая формовка модельных деталей

Листы высокопрочного сплава, полученные по разным технологическим режимам, в том числе плакированные сплавами Al-3Mg-0.25Zr-(0.1Ti/0.3Er) и Al-Zn-Ca успешно использованы для сверхпластической формовки модельных деталей при скоростях до 10^{-2} $с^{-1}$ и температуре 440 °С. Геометрия деталей аналогична приведенным выше. Полное время формовки составило примерно 200 секунд, а давление до 17 атм. Полученные детали точно воспроизводят гравюру матрицы (рис.6.19а).

Из листов размером 170 × 220 мм сплавов двух составов Al-4%Zn-4%Mg-0.8%Cu-3%Ni-0.28%Zr и Al-4.5%Mg-3.5%Zn-0.8%Cu-2%Ni-0.3%Zr, слитки которых получены со скоростью охлаждения при литье 5 К/с, успешно провели формовку со скоростью деформации 5×10^{-3} $с^{-1}$ деталей больших габаритов на созданной под данную задачу лабораторной установке для СПФ, оборудованной прессом и печью, состоящей из двух

раскрывающихся полуформ (рис. 6.19б,в). Одновременно проводили формовку двух половинок изделия типа «воздуховод». Давление аргона не превысило 5 атм, время формовки ~ 15 мин. Полученные детали точно повторяют форму матрицы (рис. 6.19г).

Альтернативой плакированию является анодирование или нанесение износостойких покрытий методом микродугового оксидирования. Разработанные под руководством проф. А.Г. Ракоча в МИСИС технологии позволили нанести на поверхность СПФ образцов сложной формы микродуговые покрытия толщиной 80-120 мкм с использованием плазменно-электролитического контакта (рис.6.19д). Данные покрытия обеспечивают надежную антикоррозионную защиту и повышенную износостойкость, но их себестоимость выше, чем анодирование или использование плакировки.

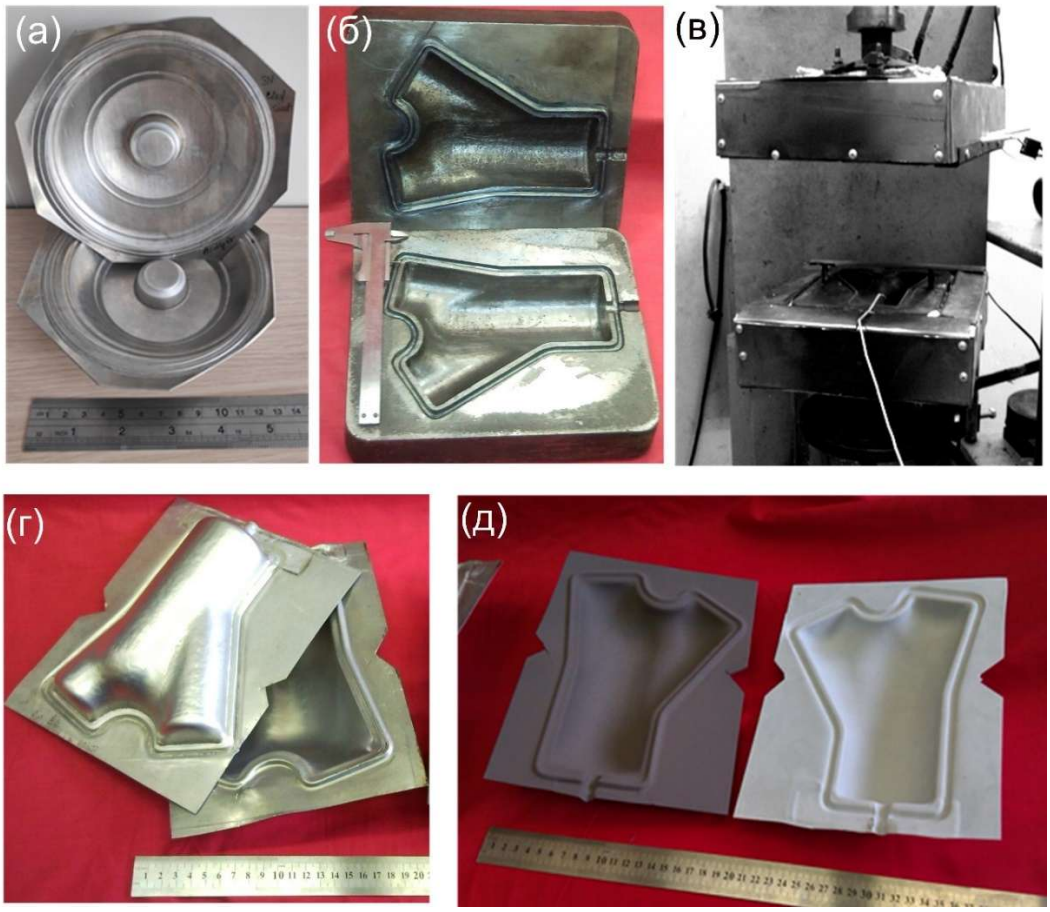


Рисунок 6.19 – (а) Внешний вид модельных деталей, полученных сверхпластической формовкой из листа высокопрочного сплава, плакированного сплавами Al-3Mg-0.25Zr и Al-3Mg-0.25Zr-0.3Er, (б) матрица из жаростойкого чугуна для получения детали типа «воздуховод» состоящая их двух частей, (в) собранная лабораторная установка для сверхпластической формовки и внешний вид полученных деталей (г) без и с (д) покрытиями, нанесенными методом микродугового оксидирования

6.2.3 Сплавы на основе системы Al-Mg-Si-Fe-Ni-Zr-Sc

Для сплавов данной системы легирования наилучшие показатели сверхпластичности при требуемом составе матрицы демонстрирует сплав, совместно легированный Fe и Ni (Al-

1.2%Mg-0.8%Si-0.9%Cu-0.9%Fe-0.9%Ni-0.2%Zr-0.1%Sc, патент RU 2631786 C1). Улучшений показателей сверхпластичности при увеличении с 0.1 до 0.2%Sc не обнаружили (Глава 4) и влияние технологических параметров анализировали для сплава с 0.1%Sc.

6.2.3.1 Влияние режима обработки на показатели сверхпластичности сплава

Слитки, полученные на А85 алюминии, подвергали одно- или двухступенчатой термической обработке (350 °С, 8 ч или 350 °С, 8 ч и 480 °С, 3 ч) и прокатывали до 1.05±0.05 мм. Сравнивали 4 режима, включающие горячую прокатку при 420±20 °С и прокатку при комнатной температуре с разным соотношением (Таблица 6.7, рис. 6.20а-в). После термомеханической обработки средний размер частиц Al_9FeNi составляет 0.9 мкм в горячекатаных образцах (независимо от режима гомогенизации) и меньше - 0.7 мкм в холоднокатаных с обжатиями 50 и 80 %. При увеличении степени деформации в процессе горячей прокатки коэффициент формы частиц возрастает с 0.7 до 0.8.

Таблица 6.7 Параметры структуры сплавов полученных по выбранным режимам обработки [102]

Микроструктурный параметр	Режим обработки			
	1HR	2HR	CR50	CR80
Режим отжига слитка	350 °С, 8 ч	350 °С, 8ч + 480 °С, 3ч		
Обжатие при горячей прокатке (%)	95	95	90	75
Обжатие при холодной прокатке (%)	0	0	50	80
Al_9FeNi размер частиц, мкм	0.9 ± 0.1	0.9 ± 0.1	0.7 ± 0.1	0.7 ± 0.1
Al_9FeNi КФ, -	0.8	0.8	0.74	0.72
Mg_2Si размер частиц, мкм	0.5 ± 0.1	0.8 ± 0.1	0.8 ± 0.1	0.8 ± 0.1
Mg_2Si КФ, -	0.71	0.8	0.8	0.8
Межчастичное расстояние, мкм	1.4 ± 0.3	1.2 ± 0.1	1.1 ± 0.2	1.1 ± 0.3
Ст. откл. межчастичного расстояния, мкм	1.3	0.8	1.0	1.2

Режим гомогенизации заметно влияет на размер и морфологию частиц Mg_2Si. При включении высокотемпературной ступени отжига средний размер частиц увеличивается с 0.5 до 0.8 мкм, а коэффициент формы с 0.7 до 0.8; одноступенчатая обработка, напротив, дает более мелкие и вытянутые частицы [102].

С учетом обеих фаз, межчастичное расстояние сокращается с 1.4 мкм (одноступенчатый режим) до 1.1-1.2 мкм (двухступенчатые режимы). Наиболее равномерное распределение частиц в объеме с минимальным стандартным отклонением межчастичного расстояния достигается при высокотемпературной гомогенизации и повышенной степени горячей прокатки (режим 2HR). Этот режим формирует частицы размером около 1 мкм и обеспечивает микроструктуру с наименьшим разбросом межчастичных расстояний среди всех исследованных вариантов (рис. 6.20б).

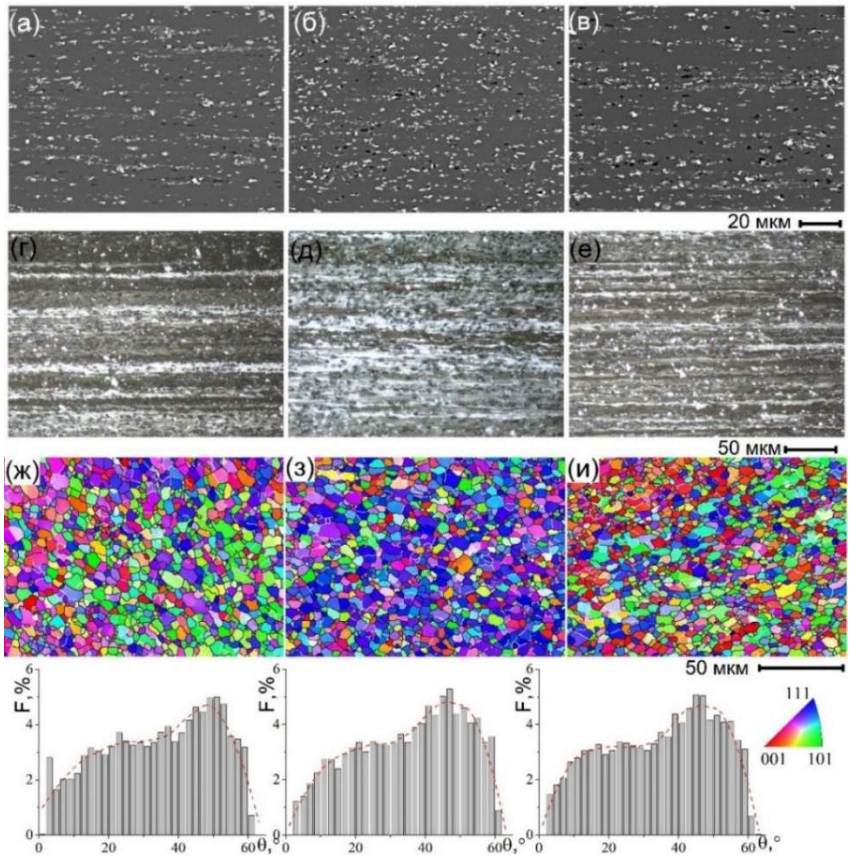


Рисунок 6.20 - Микроструктура сплава, полученного по разным технологическим режимам деформации (а,г,ж) 1HR, (б,д,з) 2HR (в,е,и) CR80 [102]

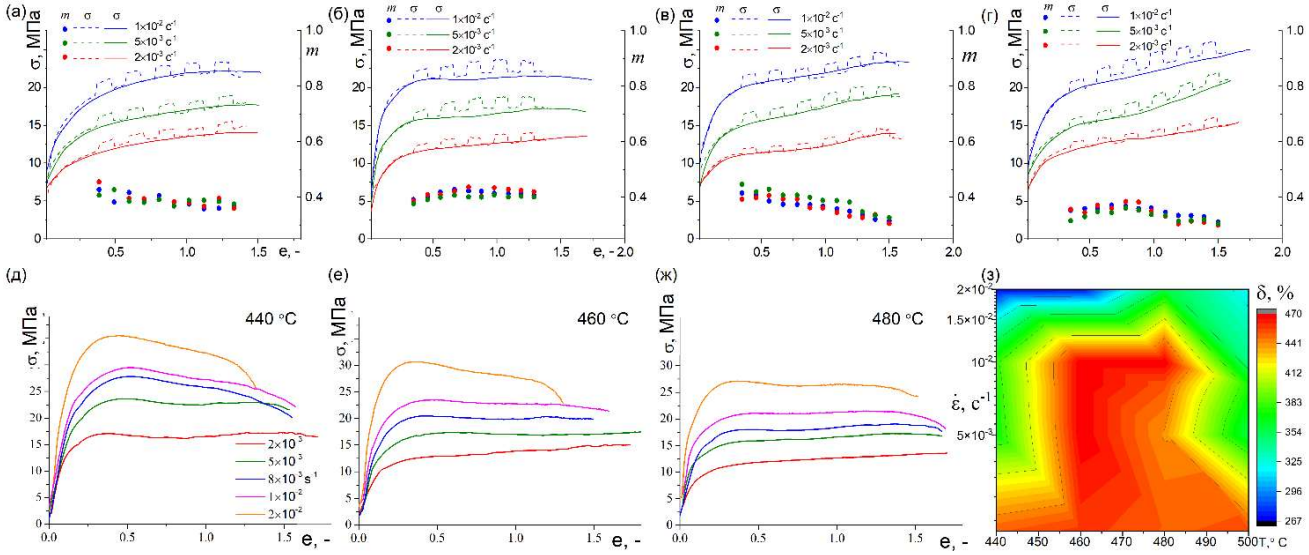


Рисунок 6.21- Зависимости напряжения и значения m от деформации при испытании с постоянной скоростью и ступенчатым увеличением скорости деформации на 20 % выше номинальной 2×10^{-3}, 5×10^{-3} и 1×10^{-3} $с^{-1}$ для режимов (а) 1HR, (б) 2HR, (в) CR50 и (г) CR80 при температуре 480 °C (д-ж) зависимости напряжение–деформация при температуре (д) 440 °C , (е) 460 °C, (ж) 480 °C при скоростях деформации в диапазоне от 2×10^{-3} до 2×10^{-2} $с^{-1}$, (з) относительное удлинение при разных скоростях и температурах деформации для образцов, обработанных по режиму 2HR [102]

Перед началом деформации сплав демонстрирует характерную для всех сплавов со Sc практически нерекристаллизованную структуру вне зависимости от режима обработки (рис.6.20г-е). При этом режим 2HR ввиду однородного распределения микронных частиц в

матрице обеспечивает более стабильное течение при СПД и несколько более высокие средние значения относительного удлинения (440-470% против 370-450%) (табл.6.8, рис.6.21). Значение *m* варьируется в пределах 0.3-0.45 с наиболее стабильными значениями для 2HR, тогда как для режимов с холодной прокаткой значение *m* снижается с увеличением деформации.

После 200% СПД при 480 °С и скорости деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ формируется практически рекристаллизованная структура (рис.6.20ж-и) с долей ВУГ 80-85 %, размером субзерен 3 ± 1 мкм, зерен - 4 ± 1 мкм для всех исследованных образцов. Значимых различий в зависимости от режима обработки не обнаружили, что и обусловило близкие значения напряжений течения, полученные при разных режимах обработки.

Таблица 6.8 - Удлинение до разрушения (%) сплава, обработанного по различным режимам после испытаний на растяжение при 480 °С с разными постоянными скоростями деформации [102]

	Режим обработки			
Скорость деформации, $с^{-1}$	1HR	2HR	CR50	CR80
2×10^{-3}	348±8	447±5	370±10	420±20
5×10^{-3}	348±12	442±7	380±10	390±25
1×10^{-2}	353±5	470±5	420±16	450±20

6.2.3.2 Механические свойства при комнатной температуре

Сравним прочностные характеристики сплавов с разным соотношением Mg/Si с 0.1 и 0.2%Sc после закалки и старения (таблица 6.9). Все сплавы подвергали закалке с 480 °С и искусственному старению по режиму 180 °С в течение 8 ч (что обеспечивает максимальную твердость и согласуется с [353]). Если для улучшения показателей сверхпластичности за счет роста доли $L1_2$ дисперсоидов содержание кремния необходимо минимизировать, то для обеспечения повышенных прочностных характеристик в сплавах кремний необходим, так как обеспечивает выделение при низкотемпературном старении частиц упрочняющих фаз β″ и Q'. Вклад в предел текучести вносит $L1_2$-фаза напрямую за счет действия механизма Орована и косвенно за счет формирования нерекристаллизованной структуры и субструктурного упрочнения.

Различий между сплавами с 2 и 1.2%Mg при 0.8%Si не выявили, уменьшение содержания Si ожидаемо, ввиду снижения эффекта старения, приводит к снижению прочностных характеристик и росту пластичности. Увеличение содержания Sc с 0.1 до 0.2% оказывает незначительное влияние на прочностные характеристики, предел текучести достигает 360-370 МПа, предел прочности 405-420 МПа, относительное удлинение 6-9% в сплавах с Fe и Ni и без них. Введение никеля без железа, как и церия приводит к снижению прочностных характеристик в сплавах ввиду связывания основных элементов в

нерастворимые фазы кристаллизационного происхождения и как следствие уменьшения эффекта старения от β″, β′, Q′ фаз [83,85,95,100,108].

Для анализа влияния температуры закалки на механические характеристики листы сплава с наилучшими свойствами с Fe и Ni закаливали с температур, которые можно использовать для СПФ (440 – 480 °С) и сравнивали с закалкой с повышенной температуры - 520 °С с последующим охлаждением на воздухе.

Таблица 6.9 - Механические свойства исследуемых сплавов при комнатной температуре после закалки с температуры 520 °С и старения при 180 °С, 6ч на максимальную прочность (Т1)

Сплав	Состояние	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	δ, %
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc	закалка и старение	360±5	405±5	7±2
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc (кор. исп.)		*270*±5	*290*±5	*4±1*
Al2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc		365±5	405±5	6±1
Al1.2Mg0.4Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc		330±6	390±5	7±1
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.2Sc		370±4	410±5	6±1
Al1.2Mg0.4Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.2Sc		320±3	385±5	9±2
Al1.2Mg0.1Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.2Sc		280±2	360±3	12±2
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc(ВИК)		370±4	410±5	6±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu		308±3	364±6	14±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu (кор.исп.)		*240±3*	*275±5*	*7±1*
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni0.2Zr0.2Sc	закалка на воздухе с 440 °С и старение	249±5	287±4	6±1
	закалка на воздухе с 480 °С и старение	274±4	320±2	7±2
	закалка на воздухе с 520 °С и старение	300±7	340±5	6±2
	закалка с 520 °С в воду и старение	370±4	415±2	6±1
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.2Sc (кор.исп.)	Закалка и старение	270±4	285±5	3±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc	Закалка	140±2	256±3	20±2
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc	Закалка и старение	367±3	420±4	9±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc *(кор.исп.)*		*300±10*	*350±10*	*6±1*
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc2Ce	Закалка	150±2	255±5	15±1
	Закалка и старение	281±2	324±2	10±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc4Ce	Закалка	160±1	250±5	11±2
	Закалка и старение	192±7	260±10	13±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc2Ni	Закалка и старение	310±5	380±5	10±1
Al1.2Mg0.7Si1Cu0.2Zr0.1Sc4Ni	Закалка и старение	295±5	365±5	9±1
Al1.2Mg0.8Si1Cu1Fe1Ni 0.2Zr0.1Sc	закалка с 480°С в воду и старение	305±5	387±6	10.5±0.5
	e=0.69 при 10^{-2} c^{-1} и 480 °С, закалка и	295±5	381±7	7.5±0.5

Повышение температуры нагрева под закалку с 440 до 520 °С приводит к росту прочностных характеристик на ~50 МПа. Замена водяного охлаждения на воздушное

закономерно снижает прочностные характеристики: предел текучести уменьшается до 300 МПа, оставаясь, тем не менее, выше типичных для магналиев значений. Сплав демонстрирует практически рекристаллизованную структуру после ВИК, но прочностные характеристики сохраняются на аналогичном уровне, вероятно ввиду УМЗ структуры с размером зерен около 1 мкм.

Разработанный сплав не обладает хорошей коррозионной стойкостью в отличие от магналиев и требует защиты от коррозии. Поверхность образцов несколько темнеет, хотя сохраняет металлический блеск, а предел текучести снижается до 300 МПа (на 20%) в сплаве без Fe и Ni и до 270 МПа (на 25-27%) в сплавах с Al_9FeNi фазой. Характеристики пластичности снижаются практически вдвое в обоих случаях. Отметим, однако, что снижение механических характеристик имеет аналогичный уровень в сплаве сравнения АА6013 (на 22-24% снижаются прочностные характеристики и на 50% относительное удлинение). Таким образом, сниженная стойкость к коррозии результат легирования медью, необходимой в первую очередь для повышения прочностных свойств, а дополнительные легирующие элементы несущественно меняют коррозионную стойкость сплава.

6.2.3.3 Сверхпластическая формовка модельных деталей

Модельные детали получали из листов, обработанных по режиму с двухступенчатым гомогенизационным отжигом и горячей прокаткой на ~90%, конечный подкат листа для получения заданной толщины 1 мм проводили без подогрева листа при комнатной температуре. СПФ проводили при температуре 480 °С и двух скоростях деформации 2×10^{-3} и 1×10^{-2} $с^{-1}$ (рис.6.22) [102]. Более равномерное распределение толщины в поперечном сечении деталей обеспечивает более высокая скорость деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$, использование которой предпочтительно.

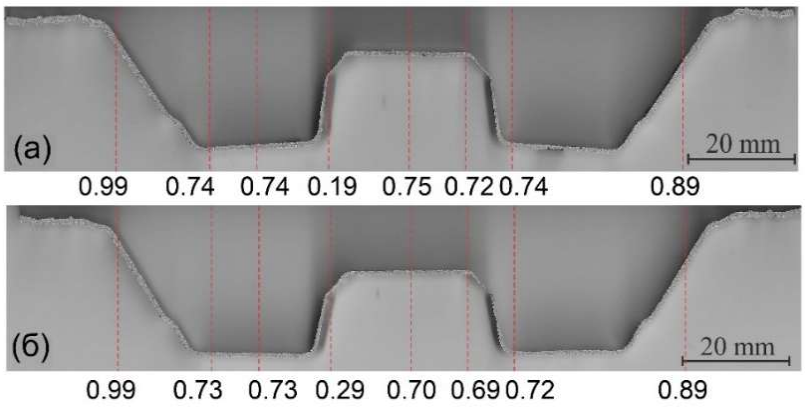


Рисунок 6.22 - Поперечное сечение и толщина в выбранных точках (в мм) полученных СПФ при скоростях деформации (а) 2×10^{-3} $с^{-1}$ и (б) 1×10^{-2} $с^{-1}$ деталей [102]

Микроструктурный анализ критической зоны показал, что СПФ со скоростью

деформации 1×10^{-2} $с^{-1}$ обеспечивает и меньшую остаточную пористость, чем скорость деформации 2×10^{-3} $с^{-1}$ - 2.1% против 8.5 % (рис. 6.23). Причиной чему могут служить взаимосвязанные факторы локализации деформации при меньшей скорости ввиду значительной разнотолщинности и рост зерен с формированием структуры с повышенной долей ВУГ, обеспечивающей протекание ЗГС, аккомодируемого порообразованием. Как и при одноосном растяжении, поры формируются в основном вблизи частиц фазы Mg_2Si, в то время как частицы Al_9FeNi не инициируют порообразование.

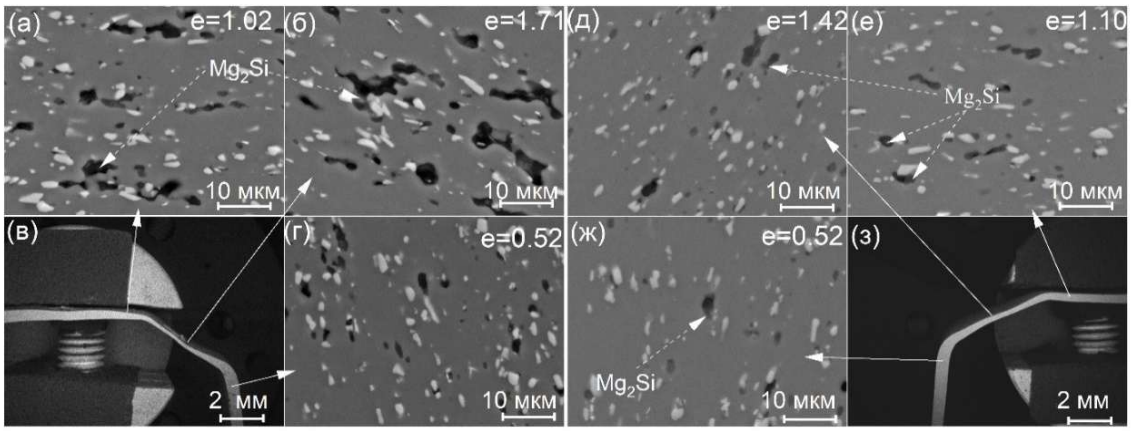


Рисунок 6.23 - Микроструктура поперечного сечения детали, полученной СПФ при скорости деформации (а-г) 2×10^{-3} $с^{-1}$ и (д-з) 1×10^{-2} $с^{-1}$ [102]

Таким образом, режим термомеханической обработки оказывает влияние на распределение частиц и показатели сверхпластичности сплава. Однородное распределение частиц важно для формирования однородной рекристаллизованной зеренной структуры и стабильного сверхпластического течения при повышенных скоростях деформации. Двухступенчатая гомогенизация обеспечивает фрагментацию и сфероидизацию крупных частиц, а увеличение степени горячей прокатки повышает однородность распределения частиц по размерам и способствует их равномерному распределению в матрице. Применение холодной прокатки не дает преимуществ по сравнению с только горячей прокаткой, как и в прочих сплавах с высокой долей $L1_2$-фазы, рекристаллизующихся при СПД.

Для авиалей значительную роль играет преимущественное зарождение пор у частиц фазы Mg_2Si. Ввиду чего низкотемпературная гомогенизация, снижая КФ частиц Mg_2Si, ухудшает показатели по сравнению с двухступенчатой, обеспечивающей рост КФ. Таким образом, двухступенчатый режим гомогенизации положительно сказывается не только на плотности распределения частиц $L1_2$ -фазы, не приводя к их значительному огрублению (Глава 2), но и обеспечивает однородное распределение частиц вторых фаз и улучшение морфологии Mg_2Si. Al_9FeNi фаза способствует формированию более мелкого зерна, но не ускоряет порообразование при СПД/СПФ. Здесь можно провести параллель с

технологичностью при горячей обработке давлением. Хорошо известно, что частицы Mg_2Si инициируют формирование и рост трещин и снижают технологичность и пластичность алюминиевых сплавов. При этом сплавы с эвтектической фазой Al_9FeNi, включая промышленный АК4-1 (AA2618), успешно подвергают термомеханической обработке и сплавы демонстрируют хорошую пластичность и стойкость к трещинообразованию [354,355]. Разницу во влиянии частиц на порообразование можно связать с разницей в межфазной энергии пар (Al)/Mg_2Si и (Al)/Al_9FeNi и большей хрупкостью фазы Mg_2Si, так как частицы имеют близкую форму и размеры.

6.2.4 Рекомендации по получению и использованию сверхпластичных листов разработанных алюминиевых сплавов

Выбору составов сплавов на основе Al и их обоснованию посвящена большая часть глав данной работы, составы сплавов запатентованы или даны конкретные рекомендации выше. Из основных моментов важно отметить необходимость повышения до предела растворимости содержания в первую очередь магния во всех исследуемых сплавах, а также введение цинка, облегчающего зернограничное скольжение (в том числе использование его небольшой добавки до 1% в магналиях и авиалях). При этом эффективная концентрация магния в магналиях не выше 6.5%, во избежание огрубления и снижения однородности распределения дисперсоидов богатой Mg фазы.

Основные режимы получения сверхпластичных листов можно представить в виде схем (рис. 6.24). Схема 1 рекомендована для сплавов с Mn и Cr в качестве основных дисперсоидообразующих элементов как матричных, так и псевдоматричных, схема 2 для матричных сплавов с применением промежуточного гетерогенизационного отжига необходима для получения полуфабрикатов повышенной толщины, схема 3 для матричных и псевдоматричных сплавов с Zr, Er, Sc. Обобщим важные особенности получения листов указанных сплавов.

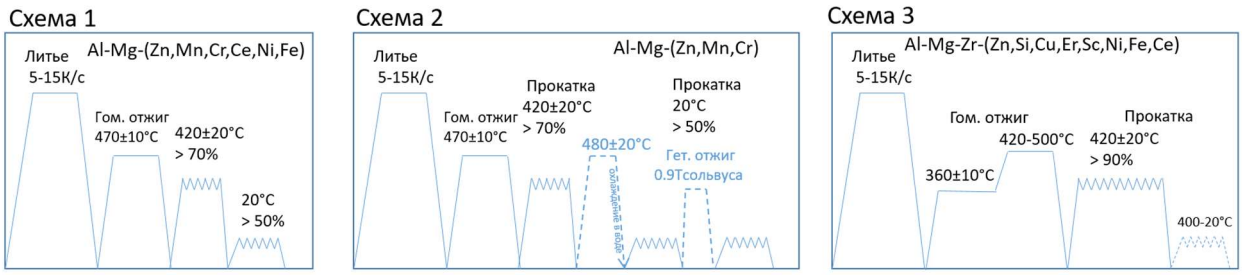


Рисунок 6.24 – Схемы получения листовых полуфабрикатов исследуемых сплавов

Во-первых, температура заливки расплава должна превышать температуру ликвидуса сплава во избежание формирования грубых кристаллов фаз, образованных

переходными металлами. Для исследуемых композиций в зависимости от состава температура варьировалась от 750 до 780°С. С той же целью необходимо использовать максимально возможную в промышленных условиях, с учетом габаритов слитка, скорость охлаждения при литье. Сплавы с магнием во избежание окисления при высокотемпературной сверхпластической формовке и для снижения риска угара магния при повышенных температурах заливки рекомендовано легировать малой (менее 0.01%) добавкой бериллия[8]. Составы и режимы литья должны обеспечить формирование при кристаллизации пересыщенного переходными, в том числе редкоземельными элементами твердого раствора на основе алюминия и включения кристаллизационного в большинстве случаев эвтектического происхождения с целевыми размерами от 0.7 до 3 мкм (после прокатки). Важно отсутствие в структуре или только единичные включениями грубых (размерами более 10 мкм) первичных кристаллов, образованных переходными металлами. Для соблюдения данных условий рекомендуемый диапазон скоростей охлаждения при литье ~3-15К/с.

Вторым этапом является термическая обработка слитка (гомогенизационный отжиг), цель которого состоит не только в гомогенизации структуры по основным легирующим элементам, но и создании высокой плотности распределения частиц дисперсоидов в алюминиевом твердом растворе, которые впоследствии обеспечат сдерживание роста рекристаллизованных зерен и фрагментации частиц кристаллизационного происхождения. В сплавах с марганцем и/или хромом в качестве основных элементов данная термическая обработка слитка проводится при температурах 470±10 °С с выдержкой до 8 часов. Режим позволяет повысить долю дисперсоидов, а их измельчение происходит при горячей или холодной прокатке, наиболее интенсивное при малой добавке хрома.

В сплавах с Zr, Er, Sc – обязательной составляющей является первая низкотемпературная ступень обработки при 360±10 °С для формирования $L1_2$-фазы, длительность которой 4-32 ч и сокращается в сплавах с РЗМ (схема 3). Рекомендуемая вторая ступень обработки при повышенных температурах при 420-500°С (температура второй ступени ограничена сверху температурой солидуса сплава) необходима для завершения распада пересыщенного Zr твердого раствора, гомогенизации структуры по основным элементам, а также фрагментации и сфероидизации частиц фаз эвтектического происхождения в псевдоматричных сплавах. В данных условиях при (0.22-0.28)%Zr или Zr/Sc = (0.15-0.25)/(0.05-0.1)% дисперсоиды сохраняют средний размер менее 15 нм и имеют высокую плотность распределения в матрице.

[8] Сплав 1565ч содержит данный элемент в составе марки.

Третий этап заключается в деформационной обработке, в исследуемых сплавах чаще всего - прокатке для получения листовых полуфабрикатов. В данном случае уменьшить средний размер зерна и повысить эффективность СПФ в сплавах с дисперсоидообразующими Mn- и/или Cr- можно при увеличении степени обжатия при холодной прокатке, степень деформации должна быть максимально допустимой с учетом технологичности сплава и возможности оборудования, но не менее 50%. Эффективность сверхпластической формовки будет увеличиваться с увеличением степени деформации при холодной прокатке. Данный этап необходим не только для уменьшения размера зерна при последующей рекристаллизации, но и для фрагментации и дробления Mn-содержащих дисперсоидов до целевых средних значений менее 50 нм, а также обеспечения однородности распределения частиц эвтектического происхождения в матрице.

В сплавах Al-Mg-(Zn) с матричным типом структуры дополнительно уменьшить размер зерна с 8-10 мкм до 5-6 мкм можно путем использования промежуточного отжига гетерогенизации при температуре ~$0.9T_{сольвуса}$ (схема 3), что обеспечит увеличение скорости деформации в 2 раза и относительного удлинения в 1.5 раза. Отжиг-гетерогенизация не эффективен и не требуется в исследуемых псевдоматричных сплавах с 5-8% частиц фаз эвтектического происхождения.

Для псевдоматричных сплавов с высокой долей $L1_2$-фазы (с Zr, Sc в вышеуказанных концентрациях) для повышения однородности распределения крупных частиц фаз эвтектического происхождения в объеме рекомендовано повышенное обжатие при горячей прокатке >90%, степень деформации при прокатке при комнатной температуре может быть минимальной низкотемпературная прокатка не требуется для достижения целевых показателей сверхпластичности. Данные сплавы можно рекомендовать при необходимости сверхпластической формовки полуфабрикатов повышенной толщины.

Формирование микрозеренной структуры в объемных заготовках возможно при использовании для всех разработанных сплавов технологии всесторонней изотермической ковки (осадки) при температурах 300-350°C с накопленной деформацией более $\Sigma e=12$. При этом технология не позволяет существенно улучшить показатели сверхпластичности разработанных сплавов по сравнению с прокаткой.

Практически эффективные рекомендованные диапазоны скоростей сверхпластической формовки лежат в пределах $5\times10^{-3} – 5\times10^{-2}$ $с^{-1}$. Запатентованные составы обеспечивают сверхпластичность в данном диапазоне скоростей деформации. При необходимости высоких скоростей и больших удлинений для получения сложных деталей в одну формовочную операцию сплавы должны содержать (0.25-0.28) %Zr или (0.15-0.2) %Zr и (0.05-0.1) %Sc для формирования высокой плотности $L1_2$-фазы и крупные частицы

эвтектического происхождения, образованные Ni, Ce, Fe размером 0.7-2 мкм. Для снижения себестоимости в качестве основного дисперсоидообразующего элемента выступает Mn и/или Cr, в зависимости от системы легирования, при этом сплавы будут сверхпластичны внизу указанного диапазона скоростей деформации. При выборе составов нужно учитывать требования по коррозионной стойкости и при необходимости для сплавов с повышенным содержанием никеля использовать твердую сверхпластичную плакировку по описанной выше технологии.

6.3 Сверхпластическая формовка модельных деталей и анализ механических свойств сплавов с дуплексным типом структуры

6.3.1 Латуни

Как показано в Главе 4, в латунях Cu-Zn-Al перед началом СПД формируется однородная микрозеренная структура, состоящая из двух фаз α и β (~5 мкм), а в процессе СПД параметры зерен α-фазы меняются незначительно, а зерна β-фазы ввиду динамической рекристаллизации, принимают средний размер ~200 нм (Глава 5). Формирование УМЗ структуры в β-фазе при сверхпластическом течении приводит к меньшей остаточной пористости и улучшенным показателям сверхпластичности Al-содержащей латуни (патент RU 2699423 C1). После СПД объемная доля пор менее 1.5 % после 470-500%, что позволяет получить высококачественные изделия с высоким уровнем эксплуатационных свойств.

Концентрация 38-42%Zn, 0.4-2.5%Al обеспечивает при высокотемпературном отжиге двухфазную структуру, а содержание алюминия замедляет диффузию Zn и образует оксидную пленку на поверхности при деформации на воздухе. Выход за верхний и нижний предел концентрационного интервала по цинку не дает возможность получения мелкозернистой двухфазной структуры в температурной области СПД. Выход за нижнюю границу концентрационного интервала по алюминию не обеспечивает возможность образования оксидной пленки на поверхности, тогда как выход за верхний предел негативно сказывается на показателях сверхпластичности сплава ввиду роста пористости. Рекомендуемая концентрация ~1%.

Из латуни с 1.1%Al успешно опробована сверхпластическая формовка декоративных модельных деталей различной геометрии при температуре 550 °C со скоростью деформации 10^{-3} $с^{-1}$ (рис.6.25). Доля пор не превышает 0.75% при деформации 0.6-0.65, что соответствует испытаниям на одноосное растяжение.

За счет твердорастворного упрочнения, Al закономерно приводит к росту прочностных характеристик, как в отожженном состоянии, так и после 100% СПД при 550 °C (таблица 6.10). Ввиду менее развитой остаточной пористости, сплавы с 0.4–1.1%Al

демонстрируют в два раза меньшее относительное снижение прочностных характеристик 4-11 %, что близко к статистическому разбросу, по сравнению с 19-23 % в Cu-40%Zn. Относительное удлинение сплавов в отожженном состоянии ~50±4%, значения снижаются до 39±5% после деформации во всех сплавах. Легирование алюминием обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности и рост постформовочных прочностных характеристик латуней.

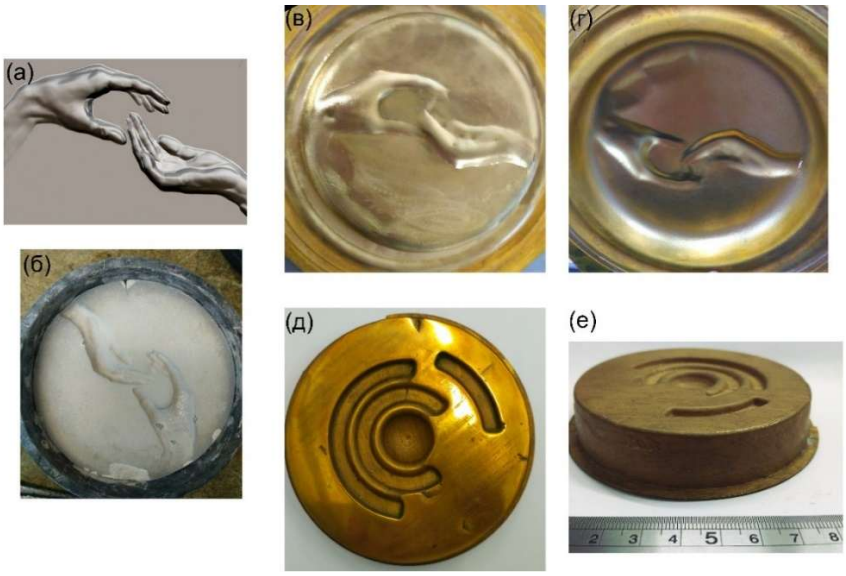


Рисунок 6.25 – Примеры декоративных элементом диаметром 115 мм, полученных СПФ в керамическую матрицу из латуни с 1%Al: (а) схема декоративного элемента, (б) керамическая матрица, (в-е) внешний вид элемента

Таблица 6.10 – Механические свойства при комнатной температуре образцов исследуемых сплавов после 40 минут отжига и 100% СПД (e=0.69) при 550 °C и постоянной скорости 1×10^{-3} c^{-1}

Сплав	$\sigma_{0.2}$, МПа (отжиг)	$\sigma_{0.2}$, МПа (e=0.69)	$\Delta\sigma_{0.2}$, %	$\sigma_в$, МПа (отжиг)	$\sigma_в$, МПа (e=0.69)	$\Delta\sigma_в$, %
Cu-40%Zn	190±8	147±6	23	445±9	360±6	19
Cu-39.7%Zn-0.4%Al	220±5	211±9	4	515±5	465±8	11
Cu-37.8%Zn-1.1%Al	230±9	222±9	3	520±5	470±9	10

6.3.2 Титановые сплавы

Сравнивали детали, полученные СПФ в одинаковых условиях при 875 °C и средней скорости деформации 1×10^{-3} c^{-1} из листов двух сплавов – полученного по стандартной технологии (А) и технологии с промежуточной закалкой (В) (см. Главу 4) (рис.6.26). Скорость деформации в разных точках варьировалась в диапазоне 8×10^{-4} до 2.5×10^{-3} c^{-1}, максимальное давление составляло 0.5 МПа и 0.4 МПа для листов, полученных по режимам А и В соответственно. Чем лучше показатели в данном скоростном диапазоне и выше *m*, тем стабильнее течение и меньше разнотолщинность. Данные расчетов и конечно-элементного моделирования представлены в работе [129].

Из-за влияния трения между листом и матрицей и неоднородности скорости

деформации наблюдается разнотолщинность. Толщина детали варьируется от 0.15 мм (e = 1.95) до 0.41 мм (e = 1.0) для листа ВТ14-А, и от 0.35 мм (e = 1.20) до 0.49 мм (e = 0.85) для листа ВТ14-В. В критической точке скорость деформации достигает 2.5×10^{-3} c^{-1}, что приводит к локализации деформации в этих зонах. Трение и градиент скорости действуют на оба сплава одинаково, а наблюдаемый разброс толщины и степень локализации дополнительно определяются различиями в исходной микроструктуре. В листе стандартного сплава (ВТ14-А) высокая доля нерекристаллизованной структуры перед началом деформации обусловливает сохранение неоднородности при малых деформациях, приводит к неоднородности деформации с локальной динамической рекристаллизацией и более неравномерному распределению толщины при СПФ. В листе ВТ14-В, обработанном по технологии с закалкой, вследствие более однородной исходной структуры, полученной путем трансформации мартенсита в смесь двух фаз при нагреве и деформации в двухфазной области равноосные рекристаллизованные зерна и глобулярная структура формируются до касания штампа, что обеспечивает равномерное течение и меньшую разнотолщинность [129]. В сильно деформированных областях обоих листов наблюдается рекристаллизованная структура (рис. 6.26).

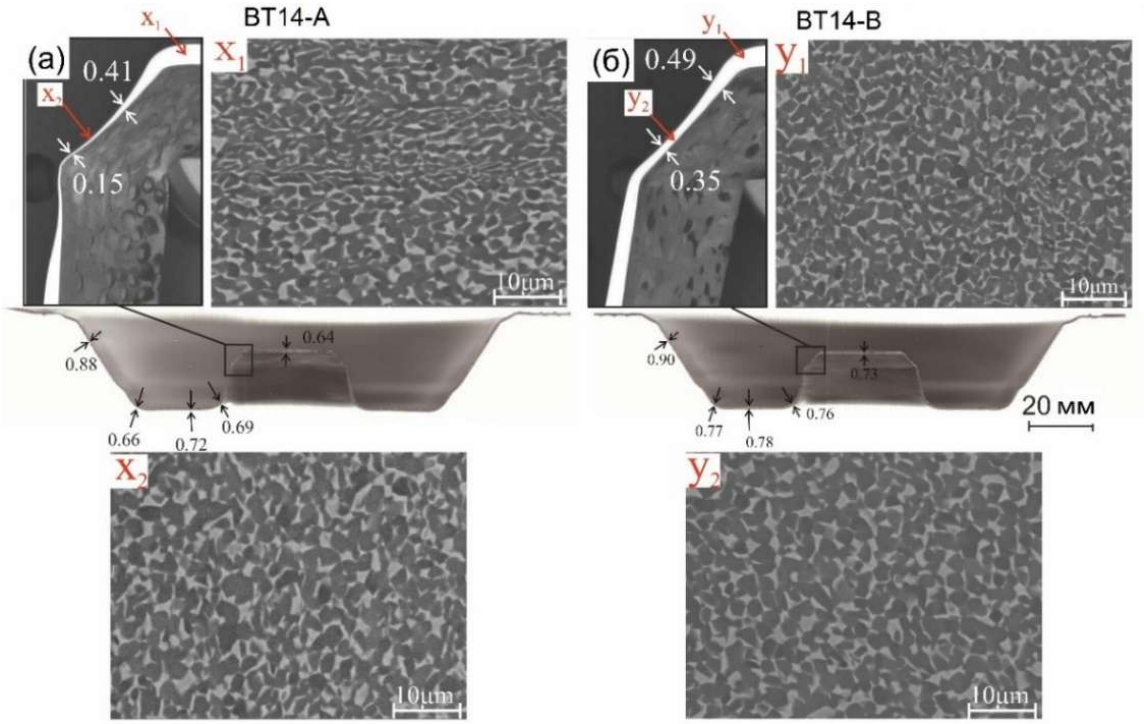


Рисунок 6.26 - Распределение толщины (все значения в мм) для деталей из (а) листа ВТ14-А и (б) ВТ14-В; врезки: микроструктуры деформированных участков листа А (для точек x1 и x2) и листа В (для точек y1 и y2) [129]

Прочностные характеристики сплава ВТ14, предел текучести и предел прочности при испытаниях на одноосное растяжение, снижаются на 100 МПа после отжига горячедеформированного полуфабриката и еще примерно настолько же после СПД (e=0.69)

из-за формирования рекристаллизованной структуры и динамического роста зерна при сверхпластическом течении (Таблица 6.11).

Таблица 6.11 - Предел текучести ($\sigma_{0.2}$), предел прочности при растяжении ($\sigma_В$), удлинение (δ) при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0.2}$, МПа	$\sigma_В$, МПа	δ,%
сплав ВТ14			
горячекатаное	987±9	990±10	4.6±0.3
отжиг 875 °С, 1 ч	880±10	890±10	7.3±0.3
e=0.69 / 875 °С / 1×10^{-3} $с^{-1}$	774±12	860±10	7.1±0.4
ВТ14+Fe, В			
горячекатаное	1080±20	1120±23	4.7±0.6
отжиг 775 °С, 1 ч	1020±14	1078±17	6.2±0.7
e=0.69 / 775 °С / 1×10^{-3} $с^{-1}$	1025±15	1086±22	5.9±0.7

Для титанового сплава ВТ14 важным фактором является формирование глобулярной структуры перед началом сверхпластического течения, однородность которой достигается изменением технологии получения листа или модифицированием состава. Добавка железа снижает температуру проявления сверхпластичности и повышает прочностные характеристики. При этом средние значения механических характеристик для сплава с железом не снижаются после 100% СПД (e=0.69), так как формирование структуры завершается после кратковременного отжига и различия в структуре незначительны.

Для улучшения показателей сверхпластичности необходимо обеспечить формирование равноосной структуры с наименьшим размером зерна до начала или на начальной стадии деформации, что, как показано в данной работе, реализуется за счет стимулирования динамической рекристаллизации в алюминиевых сплавах с высокой долей наноразмерных дисперсоидов и архитектурой твердого раствора – содержанием магния и цинка в сплавах на основе алюминия. Аналогичный подход контролирования состава твердого раствора эффективен для двухфазных латуней (легирование алюминием) и титановых сплавов (легирование железом).

Дальнейшее развитие исследований связано с апробацией разработанного подхода для получения микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния в сплавах на разных основах, полученных термомеханической обработкой, включая титановые сплавы с низкотемпературной сверхпластичностью, а также адаптацию разработанных принципов к технологиям асимметричной прокатки, перспективной для получения сплавов с микрозеренной и ультрамелкозернистой структурой в промышленных условиях.

Выводы по главе 6

1. Обоснованы состав сплава 1565ч в пределах марки и технологии получения листовых заготовок толщиной от 1 до 5 мм для получения микрозеренной структуры и

сверхпластичного состояния. Показано, что увеличение содержания Mn до 0.9-0.95 % и повышение степени холодной прокатки до 80 % обеспечивают формирование зерна размером 7-8 мкм и достижение удлинений 400-450 % при 500-520 °С и скоростях $(1\text{-}5)\times10^{-3}$ $с^{-1}$. Для листов толщиной 3-5 мм эффективно применение промежуточного гетерогенизационного отжига, позволяющее получить удлинения 230-300 %. Свободной выдувкой купола диаметром 330 мм из листов сплава 1565 ч показано, что разрушение при температуре 510±5 °С и скорости деформации около 2×10^{-3} $с^{-1}$ происходит при высоте купола 170-174 мм. Механические свойства листов после СПФ остаются выше гарантированных ГОСТ для сплава 1565ч в отожженном состоянии. Значения показателей сверхпластичности исследованного сплава и прочностных характеристик при комнатной температуре выше, чем сплава 5083sp, серийно производимого для СПФ.

2. Показано, что холодная прокатка с высокой степенью обжатия (>50%) необходима для достижения сверхпластичного состояния листов сплавов с Mn/Cr содержащими дисперсоидами и исходным рекристаллизованным зерном и не улучшает показатели сверхпластичности сплавов с повышенным содержанием Zr или Sc. При этом повышение обжатия при горячей прокатке обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности сплавов псевдоматричного типа за счет повышения однородности распределения частиц эвтектического происхождения в алюминиевой матрице.

3. Разработаны и запатентованы составы сплавов со структурой псевдоматричного типа на основе системы Al-Mg-Fe-Ni/Ce-(Zn), способные к сверхпластической формовке при скоростях деформации до 5×10^{-2} $с^{-1}$ и обеспечивающие значительное (до 40 %) превосходство по формуемости по сравнению со сплавом AA5083 при на порядок большей скорости деформации. В отожженном состоянии сплавы имеют предел текучести 190-270 МПа, предел прочности 330-380 МПа и относительное удлинение 14-25 % при комнатной температуре. Снижение механических свойств не обнаружено после коррозионных испытаний и не превышает 7-11% после 100% СПД.

4. Разработан и запатентован высокопрочный сплав на основе системы Al-Mg-Zn-Cu-Ni и технология получения из него листов сверхпластичных при температурах в интервале 350-480 °С при скоростях деформации от 2×10^{-3} до 1×10^{-1} $с^{-1}$ с удлинениями 300–1000 % с высокими прочностными характеристиками в термически упрочненном состоянии (предел текучести 520-590 МПа, предел прочности 570-610 МПа и удлинение 4-5%), которые снижаются на 7% в результате динамической рекристаллизации после 100% сверхпластической деформации.

5. Разработана и запатентована технология плакирования высокопрочного сплава на основе системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni сверхпластичными магналиями Al-Mg-Zr(-Er) и

сплавом Al-Zn-Ca, которые обеспечивают защиту от коррозии без разрыва плакирующего слоя и снижения формуемости. Механические свойства плакированных листов после СПФ и коррозионных испытаний остаются на высоком уровне (предел текучести более 430 МПа). Установлено, что плакирование альтернативными сплавами на основе Al-Mg-Si не обеспечивает сохранение плакирующего слоя после сверхпластической деформации.

6. Разработан и запатентован сплав типа авиаль системы Al-Mg-Si-Fe-Ni и технология получения из него листов сверхпластичных при температурах в интервале 440-500 °С при скоростях деформации от 2×10^{-3} до 1×10^{-2} $с^{-1}$ с удлинениями 300-500%, демонстрирующий после закалки и старения предел текучести до 360 МПа, предел прочности до 410 МПа и относительное удлинение 6-10% в зависимости от температуры закалки 480-520°С и охлаждающей среды, которые практически не снижаются после 100% сверхпластической деформации.

7. Сверхпластической формовкой при скоростях деформации в интервале 2×10^{-3}-1×10^{-2} $с^{-1}$ успешно получены детали сложной формы из разработанных алюминиевых сплавов разных систем легирования, демонстрирующие высокую точность воспроизведения гравюры матрицы и технологические преимущества новых сплавов.

8. Показано, что легирование двухфазных латуней 1% Al ввиду улучшения показателей сверхпластичности и снижения остаточной пористости в 3-4 раза (до 1.5 %) обеспечивает рост прочностных характеристик в отожженном состоянии и незначительное их снижение при сверхпластической деформации. Методом сверхпластической формовки при температуре 550 °С получены декоративные детали сложной формы с высокой точностью воспроизведения рельефа из сплава Cu-Zn-Al (получен патент).

9. Использование режима получения листа с промежуточной закалкой из β-области, обеспечивающего более однородную рекристаллизованную и глобулярную структуру сплава Ti-4Al-3Mo-1V (ВТ14) перед началом сверхпластической деформации, приводит к росту однородности деформации, показателя скоростной чувствительности и максимального относительного удлинения (с 750 до 900%), обеспечивая меньшую разнотолщинность при сверхпластической формовке деталей в условиях оптимальной температуры деформации 875 °С.

10. Прочностные характеристики сплава ВТ14 снижаются после сверхпластической деформации с 880 МПа в отожженном состоянии до 770 МПа после 100% деформации при 875 °С. Легирование сплава 2 %Fe снижает температуру проявления сверхпластичности на 100-200 °С (до 675-775 °С), обеспечивая рост прочностных характеристик при комнатной температуре на 100-200 МПа при отсутствии значимого их снижения после сверхпластической деформации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных систематических исследований в рамках решения поставленных задач сформулированы следующие основные результаты и выводы для разных групп сплавов:

1. Для **алюминиевых сплавов** на основе систем Al-Mg, Al-Mg-Zn-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu) и Al-Cu-Mg, дополнительно легированных малорастворимыми переходными и редкоземельными металлами установлены закономерности формирования структуры, эволюции параметров частиц гетерогенизирующих (вторых) фаз кристаллизационного происхождения и дисперсоидов, влияния параметров частиц и содержания растворимых элементов на кинетику рекристаллизации, зеренную структуру, показатели сверхпластичности и соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации. Разработана и успешно применена для алюминиевых сплавов методика изучения структурных превращений (полигонизации и рекристаллизации) в режиме реального времени при непрерывном нагреве и изотермической выдержке методом механической спектроскопии. Методика позволяет оценивать кинетику рекристаллизации по изменению интегральной плотности дислокаций в сплавах и рассчитывать активационные параметры зернограничной релаксации. По результатам анализа полученных закономерностей сформулирован и обоснован подход, основанный на принципе многоуровневой оптимизации гетерогенности структуры, позволяющий управлять соотношением вкладов действующих механизмов и показателями сверхпластичности через изменение состава сплавов и режимов обработки.

2. Показано, что для всех групп алюминиевых сплавов наиболее эффективными эвтектикообразующими элементами являются железо и никель, формирующие фазы Al_9FeNi и Al_3Ni и обеспечивающие псевдоматричный тип структуры. Фазы практически не растворяют основные легирующие и дисперсоидообразующие элементы, обеспечивают низкую чувствительность к примеси кремния (до 0.15%), а их частицы эффективно фрагментируются, сфероидизируются и однородно распределяются в матрице при термомеханической обработке, создавая требуемую гетерогенность структуры с включениями среднего размера ~ 1 мкм и объемной долей 5-8%. Частицы стимулируют статическую и динамическую рекристаллизацию, облегчая формирование новых зерен и обеспечивая более мелкозернистую и однородную структуру в условиях отжига холоднокатаных заготовок, всесторонней изотермической ковки, обработки трением с перемешиванием и сверхпластического течения; стимулируют зернограничное скольжение без инициирования порообразования через рост доли высокоугловых границ зерен,

уменьшение размера зерна и формирование межфазных границ. В сплавах типа магналии аналогом никеля служит церий, обеспечивающий близкий уровень показателей сверхпластичности.

3. С позиции обеспечения высокой стабильности размеров зерен при температурах сверхпластической деформации проанализирован распад пересыщенного переходными металлами (Mn, Cr, Zr, Sc, Er, Y) твердого раствора на основе алюминия в сплавах разных систем легирования. Определены следующие режимы обработки, обеспечивающие формирование дисперсоидов наименьшего размера при их наибольшей объемной доле, т.е. максимальную сдерживающую силу Зинера, и установлены факторы, влияющие на их тип, размер, морфологию и термическую стабильность, установлены особенности их влияния на сверхпластичное состояние сплавов:

- В сплавах на основе системы Al-Mg-Mn распад пересыщенного Mn твердого раствора при 350-380 °С идет преимущественно гетерогенно с образованием частично когерентной квазикристаллической I-фазы размером ~30 нм равноосной формы на дислокациях. Дисперсоиды I-фазы сдерживают рекристаллизацию до 400 °С в матричных сплавах, но огрубляются при более высоких температурах, не обеспечивая формирования микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния. Напротив, дисперсоиды I-фазы имеют повышенную термическую стабильность в присутствии Fe и Cr, эффективно сдерживают рост зерен и улучшают показатели сверхпластичности в сплавах псевдоматричного типа с частицами эвтектического происхождения размером ~1 мкм, которые стимулируют рекристаллизацию.
- Для формирования микрозеренной структуры и обеспечения сверхпластичного состояния матричных магналиев, легированных Mn, необходим высокотемпературный отжиг слитка при 470±10°С, обеспечивающий высокую объемную долю пластинчатой Al_6Mn фазы, средний размер частиц которой в присутствии малой добавки хрома (0.1-0.2%) после прокатки уменьшается до 45-50 нм. Дисперсоиды снижают температуру начала рекристаллизации, стабилизируют зеренную структуру при подсолидусных температурах, существенно улучшая показатели сверхпластичности сплавов.
- Для формирования высокой объемной доли $L1_2$-фазы в сплавах с цирконием в условиях непрерывного распада пересыщенного твердого раствора необходим двухступенчатый отжиг слитка в интервале температур 350-420°С. Введение эрбия и скандия ускоряет непрерывный распад пересыщенного цирконием твердого раствора, уменьшает ширину зон прерывистого распада, повышает плотность и однородность распределения дисперсоидов при сохранении их среднего размера ~10 нм после термомеханической обработки, что сдерживает начало рекристаллизации до

подсолидусных температур и обеспечивает сверхпластичное состояние сплавам при скоростях до 1×10^{-2} c^{-1}.

- Когерентные матрице дисперсоиды $L1_2$-фазы размером ~10 нм эффективнее сдерживают рост зерен, чем некогерентные дисперсоиды Mn-содержащих фаз размером 40-50 нм при близких значениях *f/d*, формируя зерно 2-4 мкм, что обеспечивает сверхпластичность при на порядок больших скоростях и на ~100°C более низких температурах деформации, при этом Mn-содержащие дисперсоиды ограничивают зернограничное скольжение, а признаков сдерживания зернограничного скольжения в присутствии $L1_2$-фазы не обнаружено.

4. Рост содержания легирующих элементов (Mg, Zn, Cu) в твердом растворе в алюминиевых сплавах исследованных систем легирования обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности при условии сохранения параметров дисперсоидов. Магний ограничивает подвижность дислокаций, стимулирует рекристаллизацию и сдерживает рост зерен, но уменьшает вклад зернограничного скольжения в общее удлинение. Цинк, в том числе его малая добавка в магналии, напротив слабо влияет на средний размер зерна, но увеличивает вклад зернограничного скольжения, уменьшая напряжение течения, увеличивая его скоростную чувствительность и значения относительного удлинения. Повышение в сплавах содержания магния и цинка до предельной растворимости при создании структуры с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам, 0.4-4% дисперсоидов среднего размера 10-50 нм и 5-8% частиц эвтектического происхождения среднего размера *d*~0.7-3 мкм является эффективным инструментом управления зеренной структурой, обеспечивающим достижение высокоскоростной сверхпластичности с удлинениями 400-1000% при скоростях деформации до 10^{-2} - 1 c^{-1}.

5. На основе вышеизложенных закономерностей разработаны и запатентованы сплавы со структурой псевдоматричного типа на основе систем Al-Mg, Al-Mg-Zn-Cu и Al-Mg-Si-Cu сверхпластичные при повышенных скоростях деформации, имеющие прочностные характеристики и коррозионную стойкость не ниже аналогов (для высокопрочных сплавов при условии применения разработанной твердой плакировки). Проведена оценка формуемости листов сплавов и успешно опробована сверхпластическая формовка при скоростях до 1×10^{-2} c^{-1} модельных деталей сложной формы, точно воспроизводящих гравюру матрицы.

6. В **двухфазных** латунях и титановых сплавах **с микродуплексной структурой** представленных α- и β-фазами кроме соотношения фаз на сверхпластичное поведение оказывает влияние их химический состав. Помимо развития зернограничного скольжения

по межфазным границам, вторая более пластичная и диффузионно-проницаемая β-фаза с ОЦК решеткой выполняет аккомодационную функцию, обеспечивая действие дислокационной и диффузионной ползучести. При этом показано, что:

- в латунях в оптимальных температурно-скоростных условиях (550 °С, 1×10^{-3} $с^{-1}$), обеспечивающих наибольшие значения скоростной чувствительности, сверхпластическая деформация сопровождается динамической рекристаллизацией в ОЦК β-фазе, обеспечивая уменьшение размера зерен с ~4 мкм до ультрамелкозернистого состояния. Дополнительное легирование алюминием (0.4-1.1%) существенно уменьшает размер β-зерен ввиду замедления скорости диффузии цинка, уменьшает вклад зернограничного скольжения по межфазным границам и приводит к снижению остаточной пористости в несколько раз, что в совокупности обеспечивает снижение напряжения течения, рост относительного удлинения в 1.5 раза и повышение постформовочных прочностных характеристик;
- в титановых сплавах β-фаза при сверхпластической деформации выделяется по высокоугловым α/α границам зерен или по малоугловым границам в теле зерен, тем самым создавая новые места для зернограничного скольжения и обеспечивая его аккомодацию. Данный эффект ускоряется в присутствии Fe, диффундирующего по межузельному механизму и ускоряющего самодиффузию титана. Добавка Fe в сплав Ti-Al-Mo-V ускоряет глобуляризацию структуры, снижает температурный интервал проявления сверхпластичности с 850-900 до 675-775 °С, обеспечивает удлинения до 1000% и рост прочностных характеристик, в том числе после сверхпластической деформации.

7. Результаты работы использованы (получены акты внедрения и использования результатов) для оптимизации технологических процессов производства и применения продукции алюминиевых сплавов с микрозеренной структурой для получения деталей транспортного машиностроения и прошли промышленную апробацию на Самарском металлургическом заводе применительно к сплаву 1565ч, листы которого предложенного состава (в пределах марки), полученные по разработанным технологиям, имеют существенно лучшие показатели сверхпластичности и механические характеристики по сравнению с аналогами. Формуемость промышленных опытных партий листов сплава в сверхпластичном состоянии подтверждена успешным получением деталей, точно воспроизводящих гравюру матрицы. Практическую ценность представляют экспериментальные сплавы с высокоскоростной сверхпластичностью и технология твердой плакировки для коррозионной защиты без снижения формуемости.

Список используемых источников

[1] C.E. Pearson, The viscous properties of extruded eutectic alloys of lead–tin and bismuth–tin, J. Inst. Met. 54 (1934) 111–124.

[2] А.А. Бочвар, З.А. Свидерская, Явление сверхпластичности в сплавах цинк-алюминий, Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук. (1945) 821–824.

[3] А.А. Бочвар, О механизме сверхпластичности, Известия Академии Наук СССР. Отделение Технических Наук. (1946) 743–752.

[4] I.I. Novikov, V.K. Portnoy, V.S. Levchenko, Investigation of structural changes during superplastic deformation of Zn-22% Al alloy by replica locating technique, Acta Metall. 29 (1981) 1077–1090. https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90059-6.

[5] Z. Song, R. Niu, X. Cui, E. V. Bobruk, M.Y. Murashkin, N.A. Enikeev, J. Gu, M. Song, V. Bhatia, S.P. Ringer, R.Z. Valiev, X. Liao, Mechanism of room-temperature superplasticity in ultrafine-grained Al–Zn alloys, Acta Mater. 246 (2023) 118671. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.118671.

[6] A. Ball, M.M. Hutchison, Superplasticity in the Aluminium–Zinc Eutectoid, Met. Sci. J. 3 (1969) 1–7. https://doi.org/10.1179/msc.1969.3.1.1.

[7] 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.

[8] V.S. Levchenko, V.K. Portnoy, I.I. Novikov, Unusual low grain boundary sliding in aluminum alloy with classical features of micrograin superplasticity, Superelasticity Adv. Mater. ICSAM (1991) 39–44.

[9] K. Sotoudeh, P.S. Bate, Diffusion creep and superplasticity in aluminium alloys, Acta Mater. 58 (2010) 1909–1920. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.11.034.

[10] M.A. Rust, R.I. Todd, Surface studies of Region II superplasticity of AA5083 in shear: Confirmation of diffusion creep, grain neighbour switching and absence of dislocation activity, Acta Mater. 59 (2011) 5159–5170. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.04.051.

[11] H. Masuda, E. Sato, Diffusional and dislocation accommodation mechanisms in superplastic materials, Acta Mater. 197 (2020) 235–252. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.042.

[12] О.А. Кайбышев, Р.З. Валиев, Границы зерен и сверхпластичность металлов, М.: Металлургия, 1987.

[13] R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, Bulk nanostructured materials: Fundamentals and applications, Bulk Nanostructured Mater. Fundam. Appl. (2013) 1–440. https://doi.org/10.1002/9781118742679.

[14] V.N. Perevezentsev, V.V. Rybin, V.N. Chuvil'deev, The theory of structural superplasticity—II. Accumulation of defects on the intergranular and interphase boundaries. Accomodation of the grain-boundary sliding. The upper bound of the superplastic strain rate, Acta Metall. Mater. 40 (1992) 895–905. https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90066-N.

[15] В.Н. Чувильдеев, А.В. Щавлева, А.В. Нохрин, О.Э. Пирожникова, М.Ю. Грязнов,

Ю.Г. Лопатин, А.Н. Сысоев, Н.В. Мелехин, Н.В. Сахаров, В.И. Копылов, М.М. Мышляев, Влияние размера зерна и структурного состояния границ зерен на параметры низкотемпературной и высокоскоростной сверхпластичности нано- и микрокристаллических сплавов, Физика твердого тела 52 (2010) 1026–1033.

[16] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development, Mater. Sci. Eng. A 560 (2013) 1–24. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020.

[17] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, 2014. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.

[18] A. Heidarzadeh, S. Mironov, R. Kaibyshev, G. Çam, A. Simar, A. Gerlich, F. Khodabakhshi, A. Mostafaei, D.P. Field, J.D. Robson, A. Deschamps, P.J. Withers, Friction stir welding/processing of metals and alloys: A comprehensive review on microstructural evolution, Prog. Mater. Sci. 117 (2021) 100752. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100752.

[19] B. Straumal, T. Lepkova, A. Korneva, G. Gerstein, O. Kogtenkova, A. Gornakova, Grain Boundary Wetting by the Second Solid Phase: 20 Years of History, Metals (Basel). 13 (2023) 929. https://doi.org/10.3390/met13050929.

[20] R.Z. Valiev, B. Straumal, T.G. Langdon, Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties, Annu. Rev. Mater. Res. 52 (2022) 357–382. https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248.

[21] B.B. Straumal, R. Kulagin, L. Klinger, E. Rabkin, P.B. Straumal, O.A. Kogtenkova, B. Baretzky, Structure Refinement and Fragmentation of Precipitates under Severe Plastic Deformation: A Review, Materials (Basel). 15 (2022) 601. https://doi.org/10.3390/ma15020601.

[22] М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдиков, Е.В. Автократова, Наноструктурирование, гетерогенность структуры и статическая прочность сложнолегированных алюминиевых сплавов, Физическая Мезомеханика 28 (2025) 113–131. https://doi.org/10.55652/1683-805X_2025_28_1_113-131.

[23] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov, Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al–Mg–Sc–Zr alloy, Mater. Sci. Eng. A 538 (2012) 386–390. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.041.

[24] S. Krymskiy, O. Sitdikov, E. Avtokratova, M. Markushev, 2024 aluminum alloy ultrahigh-strength sheet due to two-level nanostructuring under cryorolling and heat treatment, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 30 (2020) 14–26. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)65176-9.

[25] O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Markushev, Effect of temperature of isothermal multidirectional forging on microstructure development in the Al-Mg alloy with nano-size aluminides of Sc and Zr, J. Alloys Compd. 746 (2018) 520–531. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.277.

[26] S. Zherebtsov, G. Salishchev, Production, Properties and Application of Ultrafine-Grained Titanium Alloys, Mater. Sci. Forum 838–839 (2016) 294–301.

https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.838-839.294.
[27] S.V. Zherebtsov, E.A. Kudryavtsev, G.A. Salishchev, B.B. Straumal, S.L. Semiatin, Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti 6Al 4V during low-temperature superplastic deformation, Acta Mater. 121 (2016) 152–163. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.003.
[28] G.A. Salishchev, S. V. Zherebtsov, O.R. Valiakhmetov, R.M. Galeyev, S.Y. Mironov, Development of Submicrocrystalline Titanium Alloys Using “abc” Isothermal Forging, Mater. Sci. Forum 447–448 (2004) 459–464. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.447-448.459.
[29] D. Klimenko, M. Ozerov, S. Suresh, N. Stepanov, M.A. Tikhonovsky, G. Salishchev, S. Zherebtsov, Microstructure Evolution and Properties of Ti-6Al-4V Alloy Doped with Fe and Mo during Deformation at 800°C, Defect Diffus. Forum 385 (2018) 144–149. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.144.
[30] E. V. Naydenkin, I. V. Ratochka, I.P. Mishin, O.N. Lykova, N. V. Varlamova, The effect of interfaces on mechanical and superplastic properties of titanium alloys, J. Mater. Sci. 52 (2017) 4164–4171. https://doi.org/10.1007/s10853-016-0508-1.
[31] А.И. Трусов, П.В., Шарифуллина, Э.Р. Шейкин, Многоуровневая модель для описания пластического и сверхпластического деформирования поликристаллических материалов, Физическая Мезомеханика 22 (2019) 5–23. https://doi.org/10.24411/1683-805X-2019-12001.
[32] Р.А. Васин, Ф.У. Еникеев, А.А. Курглов, Р.В. Сафиуллин, Об идентификации определяющих соотношений по результатам технологических экспериментов, известия академии наук. Механика твердого телА (2003) 111–124.
[33] F.U. Enikeev, A.A. Kruglov, An analysis of the superplastic forming of a thin circular diaphragm, Int. J. Mech. Sci. 37 (1995) 473–483. https://doi.org/10.1016/0020-7403(94)00081-T.
[34] Е.Н. Чумаченко, В.К. Портной, И.В. Логашина, Механические испытания и построение аналитических моделей поведения материалов в условиях сверхпластичности. Часть I, Металлург 12 (2014) 68–71.
[35] R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.M. Imayev, Current achievements on superplasticity and related phenomena at the Institute for Metals Superplasticity Problems, Lett. Mater. 8 (2018) 510–516. https://doi.org/10.22226/2410-3535-2018-4-510-516.
[36] А.В. Михайловская, В.К. Портной, Анализ процессов разупрочнения гетерофазных алюминиевых сплавов с эвтектической составляющей, Известия Высших Учебных Заведений. Цветная Металлургия. 5 (2012) 51–56. https://elibrary.ru/item.asp?id=18045188%0A%0A.
[37] А.В. Михайловская, В.К. Портной, Влияние особенностей структуры на поведение некоторых алюминиевых сплавов при сверхпластической деформации, Перспективные Материалы. 12 (2011) 332–337. https://www.elibrary.ru/item.asp?id=17561541.
[38] A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, I.S. Golovin, V.K. Portnoy, Fine-grained structure and superplasticity of Al - Cu - Mg - Fe - Ni alloys, 2013.

https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.735.55.

[39] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Сверхпластичность сплава Al – 11% Zn – 3% Mg – 0.8% Cu – 0.3% Zr с добавками Fe и Ni, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 7 (2013) 22–25.

[40] V.K. Portnoy, D.S. Rylov, V.S. Levchenko, A. V. Mikhaylovskaya, The influence of chromium on the structure and superplasticity of Al-Mg-Mn alloys, J. Alloys Compd. 581 (2013) 313–317. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.07.075.

[41] А.В. Михайловская, И.С. Головин, А.А. Зайцева, В.К. Портной, P. Dröttboom, J. Cifre, Влияние добавок Mn и Cr на кинетику рекристаллизации и параметры зернограничной релаксации сплава Al–4.9Mg, Физика Металлов и Металловедение 114 (2013) 268–278. https://doi.org/10.7868/S0015323013030121.

[42] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Влияние состава твердого раствора на показатели сверхпластичности сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu–Ni–Zr, Физика Металлов и Металловедение 115 (2014) 778–787. https://doi.org/10.7868/S0015323014070043.

[43] 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.

[44] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, V.S. Levchenko, V.K. Portnoy, The study of the technology parameters on the superplasticity of the new Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr base alloy, Materwiss. Werksttech. 45 (2014) 822–827. https://doi.org/10.1002/mawe.201400287.

[45] A. V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, I.S. Golovin, A. V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, Superplastic deformation mechanisms in fine-grained Al-Mg based alloys, Mater. Sci. Eng. A 627 (2015) 31–41. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.099.

[46] О.А. Яковцева, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, А.В. Иржак, В.К. Портной, Исследование действующих механизмов сверхпластической деформации в сплаве системы Al–Mg–Mn, Физика Металлов и Металловедение 116 (2015) 908–916. https://doi.org/10.7868/S0015323015070128.

[47] A. V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy, A.G. Mochugovskiy, M.Y. Zadorozhnyy, N.Y. Tabachkova, I.S. Golovin, Effect of homogenisation treatment on precipitation, recrystallisation and properties of Al – 3% Mg – TM alloys (TM = Mn, Cr, Zr), Mater. Des. 109 (2016) 197–208. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.010.

[48] И.С. Головин, А.В. Михайловская, М.А. Рязанцева, А.Ю. Гептин, А.Н. Солонин, Исследование рекристаллизации в сплаве Al-0.3 Mg методом внутреннего трения, Физика Металлов и Металловедение 112 (2011) 656–666.

[49] O.A. Yakovtseva, A. V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, V. V. Cheverikin, V.K. Portnoy, Superplastic deformation mechanisms in high magnesium contenting aluminum alloy, 2016. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.838-839.66.

[50] A. V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, V. V. Cheverikin, A.D. Kotov, V.K. Portnoy, Superplastic behaviour of Al-Mg-Zn-Zr-Sc-based alloys at high strain rates, Mater. Sci. Eng. A 659 (2016) 225–233. https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.02.061.

[51] 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.

[52] А.А. Кищик, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, В.К. Портной, Формирование микроструктуры и сверхпластичность магналиев, Физика Металлов и Металловедение 118 (2017) 101–108. https://doi.org/10.7868/s0015323016120081.

[53] А.Г. Мочуговский, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, В.К. Портной, Влияние параметров обработки на зеренную структуру и механические свойства листов сплава Al – 3% Mg с добавками Zr и Ti, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 6 (2017) 33–37.

[54] М.С. Кищик, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, А.Д. Котов, А.М. Дриц, В.К. Портной, Получение микрозеренной структуры и сверхпластичности в промышленном алюминиевом сплаве 1565ч, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 6 (2016) 30–35.

[55] 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.

[56] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, А.А. Борисов, О.А. Яковцева, В.К. Портной, Высокоскоростная сверхпластичность сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu с добавками Fe и Ni, Физика Металлов и Металловедение 118 (2017) 958–966. https://doi.org/10.7868/S0015323017090066.

[57] 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.

[58] A. Mochugovskiy, A. Mikhaylovskaya, W. Mufalo, V. Portnoy, Superplasticity of Al-Mg-Zr alloy, Defect Diffus. Forum 385 DDF (2018) 114–119. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.114.

[59] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Т.Б. Сагалова, Получение микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния в сплавах системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 7 (2012) 19–23.

[60] A.V. Mikhaylovskaya, A.G. Mochugovskiy, V.S. Levchenko, N.Y. Tabachkova, W. Mufalo, V.K. Portnoy, Precipitation behavior of L12 Al3Zr phase in Al-Mg-Zr alloy, Mater. Charact. 139 (2018) 30–37. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.02.030.

[61] A. Kishchik, A. Mikhaylovskaya, A. Kotov, V. Portnoy, Effect of homogenization treatment on superplastic properties of aluminum based alloy with minor Zr and Sc additions, Defect Diffus. Forum 385 DDF (2018) 84–90. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.84.

[62] В.К. Портной, О.А. Яковцева, А.А. Кищик, А.Д. Котов, С.В. Медведева, А.В. Михайловская, Использование гетерогенизации для улучшения показателей сверхпластичности сплава АА5083, Металлург 5 (2018) 45–49.

[63] 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.

[64] M.S. Kishchik, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, A.O. Mosleh, W.S. AbuShanab, V.K. Portnoy, Effect of multidirectional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al-Mg-Mn alloy, Materials (Basel). 11 (2018). https://doi.org/10.3390/ma11112166.

[65] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, M.S. Kishchik, A.S. Prosviryakov, V.K. Portnoy, The effect of isothermal multi-directional forging on the grain structure, superplasticity, and mechanical properties of the conventional al–mg-based alloy, Metals (Basel). 9 (2019) 33. https://doi.org/10.3390/met9010033.

[66] 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.

[67] A. Mochugovskiy, N. Tabachkova, A. Mikhaylovskaya, Annealing induced precipitation of nanoscale icosahedral quasicrystals in aluminum based alloy, Mater. Lett. 247 (2019) 200–203. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.03.126.

[68] О.А. Яковцева, А.Д. Котов, М.Н. Ситкина, А.В. Иржак, А.В. Михайловская, Механизмы высокоскоростной сверхпластической деформации в сплаве Al–Mg–Zn–Fe–Ni–Zr–Sc, Физика Металлов И Металловедение 120 (2019) 1109–1115. https://doi.org/10.1134/S0015323019100152.

[69] О.А. Яковцева, А.В. Михайловская, А.Д. Котов, О.И. Мамзурина, В.К. Портной, Влияние степени и скорости деформации на эволюцию микроструктуры и механизмы сверхпластической деформации, Физика Металлов И Металловедение 120 (2019) 93–100. https://doi.org/10.1134/S0015323018110220.

[70] А.В. Михайловская, Ю.В. Синагейкина, А.Д. Котов, В.К. Портной, Алюминиевые сплавы с повышенной прочностью для сверхпластической формовки, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 7 (2012) 23–27.

[71] М.С. Кищик, А.В. Михайловская, А.Д. Котов, А.М. Дриц, В.К. Портной, Влияние режимов гетерогенизационного отжига перед холодной прокаткой на структуру и свойства листов из сплава 1565ч, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 4 (2019) 25–31.

[72] А.А. Кищик, А.Д. Котов, А.В. Михайловская, Микроструктура и высокоскоростная сверхпластичность сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr, Физика Металлов И Металловедение 120 (2019) 1101–1108. https://doi.org/10.1134/S0015323019100048.

[73] 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.

[74] А.А. Кищик, М.С. Кищик, А.Д. Котов, А.В. Михайловская, Влияние всесторонней ковки на микроструктуру и механические свойства сплава системы Al–Mg–Mn–Cr, Физика Металлов И Металловедение 121 (2020) 543–549.

https://doi.org/10.31857/S0015323020050071.
[75] 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). https://doi.org/10.3390/ma13092098.
[76] A. V. Mikhaylovskaya, A.A. Kishchik, N.Y. Tabachkova, A.D. Kotov, V. V. Cheverikin, A.I. Bazlov, Microstructural Characterization and Tensile Properties of Al-Mg-Fe-Ce Alloy at Room and Elevated Temperatures, Jom 72 (2020) 1619–1626. https://doi.org/10.1007/s11837-020-04039-1.
[77] М.С. Кищик, А.Д. Котов, Д.О. Демин, А.А. Кищик, С.А. Аксенов, А.В. Михайловская, Влияние всесторонней изотермической ковки на деформацию и микроструктуру сплава Al–Mg, Физика Металлов и Металловедение 121 (2020) 659–666. https://doi.org/10.31857/S0015323020060078.
[78] 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). https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128096.
[79] A. Kotov, M. Kishchik, A. Mikhaylovskaya, Effect of multidirectional forging and subsequent annealing to the microstructure of al-mg-mn type alloy, 2020. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.306.23.
[80] O. Yakovtseva, A. Tomas, A. Mikhaylovskaya, Surface and internal structural markers for studying grain boundary sliding and grain rotation, Mater. Lett. 268 (2020). https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127569.
[81] А.В. Михайловская, М.А. Рязанцева, И.С. Головин, В.К. Портной, Влияние микродобавок магния и цинка в алюминии на разупрочнение при нагреве холоднокатаных листов, Физика Металлов и Металловедение 113 (2012) 837–845.
[82] O.A. Yakovtseva, M.N. Sitkina, A.D. Kotov, O. V. Rofman, A. V. Mikhaylovskaya, Experimental study of the superplastic deformation mechanisms of high-strength aluminum-based alloy, Mater. Sci. Eng. A 788 (2020). https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139639.
[83] 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). https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141319.
[84] A.O. Mosleh, A.D. Kotov, A.A. Kishchik, O. V. Rofman, A. V. Mikhaylovskaya, Characterization of superplastic deformation behavior for a novel al-mg-fe-ni-zr-sc-based alloy: Arrhenius-based modeling and artificial neural network approach, Appl. Sci. 11 (2021) 1–18. https://doi.org/10.3390/app11052208.
[85] A. Mochugovskiy, A. Kotov, A. Mikhaylovskaya, M.E. Ghayoumabadi, O. Yakovtseva, A high-strain-rate superplasticity of the Al-Mg-Si-Zr-Sc Alloy with Ni addition, Materials (Basel). 14 (2021). https://doi.org/10.3390/ma14082028.
[86] A.G. Mochugovskiy, N.Y. Tabachkova, M.E. Ghayoumabadi, V. V. Cheverikin, A. V. Mikhaylovskaya, Joint effect of quasicrystalline icosahedral and L12-strucutred 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.
[87] A.G. Mochugovskiy, A. V. Mikhaylovskaya, M.Y. Zadorognyy, I.S. Golovin, Effect of heat treatment on the grain size control, superplasticity, internal friction, and mechanical properties of zirconium-bearing aluminum-based alloy, J. Alloys Compd. 856 (2021) 157455. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157455.
[88] A.G. Mochugovskiy, N.Y. Tabachkova, A. V. Mikhaylovskaya, Nanodispersoids of the quasicrystalline I-phase in Mn- and Mg-bearing aluminum-based alloys, Mater. Lett. 284 (2021) 128945. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128945.
[89] O.A. Yakovtseva, A.A. Kishchik, V. V. Cheverikin, A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, The mechanisms of the high-strain-rate superplastic deformation of Al-Mg-based alloy, Mater. Lett. 325 (2022). https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132883.
[90] M. Esmaeili Ghayoumabadi, A.G. Mochugovskiy, N.Y. Tabachkova, A. V. Mikhaylovskaya, The influence of minor additions of Y, Sc, and Zr on the microstructural evolution, superplastic behavior, and mechanical properties of AA6013 alloy, J. Alloys Compd. 900 (2022). https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163477.
[91] A.D. Kotov, A.G. Mochugovskiy, A.O. Mosleh, A.A. Kishchik, O. V. Rofman, A. V. Mikhaylovskaya, Microstructure, superplasticity, and mechanical properties of Al–Mg–Er–Zr alloys, Mater. Charact. 186 (2022). https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111825.
[92] A. V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy, Superplasticity of the aluminum alloys containing the Al 3Ni eutectic particles, Materwiss. Werksttech. 43 (2012) 772–775. https://doi.org/10.1002/mawe.201200039.
[93] 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.
[94] A. V. Mikhaylovskaya, M.S. Kishchik, A.D. Kotov, N.Y. Tabachkova, Grain refinement during isothermal multidirectional forging due to β-phase heterogenization in Al-Mg-based alloys, Mater. Lett. 321 (2022) 132412. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132412.
[95] A.G. Mochugovskiy, A.S. Prosviryakov, N.Y. Tabachkova, A. V. Mikhaylovskaya, The Effect of Ce on the Microstructure, Superplasticity, and Mechanical Properties of Al-Mg-Si-Cu Alloy, Metals (Basel). 12 (2022). https://doi.org/10.3390/met12030512.
[96] А.В. Михайловская, А.А. Кищик, Н.Ю. Табачкова, А.С. Просвиряков, А.Г. Мочуговский, Влияние вторичных выделений квазикристаллической I-фазы на зеренную структуру и механические свойства сплава Al–Mg–Mn, Физика Металлов И Металловедение 123 (2022) 474–481. https://doi.org/10.31857/S0015323022050072.
[97] A. V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, A.G. Mochugovskiy, J. Cifre, I.S. Golovin, Influence of minor Zn additions on grain boundary anelasticity, grain boundary sliding, and superplasticity of Al-Mg-based alloys, J. Alloys Compd. 926 (2022) 166785. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.166785.
[98] M.S. Kishchik, A.G. Mochugovskiy, M. Cuda, A.A. Kishchik, A. V. Mikhaylovskaya, Particle Stimulated Nucleation Effect for Al-Mg-Zr-Sc Alloys with Ni Addition during

Multidirectional Forging, Metals (Basel). 13 (2023) 1499. https://doi.org/10.3390/met13081499.

[99] О.А. Яковцева, М.Н. Постникова, А.В. Иржак, О.В. Рофман, А.В. Михайловская, Влияние Ni на вклады действующих механизмов сверхпластической деформации сплава Al–Zn–Mg–Cr, Физика Металлов и Металловедение 124 (2023) 884–894. https://doi.org/10.31857/S0015323023601125.

[100] A.G. Mochugovskiy, L.Y. Kaplanskaya, A.O. Mosleh, V. V. Palacheva, A. V. Mikhaylovskaya, Microstructure Evolution and Constitutive Modelling of Deformation Behavior for Al-Mg-Si-Cu-Sc-Zr Alloy Processed with Isothermal Multidirectional Forging, Appl. Sci. 13 (2023) 13054. https://doi.org/10.3390/app132413054.

[101] A.O. Mosleh, O.A. Yakovtseva, A.A. Kishchik, A.D. Kotov, E.B. Moustafa, A. V. Mikhaylovskaya, Effect of Coarse Eutectic-Originated Particles on the Microstructure and Properties of the Friction Stir-Processed Al-Mg-Zr-Sc-Based Alloys, Jom 75 (2023) 2989–3000. https://doi.org/10.1007/s11837-023-05712-x.

[102] A.G. Mochugovskiy, A.O. Mosleh, A.D. Kotov, A. V. Khokhlov, L.Y. Kaplanskaya, A. V. Mikhaylovskaya, Microstructure Evolution, Constitutive Modelling, and Superplastic Forming of Experimental 6XXX-Type Alloys Processed with Different Thermomechanical Treatments, Materials (Basel). 16 (2023) 445. https://doi.org/10.3390/ma16010445.

[103] А.В. Михайловская, В.К. Портной, А.Д. Котов, М.Ю. Задорожный, И.С. Головин, Влияние добавки хрома на внутреннее трение и сверхпластичность сплавов системы Al – Mg, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 6 (2012) 12–16.

[104] A.A. Kishchik, A.O. Mosleh, O.A. Yakovtseva, A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, Friction stir processing to improve grain refinement and superplasticity of Al-Mg-Mn-Cr alloy, in: Mater. Res. Proc., 2023: pp. 173–180. https://doi.org/10.21741/9781644902615-19.

[105] А.А. Кищик, С.А. Аксенов, М.С. Кищик, Д.О. Демин, А.Ю. Чурюмов, А.В. Михайловская, Микроструктура и механические свойства сплава Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc после всесторонней изотермической ковки, Физика Металлов И Металловедение 124 (2023) 623–631. https://doi.org/10.31857/S0015323023600375.

[106] А.Г. Мочуговский, Э.У. Чуквума, А.В. Михайловская, Влияние всесторонней изотермической ковки на микроструктуру и сверхпластичность сплавов системы Al–Mg–Si–Cu с разным содержанием Mg и Si, Физика Металлов и Металловедение 125 (2024) 62–69. https://doi.org/10.31857/S0015323024010091.

[107] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, R.Y. Barkov, O.A. Yakovtseva, M. V. Glavatskikh, I.S. Loginova, A. V. Pozdniakov, The Influence of Y and Er on the Grain Structure and Superplasticity of Al-Cu-Mg-Based Alloys, Jom 76 (2024) 1821–1830. https://doi.org/10.1007/s11837-023-06214-6.

[108] A.G. Mochugovskiy, E.U. Chukwuma, N.Y. Tabachkova, A. V. Mikhaylovskaya, The chemical composition influence on the microstructure and superplasticity of the Al-Mg-Si-Zr-Sc-based alloys, Mater. Sci. Eng. A 928 (2025) 148063.

https://doi.org/10.1016/j.msea.2025.148063.
[109] A. V. Mikhaylovskaya, A. Mukhamejanova, N.Y. Tabachkova, M.S. Kishchik, A.G. Mochugovskiy, Effect of quasicrystalline phase precipitation on the strengthening and grain refinement of Al-Mg-Mn alloy after multidirectional forging, Mater. Lett. 384 (2025) 138033. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.138033.
[110] Михайловская А.В. Кищик А.А. Котов А.Д. Яшин В.В. Дриц А.М., Алюминиевый сплав 1565ч с микрозеренной структурой для сверхпластической формовки, Металлург 4 (2026) 78–85.
[111] А.В. Михайловская, Влияние состава твердого раствора и параметров дисперсоидов на размер зерна и показатели сверхпластичности алюминиевых сплавов с матричным типом структуры, Металлург 3 (2026) 61–72.
[112] 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.
[113] V. V. Palacheva, A.G. Mochugovskiy, M.Y. Zadorozhnyy, A. V. Mikhaylovskaya, I.S. Golovin, Mechanical spectroscopy study of recrystallization in Al-Ni alloys, Mater. Lett. 389 (2025). https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.138344.
[114] А.В. Михайловская, А.Д. Котов, А.Ю. Чурюмов, В.К. Портной, Анализ разупрочнения сплавов системы Al-Ni, содержащих частицы различной дисперсности, Известия Высших Учебных Заведений. Цветная Металлургия 6 (2012) 34–41.
[115] A. Mikhaylovskaya, O. Yakovtseva, M. Sitkina, A.D. Kotov, Grain-boundary and intragranular deformation in ultrafine-grained aluminum-based alloy at high strain rate, Mater. Lett. 276 (2020) 128242. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128242.
[116] V. V. Palacheva, A.A. Kishchik, O.A. Yakovtseva, A.O. Mosleh, J. Cifre, A.D. Kotov, I.S. Golovin, A. V. Mikhaylovskaya, Grain Size Stability, Superplasticity, and Internal Friction of Friction Stir Processed and Rolled Heterogeneous Al-Mg-Based Alloy with Transition Elements, J. Mater. Eng. Perform. (2026). https://doi.org/10.1007/s11665-026-14215-0.
[117] O.A. Yakovtseva, A.A. Kishchik, A. V. Irzhak, A. V. Mikhaylovskaya, Superplastic behavior and deformation mechanisms of Al-Mg-based alloy processed by isothermal multidirectional forging, Mater. Lett. 377 (2024) 137538. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2024.137538.
[118] S.M. Amer, A. V. Mikhaylovskaya, R.Y. Barkov, A.D. Kotov, A.G. Mochugovskiy, O.A. Yakovtseva, M. V. Glavatskikh, I.S. Loginova, S. V. Medvedeva, A. V. Pozdniakov, Effect of Homogenization Treatment Regime on Microstructure, Recrystallization Behavior, Mechanical Properties, and Superplasticity of Al-Cu-Er-Zr Alloy, Jom 73 (2021) 3092–3101. https://doi.org/10.1007/s11837-021-04766-z.
[119] I.S. Golovin, A. V. Mikhaylovskaya, H.R. Sinning, Role of the β-phase in grain boundary and dislocation anelasticity in binary Al-Mg alloys, J. Alloys Compd. 577 (2013) 622–632. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.06.138.

[120] О.А. Яковцева, П.К. Кабойи, А.В. Иржак, А.В. Михайловская, Влияние малой добавки алюминия на особенности и механизмы сверхпластической деформации сплава Cu-Zn с микродуплексной структурой, Физическая Мезомеханика 26 (2023) 62–71. https://doi.org/10.55652/1683-805x_2023_26_3_62.

[121] О.А. Яковцева, А.В. Михайловская, А.В. Иржак, А.Д. Котов, С.В. Медведева, Сравнение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации двойной и многокомпонентных латуней, Физика Металлов и Металловедение 121 (2020) 643–650. https://doi.org/10.31857/S0015323020060182.

[122] A. V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, N.Y. Tabachkova, T.G. Langdon, Formation of ultrafine grains and twins in the β-phase during superplastic deformation of two-phase brasses, Scr. Mater. 218 (2022) 114804. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.114804.

[123] О.А. Яковцева, А.В. Михайловская, А.Д. Котов, В.К. Портной, Влияние легирования на сверхпластичность двухфазных латуней, Физика Металлов и Металловедение 117 (2016) 765–772. https://doi.org/10.7868/S0015323016070184.

[124] O.A. Yakovtseva, A. V. Mikhaylovskaya, A. V. Pozdniakov, A.D. Kotov, V.K. Portnoy, Superplastic deformation behaviour of aluminium containing brasses, Mater. Sci. Eng. A 674 (2016) 135–143. https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.053.

[125] A.O. Mosleh, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, M. Sitkina, P. Mestre-Rinn, J.S. Kwame, Superplastic deformation behavior of ultra-fine-grained Ti-1V-4Al-3Mo alloy: Constitutive modeling and processing map, Mater. Res. Express 6 (2019). https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab31f9.

[126] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, А.О. Мослех, Т.П. Пурсело, А.С. Просвиряков, В.К. Портной, Сверхпластичность ультрамелкозернистого титанового сплава Ti–4% Al–1% V–3% Mo, Физика Металлов и Металловедение 120 (2019) 63–72. https://doi.org/10.1134/S001532301810008X.

[127] A.O. Mosleh, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, W.S. Abushanab, E.B. Moustafa, V.K. Portnoy, Experimental investigation of the effect of temperature and strain rate on the superplastic deformation behavior of Ti-based alloys in the (α+β) temperature field, Metals (Basel). 8 (2018). https://doi.org/10.3390/met8100819.

[128] A. V. Mikhaylovskaya, A.O. Mosleh, P. Mestre-Rinn, A.D. Kotov, M.N. Sitkina, A.I. Bazlov, D. V. Louzguine-Luzgin, High-Strength Titanium-Based Alloy for Low-Temperature Superplastic Forming, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 52 (2021) 293–302. https://doi.org/10.1007/s11661-020-06058-8.

[129] A.O. Mosleh, A.D. Kotov, V. Vidal, A.G. Mochugovskiy, V. Velay, A. V. Mikhaylovskaya, Initial microstructure influence on Ti–Al–Mo–V alloy's superplastic deformation behavior and deformation mechanisms, Mater. Sci. Eng. A 802 (2021). https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140626.

[130] A.V. Mikhaylovskaya, A.O. Mosleh, A.D. Kotov, J.S. Kwame, T. Pourcelot, I.S. Golovin, V.K. Portnoy, Superplastic deformation behaviour and microstructure evolution of near-α Ti-Al-Mn alloy, Mater. Sci. Eng. A 708 (2017) 469–477. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.017.

[131] A.O. Mosleh, P. Mestre-Rinn, A.M. Khalil, A.D. Kotov, A. V Mikhaylovskaya,

Modelling approach for predicting the superplastic deformation behaviour of titanium alloys with strain hardening/softening characterizations, Mater. Res. Express 7 (2020) 016504. https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab59b5.

[132] A.O. Mosleh, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, J.S. Kwame, Experimental, modelling and simulation of an approach for optimizing the superplastic forming of Ti-6%Al-4%V titanium alloy, J. Manuf. Process. 45 (2019) 262–272. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.06.033.

[133] A.O. Mosleh, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, J.S. Kwame, S.A. Aksenov, Superplasticity of Ti-6Al-4V titanium alloy: Microstructure evolution and constitutive modelling, Materials (Basel). 12 (2019) 1756. https://doi.org/10.3390/ma12111756.

[134] M. V. Markushev, E. V. Avtokratova, O.S. Sitdikov, Effect of the initial state on nanostructuring and strengthening of middle- and high-strength age-hardenable aluminum alloys under severe plastic deformation (Review), Lett. Mater. 7 (2017) 459–464. https://doi.org/10.22226/2410-3535-2017-4-459-464.

[135] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Superplasticity in ultrafine-grained materials, Rev. Adv. Mater. Sci. 54 (2018) 46–55. https://doi.org/10.1515/rams-2018-0019.

[136] E. V. Bobruk, N.G. Zaripov, I.A. Ramazanov, N.Q. Chinh, R.Z. Valiev, Low-Temperature Superplasticity of Ultrafine-Grained Aluminum Alloys: Recent Discoveries and Innovative Potential, Materials (Basel). 17 (2024) 3311. https://doi.org/10.3390/ma17133311.

[137] S. V. Zherebtsov, G.A. Salishchev, R.M. Galeyev, O.R. Valiakhmetov, S. Yu. Mironov, S.L. Semiatin, Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by warm severe deformation processing, Scr. Mater. 51 (2004) 1147–1151. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.08.018.

[138] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura, R. Kaibyshev, Effect of pass strain on grain refinement in 7475 Al alloy during hot multidirectional forging, Mater. Trans. 45 (2004) 2232–2238. https://doi.org/10.2320/matertrans.45.2232.

[139] M. V. Markushev, E. V. Avtokratova, S. V. Krymskiy, O.S. Sitdikov, V. V. Tereshkin, Structural aspects of static strength in cryorolled high-strength aluminum alloy sheet processed from isothermally forged ingot, Russ. Phys. J. 67 (2024) 1509–1516. https://doi.org/10.1007/s11182-024-03275-1.

[140] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Elsevier, 2012.

[141] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, Current issues in recrystallization: A review, Mater. Sci. Eng. A 238 (1997) 219–274. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3.

[142] В.К. Портной, Роль оптимизации гетерогенности в подготовке ультрамелкозернистой структуры сверхпластичных сплавов, Известия Высших Учебных Заведений. Цветная Металлургия 1 (1985) 93–107.

[143] 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.
[144] J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, Grain Refinement in 7075 Aluminum By Thermomechanical Processing., Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci. 12 A (1981) 1267–1276. https://doi.org/10.1007/BF02642340.
[145] D.M. Moore, L.R. Morris, A new superplastic aluminum sheet alloy, Mater. Sci. Eng. 43 (1980) 85–92. https://doi.org/10.1016/0025-5416(80)90211-6.
[146] N.A. Belov, V.V. Cheverikin, D.G. Eskin, A.N. Turchin, Effect of Al_3Ni and Mg_2Si Eutectic Phases on Casting Properties and Hardening of an Al-7% Zn-3% Mg Alloy, Mater. Sci. Forum 519–521 (2006) 413–418. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.519-521.413.
[147] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys, 2005. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044537-3.X5000-8.
[148] N.A. Belov, A. V. Khvan, The ternary Al-Ce-Cu phase diagram in the aluminum-rich corner, Acta Mater. 55 (2007) 5473–5482. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.06.009.
[149] N. Kohno, T. Sakuma, H. Watanabe, S. Muromachi, Superplastic deformation of Al-Ca-Zn eutectic alloys, J. Japan Inst. Light Met. 38 (1988) 197–201. https://doi.org/10.2464/jilm.38.197.
[150] Ильенко В.М. Портной В.К., Степанов Б. Н., Дискин А. М., Сплав АЦ5К5 для сверхпластической формовки, Цветные Металлы (1984) 72–74.
[151] K.B. Hyde, P.S. Bate, Dynamic grain growth in Al-6Ni: Modelling and experiments, Acta Mater. 53 (2005) 4313–4321. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.05.029.
[152] N.A. Belov, V.S. Zolotorevskiy, The effect of nickel on the structure, mechanical and casting properties of aluminium alloy of 7075 type, Mater. Sci. Forum 396–402 (2002) 935–940. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.396-402.935.
[153] M. V. Glazoff, A. V. Khvan, V.S. Zolotorevsky, N.A. Belov, A.T. Dinsdale, Industrial and Perspective Casting Alloys, Elsevier, 2019. https://doi.org/10.1016/b978-0-12-811805-4.00005-5.
[154] T.K. Akopyan, N.A. Belov, A.N. Alabin, G.S. Zlobin, Calculation-experimental study of the aging of casting high-strength Al-Zn-Mg-(Cu)-Ni-Fe aluminum alloys, Russ. Metall. 2014 (2014) 60–65. https://doi.org/10.1134/S0036029514010029.
[155] В.К. Портной, А.В. Михайловская, А.А. Головина, Исследование сверхпластичности сплава АЦ6Н4, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 9 (2006) 39–43.
[156] N. Ridley, E. Cullen, F.J. Humphreys, Effect of thermomechanical processing on evolution of superplastic microstructures in Al-Cu-Zr alloys, Mater. Sci. Technol. 16 (2000) 117–124. https://doi.org/10.1179/026708300101507523.
[157] M. Myshlyaev, G. Korznikova, T. Konkova, E. Korznikova, A. Aletdinov, G. Khalikova, G. Raab, S. Mironov, Microstructural evolution during superplastic deformation of Al-Mg-Li alloy: Dynamic recrystallization or grain-boundary sliding?, J. Alloys Compd. 936 (2023). https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.168302.
[158] G. Zou, L. Ye, J. Li, Z. Shen, Microstructure evolution and deformation mechanisms of a

banded-grained 2A97 Al–Cu–Li alloy during superplastic deformation, Mater. Sci. Eng. A 876 (2023). https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145178.
[159] Z. Shen, L. Ye, X. Liu, Y. Dong, Achieving high strain rate superplasticity in an Al-Cu-Li alloy processed by thermo-mechanical processing, Mater. Lett. 340 (2023) 134142. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.134142.
[160] T. Kudo, A. Goto, K. Saito, High strain rate blow formability of newly developed Al-Mg-High-Mn alloy, in: Mater. Sci. Forum, 2013: pp. 271–277. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.735.271.
[161] S. Aksenov, D. Sorgente, Determination of biaxial stress–strain curves for superplastic materials by means of bulge forming tests at constant stress, CIRP J. Manuf. Sci. Technol. 31 (2020) 618–627. https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2020.09.002.
[162] D. Sorgente, L. Tricarico, Characterization of a superplastic aluminium alloy ALNOVI-U through free inflation tests and inverse analysis, Int. J. Mater. Form. 7 (2014) 179–187. https://doi.org/10.1007/s12289-012-1118-3.
[163] Яковцева Ольга Анатольевна (научный руководитель Михайловская А.В.), Механизмы сверхпластической деформации в сплавах с разным типом микроструктуры, 2018.
[164] Мочуговский Андрей Геннадьевич (научный руководитель Михайловская А.В.), Особенности распада твердого раствора и сверхпластичность магналиев, легированных цирконием, марганцем и эрбием, 2019.
[165] Кищик Михаил Сергеевич (научный руководитель Михайловская А.В.), Формирование микрозеренной структуры в алюминиевом сплаве 1565ч путем термической и термомеханической обработки, 2019.
[166] Котов Анотон Дмитриевич (научный руководитель Михайловская А.В.), Разработка алюминиевого сплава повышенной прочности , обладающего высокоскоростной сверхпластичностью, 2013.
[167] Кищик Анна Алексеевна (научный руководитель Михайловская А.В.), Разработка сплавов на основе системы Al–Mg с высокоскоростной сверхпластичностью, 2021.
[168] О.А.О. (научный руководитель М.А.В.. Мослех, Сверхпластическая деформация титановых сплавов с разной исходной микроструктурой, 2019.
[169] Эсмаили Гайумабади Маджид (научный руководитель Михайловская А.В.), Формирование микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния в сплавах Системы Al-Mg-Si, легированных переходными металлами, 2022.
[170] J.J. Blandin, M. Suéry, Cavity nucleation during superplastic deformation, Scr. Metall. 23 (1989) 1503–1508. https://doi.org/10.1016/0036-9748(89)90118-X.
[171] С.С. Горелик, С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина, Рекристаллизация металлов и сплавов, Москва, МИСиС, 2005.
[172] A. V. Mikhaylovskaya, M.A. Ryazantseva, V.K. Portnoy, Mikhaylovskaya, Ryazantseva, Portnoy, 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.
[173] M.E. van Dalen, R.A. Karnesky, J.R. Cabotaje, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Erbium and

ytterbium solubilities and diffusivities in aluminum as determined by nanoscale characterization of precipitates, Acta Mater. 57 (2009) 4081–4089. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.05.007.

[174] A. V. Pozdniakov, V. Yarasu, R.Y. Barkov, O.A. Yakovtseva, S. V. Makhov, V.I. Napalkov, Microstructure and mechanical properties of novel Al-Mg-Mn-Zr-Sc-Er alloy, Mater. Lett. 202 (2017) 116–119. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.05.053.

[175] A. Saccone, G. Cacciamani, S. De Negri, R. Ferro, The Al-Er-Mg ternary system Part I: Experimental investigation, J. Phase Equilibria 23 (2002) 29–37. https://doi.org/10.1361/105497102770332180.

[176] J. Dumbre, S.K. Kairy, E. Anber, T. Langan, M.L. Taheri, T. Dorin, N. Birbilis, Understanding the formation of (Al,Si)3Sc and V-phase (AlSc2Si2) 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.

[177] С.М. Амер, Р.Ю. Барков, А.В. Поздняков, Влияние примесей железа и кремния на фазовый состав и механические свойства сплава Al–6.3Cu–3.2Y, Физика Металлов и Металловедение 121 (2020) 1095–1100. https://doi.org/10.31857/S0015323020090028.

[178] N.A. Belov, A.A. Aksenov, D.G. Eskin, Iron in Aluminium Alloys, in: Iron Alum. Alloy., 2002: p. 360. https://doi.org/10.1201/9781482265019.

[179] M.L. Kharakterova, D.G. Eskin, L.S. Toropova, Precipitation hardening in ternary alloys of the AlScCu and AlScSi systems, Acta Metall. Mater. 42 (1994) 2285–2290. https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90307-7.

[180] 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.

[181] O. Engler, S. Miller-Jupp, Control of second-phase particles in the Al-Mg-Mn alloy AA 5083, J. Alloys Compd. 689 (2016) 998–1010. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.070.

[182] E. Nes, Precipitation of the metastable cubic Al3Zr-phase in subperitectic Al-Zr alloys, Acta Metall. 20 (1972) 499–506. https://doi.org/10.1016/0001-6160(72)90005-3.

[183] T.G. Nieh, J. Wadsworth, Effects of Zr on the high strain rate superplasticity of 2124 Al, Scr. Metall. Mater. 28 (1993) 1119–1124. https://doi.org/10.1016/0956-716X(93)90020-S.

[184] Y.A. Filatov, V.I. Yelagin, V. 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.

[185] 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.

[186] A. V. Pozdnyakov, A.A. Osipenkova, D.A. Popov, S. V. Makhov, V.I. Napalkov, Effect of Low Additions of Y, Sm, Gd, Hf and Er on the Structure and Hardness of Alloy Al – 0.2% Zr – 0.1% Sc, Met. Sci. Heat Treat. 58 (2017) 537–542. https://doi.org/10.1007/s11041-017-0050-z.

[187] K. Liu, X.G. Chen, Development of Al-Mn-Mg 3004 alloy for applications at elevated temperature via dispersoid strengthening, Mater. Des. 84 (2015) 340–350. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.140.

[188] I. Nikulin, A. Kipelova, S. Malopheyev, R. Kaibyshev, Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an Al-Mg-Mn alloy, Acta Mater. 60 (2012) 487–497. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.10.023.
[189] P. Yang, O. Engler, H.J. Klaar, Orientation relationship between Al6Mn precipitates and the Al matrix during continuous recrystallization in Al-1.3%Mn, J. Appl. Crystallogr. 32 (1999) 1105–1118. https://doi.org/10.1107/S0021889899010870.
[190] Y.J. Li, W.Z. Zhang, K. Marthinsen, Precipitation crystallography of plate-shaped Al 6(Mn,Fe) dispersoids in AA5182 alloy, Acta Mater. 60 (2012) 5963–5974. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.06.022.
[191] D.B. Goel, U.P. Roorkee, P. Furrer, H. Warlimont, Precipitation in Aluminum Manganese (Iron, Copper) Alloys., Aluminium 50 (1974) 511–516.
[192] Z. Li, Z. Zhang, X.G. Chen, Microstructure, elevated-temperature mechanical properties and creep resistance of dispersoid-strengthened Al-Mn-Mg 3xxx alloys with varying Mg and Si contents, Mater. Sci. Eng. A 708 (2017) 383–394. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.013.
[193] A.M.F. Muggerud, E.A. Mørtsell, Y. Li, R. Holmestad, Dispersoid strengthening in AA3xxx alloys with varying Mn and Si content during annealing at low temperatures, Mater. Sci. Eng. A 567 (2013) 21–28. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.01.004.
[194] V. Hansen, J. Gjonnes, Quasicrystals in an aluminium alloy matrix and the transformation to α-AlMnSi via intermediate stages, Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop. 73 (1996) 1147–1158. https://doi.org/10.1080/01418619608243710.
[195] X.M. Du, Z.B. Dong, P. Ma, E.D. Wu, First-principles calculations on structural and electronic properties of Al18Mg3M2 phases (M = Sc, Ti, Cr, Mn and Zr), Optoelectron. Adv. Mater. Rapid Commun. 8 (2014) 916–920.
[196] Y. Du, J. Wang, J. Zhao, J.C. Schuster, F. Weitzer, R. Schmid-Fetzer, M. Ohno, H. Xu, Z.K. Liu, S. Shang, W. Zhang, Reassessment of the Al-Mn system and a thermodynamic description of the Al-Mg-Mn system, Zeitschrift Fuer Met. Res. Adv. Tech. 98 (2007) 855–871. https://doi.org/10.3139/146.101547.
[197] Р. Сейтенов, В.А. Липин, С.Ю. Петрович, М.В. Троцкий, ПОЛУЧЕНИЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ ДЛЯ ЛЕГИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ, Металлург 7 (2022) 83–88.
[198] F. Zupanič, C. Gspan, J. Burja, T. Bončina, Quasicrystalline and L12 precipitates in a microalloyed Al-Mn-Cu alloy, Mater. Today Commun. 22 (2020) 100809. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2019.100809.
[199] 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.
[200] M.F. Ashby, L.M. Brown, Diffraction contrast from spherically symmetrical coherency strains, Philos. Mag. 8 (1963) 1083–1103. https://doi.org/10.1080/14786436308207338.
[201] K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Seidman, 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.

[202] V.N. Chuvil'deev, M.Y. Gryaznov, S. V. Shotin, A. V. Nokhrin, K. V. Likhnitskii, Y.S. Shadrina, V.I. Kopylov, A.A. Bobrov, M.K. Chegurov, Superplasticity of Ultrafine-Grained Al–6% Mg–0.12% Sc–0.10% Zr Alloys with 0.10% Yb, Er, and Hf Additions, Inorg. Mater. Appl. Res. 16 (2025) 417–428. https://doi.org/10.1134/S207511332470182X.

[203] T.O. Monastyrska, A.L. Berezina, O.A. Molebny, A. V. Kotko, Effect of alloying with transition metals on the aging of anomalously supersaturated solid solution of Al–Mg alloys, Appl. Nanosci. 12 (2022) 513–521. https://doi.org/10.1007/s13204-021-01705-x.

[204] Y. Wang, S. Zhang, R. Wu, N. Turakhodjaev, L. Hou, J. Zhang, S. Betsofen, Coarsening kinetics and strengthening mechanisms of core-shell nanoscale precipitates in Al-Li-Yb-Er-Sc-Zr alloy, J. Mater. Sci. Technol. 61 (2021) 197–203. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.05.061.

[205] N.A. Belov, The Joint Effect of Zr and Sc Small Additions on Electrical and Mechanical Properties of Pure Aluminum, Mater. Mech. Eng. Technol. 2021 (2021) 30–34. https://doi.org/10.52209/2706_977X_2021_4_29.

[206] В.В. Захаров, Стабильность твердого раствора скандия в алюминии, Металловедение и Термическая Обработка Металлов 2 (1997) 61–66. https://doi.org/10.1007/bf02467664.

[207] Н.А. Белов А.Н. Алабин, Перспективные алюминиевые сплавы с добавками циркония и скандия, Цветные Металлы (2007) 99–105.

[208] J.D. Robson, A new model for prediction of dispersoid precipitation in aluminium alloys containing zirconium and scandium, Acta Mater. 52 (2004) 1409–1421. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.11.023.

[209] 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.

[210] J.D. Robson, P.B. Prangnell, Modelling Al3Zr dispersoid precipitation in multicomponent aluminium alloys, Mater. Sci. Eng. A 352 (2003) 240–250. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00894-8.

[211] L. Ding, M. Zhao, F.J.H. Ehlers, Z. Jia, Z. Zhang, Y. Weng, D. Schryvers, Q. Liu, H. Idrissi, "Branched" structural transformation of the L12-Al3Zr phase manipulated by Cu substitution/segregation in the Al-Cu-Zr alloy system, J. Mater. Sci. Technol. 185 (2024) 186–206. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.11.015.

[212] A. De Luca, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Microstructure and mechanical properties of a precipitation-strengthened Al-Zr-Sc-Er-Si alloy with a very small Sc content, Acta Mater. 144 (2018) 80–91. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.10.040.

[213] N.Q. Vo, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Improving aging and creep resistance in a dilute Al-Sc alloy by microalloying with Si, Zr and Er, Acta Mater. 63 (2014) 73–85. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.008.

[214] B. Wan, F. Li, F.J.H. Ehlers, Y. Weng, C. Wang, L. Ding, Z. Jia, Microstructure evolution and thermal stability of L12-Al3Zr dispersoids in Al-X-Zr (X = Cu, Zn, Mg) aluminum alloys, Mater. Charact. 215 (2024). https://doi.org/10.1016/j.matchar.2024.114130.

[215] B. Forbord, H. Hallem, N. Ryum, K. Marthinsen, Precipitation and recrystallisation in Al-Mn-Zr with and without Sc, Mater. Sci. Eng. A 387–389 (2004) 936–939. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.374.
[216] R. Grimes, Development of a high strain rate superplastic Al-Mg-Zr alloy, Mater. Sci. Technol. 16 (2000) 1334–1339. https://doi.org/10.1179/026708300101507190.
[217] M.Y. Murashkin, D.I. Sadykov, A.M. Mavlyutov, V.U. Kazykhanov, N.A. Enikeev, Effect of Mg content on mechanical properties and electrical conductivity of ultrafine-grained Al–Mg–Zr wires produced by ECAP-Conform and drawing, J. Mater. Sci. 59 (2024) 5923–5943. https://doi.org/10.1007/s10853-024-09402-0.
[218] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, R. Grimes, High strain rate superplasticity in friction stir processed Al-Mg-Zr alloy, Mater. Sci. Eng. A 351 (2003) 148–153. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00824-9.
[219] N. Ryum, Precipitation and recrystallization in an A1-0.5 WT.% Zr-alloy, Acta Metall. 17 (1969) 269–278. https://doi.org/10.1016/0001-6160(69)90067-4.
[220] E. Nes, H. Billdal, The mechanism of discontinuous precipitation of the metastable Al3Zr phase from an Al-Zr solid solution, Acta Metall. 25 (1977) 1039–1046. https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90133-X.
[221] A.K. Lohar, B.N. Mondal, S.C. Panigrahi, Influence of cooling rate on the microstructure and ageing behavior of as-cast Al-Sc-Zr alloy, J. Mater. Process. Technol. 210 (2010) 2135–2141. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.07.035.
[222] Y.C. Chen, M.E. Fine, J.R. Weertman, Microstructural evolution and mechanical properties of rapidly solidified AlZrV alloys at high temperatures, Acta Metall. Mater. 38 (1990) 771–780. https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90029-G.
[223] P. Málek, M. Janeček, B. Smola, P. Bartuška, J. Pleštil, Structure and properties of rapidly solidified Al-Zr-Ti alloys, J. Mater. Sci. 35 (2000) 2625–2633. https://doi.org/10.1023/A:1004739718504.
[224] F.W. Gayle, B. Vandersande, Phase transformations in the AlLiZr system, Acta Metall. 37 (1989) 1033–1046. https://doi.org/10.1016/0001-6160(89)90100-4.
[225] J.A. del Valle, M.T. Pérez-Prado, O.A. Ruano, Symbiosis between grain boundary sliding and slip creep to obtain high-strain-rate superplasticity in aluminum alloys, J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007) 3385–3390. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.02.185.
[226] G.F. Korznikova, G.R. Khalikova, S.Y. Mironov, A.F. Aletdinov, E.A. Korznikova, T.N. Konkova, M.M. Myshlyaev, Superplastic behavior of fine-grained Al-Mg-Li alloy, Fiz. Mezomekhanika 25 (2022) 47–55. https://doi.org/10.55652/1683-805x_2022_25_2_47.
[227] M. Myshlyaev, S. Mironov, G. Korznikova, T. Konkova, E. Korznikova, A. Aletdinov, G. Khalikova, G. Raab, S.L. Semiatin, EBSD study of superplasticity: New insight into a well-known phenomenon, J. Alloys Compd. 898 (2022). https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162949.
[228] D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias, J.W. Cahn, Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry, Phys. Rev. Lett. 53 (1984) 1951–1953. https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.53.1951.
[229] J. Gao, W. Wei, W. Shi, X. Zhou, S. Wen, H. Huang, K. Gao, X. Wu, L. Rong, Z. Nie,

Enhanced homogeneous dispersoid precipitation by adding Si and Cr in an Al-Mg-Mn alloy, J. Alloys Compd. 1041 (2025) 183857. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.183857.
[230] J. Banhart, Z. Yang, Q. Guo, M. Liu, M. Butterling, M.O. Liedke, E. Hirschmann, A. Wagner, In Situ Heating Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy Experiments on an Al–Mg Alloy, Adv. Eng. Mater. 26 (2024). https://doi.org/10.1002/adem.202300490.
[231] B. Zou, Z.Q. Chen, C.H. Liu, J.H. Chen, Vacancy-Mg complexes and their evolution in early stages of aging of Al-Mg based alloys, Appl. Surf. Sci. 298 (2014) 50–55. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.01.078.
[232] D. Zhao, O.M. Løvvik, K. Marthinsen, Y. Li, Combined effect of Mg and vacancy on the generalized planar fault energy of Al, J. Alloys Compd. 690 (2017) 841–850. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.203.
[233] D. Tsivoulas, P. Prangnell, C. Sigli, B. Bès, Effects of combined Zr and Mn additions on dispersoid formation and recrystallisation behaviour of AA2198 sheet, Adv. Mater. Res. 89–91 (2010) 568–573. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.89-91.568.
[234] A.S. Nowick, B.S. Berry, J.L. Katz, Anelastic Relaxation in Crystalline Solids, J. Appl. Mech. 42 (1975) 750–751. https://doi.org/10.1115/1.3423694.
[235] M.S. Blanter, I.S. Golovin, H. Neuhäuser, H.R. Sinning, Internal friction in metallic materials: a handbook, 2007.
[236] T.S. Ke (ge Tingsui), Development of the torsion pendulum and early research on grain boundary relaxation and the cold-work internal friction peak, J. Alloys Compd. 211–212 (1994) 7–15. https://doi.org/10.1016/0925-8388(94)90437-5.
[237] C. Zener, Elasticity and anelasticity of chromium, Chicago: University of Chicago Press, London: Cambridge University Press, 1948. https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.10.210.
[238] J. Ross Macdonald, Some statistical aspects of relaxation time distributions, Physica 28 (1962) 485–492. https://doi.org/10.1016/0031-8914(62)90036-8.
[239] И.С. Головин, Внутреннее трение и механическая спектроскопия металлических материалов Учебник. М.: Изд. Дом МИСИС, Учебник. М, 2012.
[240] T.C. Schulthess, P.E.A. Turchi, A. Gonis, Systematic study of stacking fault energies of random Al-based alloys, Acta Mater. 46 (1998) 2215–2221. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00432-1.
[241] Q.P. Kong, W.B. Jiang, P. Cui, Q.F. Fang, Recent investigations on grain boundary relaxation, in: Solid State Phenom., 2012: pp. 33–41. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.184.33.
[242] Y. Shi, P. Cui, Q.P. Kong, W.B. Jiang, M. Winning, Internal friction peak in bicrystals with different misorientations, Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 71 (2005). https://doi.org/10.1103/PhysRevB.71.060101.
[243] W. Bin Jiang, Q.P. Kong, P. Cui, Q.F. Fang, Study on internal friction of pure Al bicrystals with tilt and twist grain boundaries, Shanghai Jiaotong Daxue Xuebao/Journal Shanghai Jiaotong Univ. 44 (2010) 665–668.
[244] Q.P. Kong, Q.F. Fang, Progress in the Investigations of Grain Boundary Relaxation, Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. 41 (2016) 192–216.

https://doi.org/10.1080/10408436.2015.1135416.
[245] Q.P. Kong, W.B. Jiang, Y. Shi, P. Cui, Q.F. Fang, M. Winning, Grain boundary internal friction in bicrystals with different misorientations, Mater. Sci. Eng. A 521–522 (2009) 128–133. https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.118.
[246] T.S. Kê, R.F. Mehl, Fifty-year study of grain-boundary relaxation, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 30 (1999) 2267–2295. https://doi.org/10.1007/s11661-999-0238-y.
[247] V.G. Kul'kov, A.A. Syshchikov, Contribution of Porous Grain Boundaries to the High-Temperature Background of Internal Friction, Russ. Metall. 2020 (2020) 277–281. https://doi.org/10.1134/S0036029520040175.
[248] N.Y. Zolotorevsky, A.N. Solonin, A.Y. Churyumov, V.S. Zolotorevsky, Study of work hardening of quenched and naturally aged Al-Mg and Al-Cu alloys, Mater. Sci. Eng. A 502 (2009) 111–117. https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.10.010.
[249] X. Cao, C. Huang, The annealing and aging effects of high temperature internal friction in pure aluminum, Mater. Sci. Eng. A 383 (2004) 341–346. https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.06.012.
[250] Y. Shi, W.B. Jiang, Q.P. Kong, P. Cui, Q.F. Fang, M. Winning, Basic mechanism of grain-boundary internal friction revealed by a coupling model, Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 73 (2006) 20–22. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.73.174101.
[251] K.L. Ngai, S.L. Peng, K.Y. Tsang, Fractal phase transport dynamics and relaxations in complex correlated systems, Phys. A Stat. Mech. Its Appl. 191 (1992) 523–531. https://doi.org/10.1016/0378-4371(92)90576-C.
[252] T. Bressmann, Self-inflicted cosmetic tongue split: A case report, J. Can. Dent. Assoc. (Tor). 70 (2004) 156–157.
[253] E.A. Brandes, G.B. Brook, Smithells Metals Reference Book: Seventh Edition, Elsevier, 2013. https://doi.org/10.1016/C2009-0-25363-3.
[254] A.Q. Ahmed, D. Olasz, E. V. Bobruk, R.Z. Valiev, N.Q. Chinh, Microstructure Evolution during High-Pressure Torsion in a 7xxx AlZnMgZr Alloy, Materials (Basel). 17 (2024) 585. https://doi.org/10.3390/ma17030585.
[255] S. Hou, D. Zhang, Q. Ding, J. Zhang, L. Zhuang, Solute clustering and precipitation of Al-5.1Mg-0.15Cu-xZn alloy, Mater. Sci. Eng. A 759 (2019) 465–478. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.066.
[256] G. Sha, L. Yao, X. Liao, S.P. Ringer, Z.C. Duan, T.G. Langdon, Segregation of solute elements at grain boundaries in an ultrafine grained Al-Zn-Mg-Cu alloy, Ultramicroscopy 111 (2011) 500–505. https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.11.013.
[257] H. Zhao, F. De Geuser, A. Kwiatkowski da Silva, A. Szczepaniak, B. Gault, D. Ponge, D. Raabe, Segregation assisted grain boundary precipitation in a model Al-Zn-Mg-Cu alloy, Acta Mater. 156 (2018) 318–329. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.003.
[258] K. Edalati, Z. Horita, R.Z. Valiev, Transition from poor ductility to room-temperature superplasticity in a nanostructured aluminum alloy, Sci. Rep. 8 (2018). https://doi.org/10.1038/s41598-018-25140-1.
[259] N.Q. Chinh, M.Y. Murashkin, E. V. Bobruk, J.L. Lábár, J. Gubicza, Z. Kovács, A.Q.

Ahmed, V. Maier-Kiener, R.Z. Valiev, Ultralow-temperature superplasticity and its novel mechanism in ultrafine-grained Al alloys, Mater. Res. Lett. 9 (2021) 475–482. https://doi.org/10.1080/21663831.2021.1976293.

[260] L. Scotti, N. Warnken, A. Mottura, Non-classical interstitial sites and anomalous diffusion mechanisms in hcp-titanium, Acta Mater. 177 (2019) 68–81. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.07.023.

[261] И.И. Новиков, В.К. Портной, Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном, 1981. https://doi.org/10.1007/978-3-7091-9521-5.

[262] S.A. Aksenov, D. Sorgente, Investigation of stress-strain behavior of a sheet material using free bulging test, in: Procedia Eng., 2017: pp. 1892–1897. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.957.

[263] А.В. Михайловская, А.Д. Котов, М.С. Кищик, Д.А. Колесников, В.К. Портной, Влияние технологических параметров получения листа на показатели сверхпластичности сплава 1545К, Международный Научный Журнал Альтернативная Энергетика и Экология 1 (2013) 48–52.

[264] L.E. Karkina, I.N. Karkin, Simulation of fracture along grain boundaries containing superstructures of segregations in Al-Mg and Al-Ni systems, Lett. Mater. 15 (2025) 324–330. https://doi.org/10.48612/letters/2025-4-324-330.

[265] Н.В. Скиба, М.Ю. Гуткин, Т.С. Орлова, Влияние зернограничных сегрегаций атомов Mg на механические характеристики ультрамелкозернистого сплава Al-Mg-Zr, Физическая Мезомеханика 28 (2025) 80–90. https://doi.org/10.55652/1683-805X_2025_28_3_80-90.

[266] I.I. Novikov, V.K. Portnoy, V.S. Levchenko, A.O. Nikiforov, Subsolidus superplasticity of aluminium alloys, Mater. Sci. Forum 243–245 (1997) 463–468. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.243-245.463.

[267] 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.

[268] 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.

[269] O. Sitdikov, E. Avtokratova, O. Latypova, M. Markushev, Structure, strength and superplasticity of ultrafine-grained 1570C aluminum alloy subjected to different thermomechanical processing routes based on severe plastic deformation, Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 31 (2021) 887–900. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65547-4.

[270] O.S. Sitdikov, E. V. Avtokratova, R.R. Ilyasov, M. V. Markushev, Structure and Mechanical Properties of the Aluminum Alloy 1570C after Multidirectional Forging with Decreasing Temperature and Subsequent Rolling, J. Phys. Conf. Ser. 1431 (2020) 012053. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1431/1/012053.

[271] X. Sauvage, N. Enikeev, R. Valiev, Y. Nasedkina, M. Murashkin, Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al-Mg alloy,

Acta Mater. 72 (2014) 125–136. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033.
[272] M. Zha, H. Zhang, H. Jia, Y. Gao, S. Jin, G. Sha, R. Bjørge, R.H. Mathiesen, H.J. Roven, H. Wang, Y. Li, Prominent role of multi-scale microstructural heterogeneities on superplastic deformation of a high solid solution Al–7Mg alloy, Int. J. Plast. 146 (2021). https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2021.103108.
[273] M. Torsæter, W. Lefebvre, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J.C. Walmsley, R. Holmestad, Study of intergrown L and Q′ precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloys, Scr. Mater. 64 (2011) 817–820. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.01.008.
[274] A. Pollatsek, S. Lima, A.D. Well, Concept or computation: Students' understanding of the mean, Educ. Stud. Math. 12 (1981) 191–204. https://doi.org/10.1007/BF00305621.
[275] Y. Yoshida, M. Sugimoto, D. Tuppinger, G. Vogl, Search for Anomalously Fast Diffusion in alpha-Ti and alpha-Zr with Mössbauer Spectroscopy, Defect Diffus. Forum 66–69 (1990) 347–352. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ddf.66-69.347.
[276] G.J. Davies, J.W. Edington, C.P. Cutler, K.A. Padmanabhan, Superplasticity: A review, J. Mater. Sci. 5 (1970) 1091–1102. https://doi.org/10.1007/BF02403283.
[277] A.H. Chokshi, Grain Boundary Processes in Strengthening, Weakening, and Superplasticity, Adv. Eng. Mater. 22 (2020) 1900748. https://doi.org/10.1002/adem.201900748.
[278] T.G. Langdon, A Lifetime of Research in Creep, Superplasticity, and Ultrafine-Grained Materials, Adv. Eng. Mater. 22 (2020) 1900442. https://doi.org/10.1002/adem.201900442.
[279] I.I. Novikov, V.K. Portnoy, A.O. Titov, D.Y. Belov, Dynamic recrystallization at superplastic deformation of duralumin with initial recrystallized structure, Scr. Mater. 42 (2000) 899–904. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00310-9.
[280] A. Kuznetsov, L. Karkina, Y. Gornostyrev, P. Korzhavyi, Effects of zn and mg segregations on the grain boundary sliding and cohesion in al: Ab initio modeling, Metals (Basel). 11 (2021) 631. https://doi.org/10.3390/met11040631.
[281] N. Du, Y. Qi, P.E. Krajewski, A.F. Bower, The effect of solute atoms on aluminum grain boundary sliding at elevated temperature, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 42 (2011) 651–659. https://doi.org/10.1007/s11661-010-0326-z.
[282] Л.Е. Карькина, И.Н. Карькин, Ю.Н. Горностырев, Влияние сегрегаций легирующих элементов на зернограничное проскальзывание в бикристаллах сплавов Al–Mg и Al–Ni. Атомистическое моделирование, Физика Металлов и Металловедение 121 (2020) 901–906. https://doi.org/10.31857/S0015323020090077.
[283] T. Fujita, Z. Horita, T.G. Langdon, Using grain boundary engineering to evaluate the diffusion characteristics in ultrafine-grained Al-Mg and Al-Zn alloys, Mater. Sci. Eng. A 371 (2004) 241–250. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.12.042.
[284] T. Chandra, J.J. Jonas, D.M.R. Taplin, Note on the Relationship Between Cavitation and Ductility in Microduplex Brasses., J Aust Inst Met Incl Met. Forum 20 (1975) 220–225.
[285] V.K. Portnoy, I.I. Novikov, Evaluation of grain boundary sliding contribution to the total strain during superplastic deformation, Scr. Mater. 40 (1998) 39–43. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00394-7.
[286] A. V. Pozdnyakova, V.K. Portnoj, Special features of structural changes during

superplastic deformation of AMg4 alloy, Izv. Vyss. Uchebnykh Zaved. Tsvetnaya Metall. (2004) 5356.
[287] F. Schmid, D. Gehringer, T. Kremmer, L. Cattini, P.J. Uggowitzer, D. Holec, S. Pogatscher, Stabilization of Al3Zr allotropes in dilute aluminum alloys via the addition of ternary elements, Materialia 21 (2022) 101321. https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101321.
[288] P.S. Bate, N. Ridley, B. Zhang, Mechanical behaviour and microstructural evolution in superplastic Al-Li-Mg-Cu-Zr AA8090, Acta Mater. 55 (2007) 4995–5006. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.05.017.
[289] Y. yi PENG, Z. min YIN, B. NIE, L. ZHONG, Effect of minor Sc and Zr on superplasticity of Al-Mg-Mn alloys, Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 17 (2007) 744–750. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(07)60167-8.
[290] M. Myshlyaev, S. Mironov, G. Korznikova, T. Konkova, E. Korznikova, A. Aletdinov, G. Khalikova, EBSD study of superplastically strained Al-Mg-Li alloy, Mater. Lett. 275 (2020) 128063. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128063.
[291] J.J. Blandin, Superplasticity of metallic alloys: Some current findings and open questions, in: Mater. Sci. Forum, 2016: pp. 13–22. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.838-839.13.
[292] H. Masuda, H. Tobe, E. Sato, Y. Sugino, S. Ukai, Diffusional mass flux accommodating two-dimensional grain boundary sliding in ODS ferritic steel, Acta Mater. 176 (2019) 63–72. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.049.
[293] M.K. Rabinovich, V.G. Trifonov, Dynamic grain growth during superplastic deformation, Acta Mater. 44 (1996) 2073–2078. https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00263-4.
[294] D.H. Shin, Y.J. Joo, W.J. Kim, C.S. Lee, Microstructural evolution during superplastic deformation of a 7475 Al alloy, J. Mater. Sci. 33 (1998) 3073–3078. https://doi.org/10.1023/A:1004383420256.
[295] L. Karkina, I. Karkin, A. Kuznetsov, Y. Gornostyrev, Alloying element segregation and grain boundary reconstruction, atomistic modeling, Metals (Basel). 9 (2019). https://doi.org/10.3390/met9121319.
[296] E. V. Bobruk, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev, Superplastic Behavior at Lower Temperatures of High-Strength Ultrafine-Grained Al Alloy 7475, Adv. Eng. Mater. 21 (2019). https://doi.org/10.1002/adem.201800094.
[297] N.Q. Chinh, P. Szommer, Z. Horita, T.G. Langdon, Experimental evidence for grain-boundary sliding in ultrafine-grained aluminum processed by severe plastic deformation, Adv. Mater. 18 (2006) 34–39. https://doi.org/10.1002/adma.200501232.
[298] C.M. Hu, C.M. Lai, P.W. Kao, N.J. Ho, J.C. Huang, Quantitative measurements of small scaled grain sliding in ultra-fine grained Al-Zn alloys produced by friction stir processing, Mater. Charact. 61 (2010) 1043–1053. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.06.017.
[299] Y. Li, Y.H. Zhao, W. Liu, C. Xu, Z. Horita, X.Z. Liao, Y.T. Zhu, T.G. Langdon, E.J. Lavernia, Influence of grain size on the density of deformation twins in Cu-30%Zn alloy, Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 3942–3948. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.076.
[300] Y.B. Wang, X.Z. Liao, Y.H. Zhao, E.J. Lavernia, S.P. Ringer, Z. Horita, T.G. Langdon,

Y.T. Zhu, The role of stacking faults and twin boundaries in grain refinement of a Cu-Zn alloy processed by high-pressure torsion, Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 4959–4966. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.04.036.

[301] Y. Cao, Y.B. Wang, X.H. An, X.Z. Liao, M. Kawasaki, S.P. Ringer, T.G. Langdon, Y.T. Zhu, Grain boundary formation by remnant dislocations from the de-twinning of thin nano-twins, Scr. Mater. 100 (2015) 98–101. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.01.001.

[302] L.K.L. Falk, P.R. Howell, G.L. Dunlop, T.G. Langdon, The role of matrix dislocations in the superplastic deformation of a copper alloy, Acta Metall. 34 (1986) 1203–1214. https://doi.org/10.1016/0001-6160(86)90007-6.

[303] H.K. Zhang, H. Xiao, X.W. Fang, Q. Zhang, R.E. Logé, K. Huang, A critical assessment of experimental investigation of dynamic recrystallization of metallic materials, Mater. Des. 193 (2020) 108873. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108873.

[304] X.H. An, Q.Y. Lin, S.D. Wu, Z.F. Zhang, R.B. Figueiredo, N. Gao, T.G. Langdon, Formation of fivefold deformation twins in an ultrafine-grained copper alloy processed by high-pressure torsion, Scr. Mater. 64 (2011) 249–252. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.10.012.

[305] S. Qu, X.H. An, H.J. Yang, C.X. Huang, G. Yang, Q.S. Zang, Z.G. Wang, S.D. Wu, Z.F. Zhang, Microstructural evolution and mechanical properties of Cu-Al alloys subjected to equal channel angular pressing, Acta Mater. 57 (2009) 1586–1601. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.12.002.

[306] Y. Liu, M. Liu, X. Chen, Y. Cao, H.J. Roven, M. Murashkin, R.Z. Valiev, H. Zhou, Effect of Mg on microstructure and mechanical properties of Al-Mg alloys produced by high pressure torsion, Scr. Mater. 159 (2019) 137–141. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.033.

[307] X.H. An, S.D. Wu, Z.G. Wang, Z.F. Zhang, Significance of stacking fault energy in bulk nanostructured materials: Insights from Cu and its binary alloys as model systems, Prog. Mater. Sci. 101 (2019) 1–45. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.11.001.

[308] J.S. Kim, J.H. Kim, Y.T. Lee, C.G. Park, C.S. Lee, Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy, Mater. Sci. Eng. A 263 (1999) 272–280. https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)01157-5.

[309] E. Alabort, P. Kontis, D. Barba, K. Dragnevski, R.C. Reed, On the mechanisms of superplasticity in Ti-6Al-4V, Acta Mater. 105 (2016) 449–463. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.12.003.

[310] V. Velay, H. Matsumoto, V. Vidal, A. Chiba, Behavior modeling and microstructural evolutions of Ti-6Al-4V alloy under hot forming conditions, Int. J. Mech. Sci. 108–109 (2016) 1–13. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2016.01.024.

[311] E. Alabort, D. Putman, R.C. Reed, Superplasticity in Ti-6Al-4V: Characterisation, modelling and applications, Acta Mater. 95 (2015) 428–442. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.04.056.

[312] H. Imai, G. Yamane, H. Matsumoto, V. Vidal, V. Velay, Superplasticity of metastable ultrafine-grained Ti[sbnd]6242S alloy: Mechanical flow behavior and microstructural

evolution, Mater. Sci. Eng. A 754 (2019) 569–580. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.085.
[313] M. Zelin, B. Gershon, I. Arbel, Grain growth during superplastic deformation, Interface Sci. 10 (2002) 37–42. https://doi.org/10.1023/A:1015180912228.
[314] Y. Liu, W.F. Wei, K.C. Zhou, L.F. Chen, H.P. Tang, Microstructures and mechanical behavior of PM Ti-Mo alloy, J. Cent. South Univ. Technol. (English Ed. 10 (2003) 81–86. https://doi.org/10.1007/s11771-003-0043-5.
[315] E. Alabort, D. Barba, R. Reed, Mechanisms of superplasticity in titanium alloys: Measurement, in situ observations and rationalization, in: Defect Diffus. Forum, 2018: pp. 65–71. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.65.
[316] K. Sekiguchi, H. Masuda, H. Tobe, E. Sato, Continuous dynamic recrystallization in dual-phase titanium alloy in superplasticity, Defect Diffus. Forum 385 DDF (2018) 126–130. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.126.
[317] Z. Shaoqing, Z. Linruo, Effect of hydrogen on the superplasticity and microstructure of Ti-6Al-4V alloy, J. Alloys Compd. 218 (1995) 233–236. https://doi.org/10.1016/0925-8388(94)01384-5.
[318] J. Shen, Y. Sun, Y. Ning, H. Yu, Z. Yao, L. Hu, Superplasticity induced by the competitive DRX between BCC beta and HCP alpha in Ti-4Al-3V-2Mo-2Fe alloy, Mater. Charact. 153 (2019) 304–317. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.05.014.
[319] X. Li, N. Chen, H. Wu, J. Chen, F. Qu, Low-temperature superplastic gas bulging of Ti-55 alloy by hydrogen addition, Int. J. Hydrogen Energy 43 (2018) 12455–12459. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.04.138.
[320] J.H. Kim, S.L. Semiatin, C.S. Lee, High-temperature deformation and grain-boundary characteristics of titanium alloys with an equiaxed microstructure, Mater. Sci. Eng. A 485 (2008) 601–612. https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.027.
[321] L. Despax, V. Vidal, D. Delagnes, M. Dehmas, H. Matsumoto, V. Velay, Influence of strain rate and temperature on the deformation mechanisms of a fine-grained Ti-6Al-4V alloy, Mater. Sci. Eng. A 790 (2020) 139718. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139718.
[322] T. Yasmeen, B. Zhao, J.H. Zheng, F. Tian, J. Lin, J. Jiang, The study of flow behavior and governing mechanisms of a titanium alloy during superplastic forming, Mater. Sci. Eng. A 788 (2020). https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139482.
[323] M.L. Meier, A.K. Mukherjee, Consequences of using the average diffusivity in correlating the enhanced superplasticity of iron-modified Ti-6Al-4V, Scr. Metall. Mater. 25 (1991) 1471–1476. https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90435-4.
[324] S.L. Semiatin, F. Montheillet, G. Shen, J.J. Jonas, Self-consistent modeling of the flow behavior of wrought alpha/beta titanium alloys under isothermal and nonisothermal hot-working conditions, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 33 (2002) 2719–2727. https://doi.org/10.1007/s11661-002-0394-9.
[325] C.L. Chen, M.J. Tan, Effect of grain boundary character distribution (GBCD) on the cavitation behaviour during superplastic deformation of Al 7475, Mater. Sci. Eng. A 338 (2002) 243–252. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00083-7.
[326] J.J. Blandin, B. Hong, A. Varloteaux, M. Suery, G. L'Esperance, Effect of the nature of

grain boundary regions on cavitation of a superplastically deformed aluminium alloy, Acta Mater. 44 (1996) 2317–2326. https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00340-1.
[327] R. Boissière, J.J. Blandin, L. Salvo, Damage development during superplasticity of light alloys, J. Eng. Mater. Technol. 130 (2008) 0210141–0210146. https://doi.org/10.1115/1.2884335.
[328] M.F. Ashby, R.A. Verrall, Diffusion-accommodated flow and superplasticity, Acta Metall. 21 (1973) 149–163. https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90057-6.
[329] J.R. Spingarn, W.D. Nix, Diffusional creep and diffusionally accommodated grain rearrangement, Acta Metall. 26 (1978) 1389–1398. https://doi.org/10.1016/0001-6160(78)90154-2.
[330] J. Warren, L.M. Hsiung, H.N.G. Wadley, High temperature deformation behavior of physical vapor deposited Ti-6Al-4V, Acta Metall. Mater. 43 (1995) 2773–2787. https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)00464-S.
[331] Y.G. Ko, W.G. Kim, C.S. Lee, D.H. Shin, Microstructural influence on low-temperature superplasticity of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloy, Mater. Sci. Eng. A 410–411 (2005) 156–159. https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.080.
[332] V. Sinha, R. Srinivasan, S. Tamirisakandala, D.B. Miracle, Superplastic behavior of Ti-6Al-4V-0.1B alloy, Mater. Sci. Eng. A 539 (2012) 7–12. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.058.
[333] H. Matsumoto, V. Velay, A. Chiba, Flow behavior and microstructure in Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained α-single phase microstructure during low-temperature-high-strain-rate superplasticity, Mater. Des. 66 (2015) 611–617. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.045.
[334] I. Ratochka, O. Lykova, I. Mishin, E. Naydenkin, Superplastic deformation behavior of Ti-4Al-2V alloy governed by its structure and precipitation phase evolution, Mater. Sci. Eng. A 731 (2018) 577–582. https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.094.
[335] I.I. Novikov, V.K. Portnoy, T.E. Terentieva, Analysis of superplastic deformation mechanisms in Zn-22% Al alloy on the basis of electron microscopy topographic investigations, Acta Metall. 25 (1977) 1139–1149. https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90201-2.
[336] S. Hori, M. Tokizane, N. Furushiro, Supcrplasticity in Advanced Materials, The Japan Society for Research on Superplasticity, Osaka, Japan, 1991.
[337] I.I. Novikov, 50-th Anniversary of Russian Investigations on Superplasticity, Mater. Sci. Forum 170–172 (1994) 3–12. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.170-172.3.
[338] M.N. Postnikova, A.D. Kotov, A.I. Bazlov, A.O. Mosleh, S. V. Medvedeva, A. V. Mikhaylovskaya, Effect of Boron on the Microstructure, Superplastic Behavior, and Mechanical Properties of Ti-4Al-3Mo-1V Alloy, Materials (Basel). 16 (2023) 3714. https://doi.org/10.3390/ma16103714.
[339] S.L. Semiatin, An Overview of the Thermomechanical Processing of α/β Titanium Alloys: Current Status and Future Research Opportunities, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 51 (2020) 2593–2625. https://doi.org/10.1007/s11661-020-05625-3.
[340] S. Roy, S. Suwas, Enhanced superplasticity for (α+β)-hot rolled Ti-6Al-4V-0.1B alloy by

means of dynamic globularization, Mater. Des. 58 (2014) 52–64. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.01.033.

[341] J. Koike, Y. Shimoyama, H. Fujii, K. Maruyama, Characterization of superplasticity in Ti-5.5Al-1Fe alloys, Scr. Mater. 39 (1998) 1009–1014. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00286-3.

[342] V.M. Imayev, R.A. Gaisin, R.M. Imayev, Effect of boron additions and processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy Ti-6.5Al-3.3Mo-0.3Si, Mater. Sci. Eng. A 641 (2015) 71–83. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.033.

[343] S. Roy, A. Sarkar, S. Suwas, On characterization of deformation microstructure in Boron modified Ti-6Al-4V alloy, Mater. Sci. Eng. A 528 (2010) 449–458. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.09.026.

[344] E. Alabort, D. Barba, M.R. Shagiev, M.A. Murzinova, R.M. Galeyev, O.R. Valiakhmetov, A.F. Aletdinov, R.C. Reed, Alloys-by-design: Application to titanium alloys for optimal superplasticity, Acta Mater. 178 (2019) 275–287. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.07.026.

[345] Колачёв Б.А., Володин В.А., Воробьёв А.И., Рынденков Д.В.Состав, структура и механические свойства титановых сплавов, легированных железом, Известия Высших Учебных Заведений. Цветная Металлургия (1996) 38–44.

[346] M.L. Meier, D.R. Lesuer, A.K. Mukherjee, The effects of the α/β phase proportion on the superplasticity of Ti-6Al-4V and iron-modified Ti-6Al-4V, Mater. Sci. Eng. A 154 (1992) 165–173. https://doi.org/10.1016/0921-5093(92)90342-X.

[347] X. Zhao, W. Wang, Y. Li, F. Qin, J. Liu, Microstructural Evolution and Secondary Hardening in Superplastic Deformation of Asymmetrically Rolled Commercial 5083 Aluminum Alloy, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 57 (2025) 948–963. https://doi.org/10.1007/s11661-025-08091-x.

[348] Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов, В.В. Астанин, Н.Г. Зарипов, В.У. Казыханов, А.М. Дриц, М.Ю. Мурашкин, Н.А. Еникеев, Проявление сверхпластичности при пониженных температурах сплава 1565ч системы Al–Mg в ультрамелкозернистом и наноструктурном состояниях, Физика Металлов и Металловедение 124 (2023) 771–782. https://doi.org/10.31857/S0015323023600880.

[349] A.S. Oryshchenko, V.I. Pavlova, S.A. Zykov, E.P. Osokin, Properties of welds made of aluminium-magnesium cryogenic-purpose alloys, Tsvetnye Met. (2014) 64–70.

[350] E. Ghali, Corrosion Resistance of Aluminum and Magnesium Alloys: Understanding, Performance, and Testing, Corros. Resist. Alum. Magnes. Alloy. Understanding, Performance, Test. (2010). https://doi.org/10.1002/9780470531778.

[351] Портной, В.К., А.В. Михайловская, М.А. Рязанцева, С.М. Соловьев, Влияние плакирования на сверхпластичность алюминиевого сплава, Металлург 5 (2010) 71–74.

[352] P. Ramírez, F.G. Alday, H.E. Adabbo, O.A. Ruano, Superplastic behaviour of Al-5wt.%Ca-5wt.%Zn alloy, Mater. Sci. Eng. 93 (1987). https://doi.org/10.1016/0025-5416(87)90433-2.

[353] 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.

[354] F. Bardi, M. Cabibbo, S. Spigarelli, An analysis of thermo-mechanical treatments of a 2618 aluminium alloy: Study of optimum conditions for warm forging, Mater. Sci. Eng. A 334 (2002) 87–95. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01775-0.

[355] T.K. Akopyan, N.A. Belov, A.S. Aleshchenko, S.P. Galkin, Y. V. Gamin, M. V. Gorshenkov, V. V. Cheverikin, P.K. Shurkin, Formation of the gradient microstructure of a new Al alloy based on the Al-Zn-Mg-Fe-Ni system processed by radial-shear rolling, Mater. Sci. Eng. A 746 (2019) 134–144. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.029.

Приложение А. Химический состав и параметры структуры исследуемых сплавов на основе алюминия

Таблица А1– Параметры частиц кристаллизационного происхождения в исследуемых алюминиевых сплавах

Сплав	**Обработка**	**Скорость охлаждения, К/с**	**Фаза**	**Средний размер, мкм**	**Коэффициент формы**	**Объемная доля, *f*,-**	***f/d*, мкм$^{-1}$**
Матричные сплавы							
Al–2Mg–0.25Zr–0.3Er	Прокатка	15	Al_3Er	0.5 ± 0.2	0.79	0.011	0.022
Al–(3–5)Mg–0.25Zr–0.3Er	Прокатка	5–15	$Al_3(Er,Mg)$	1.1 ± 0.3	0.81	0.014	0.013
Al–(3–10)Mg–(0.6-0.7)Mn-(0.1-0.25)Cr	Прокатка	15	$Al_6(Mn,Cr)$ +(ε)	0.9 ± 0.1		0.015	0.017
Al–(3–5)Mg–(1.2-1.3)Mn-0.1Cr	Прокатка	5–15	$Al_6(Mn,Cr)$	0.9 ± 0.2	0.91	0.023	0.026
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–0.2Zr–0.1Sc–(0.4-0.6)Er	Прокатка	15	Mg_2Si/(Al,Si,Er,Cu)	0.7± 0.1	0.83 / 0.87	0.015	0.021
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–0.2Zr–0.2Sc–(0.4-0.6)Y	Прокатка	15	Mg2Si/$Al_{11}Y_3$, (Al,Y,Si), (Al,Y,Si,Cu)	0.7 ± 0.1	0.85–0.91/0.74	0.015	0.021
Псевдоматричные сплавы							
Al–(4.7-4.9)Mg–(0.9–1)Ce–(0.5–0.8)Fe	Прокатка	15	$Al_{11}Ce_3$ + $Al_{10}Fe_2Ce$	(0.7–0.8)±0.1	0.82–0.87	0.05	0.067
Al–(4.7-4.9)Mg–(0.9–1)Ce–(0.5–0.8)Fe–(0.6-0.7)Mn–(0.1-0.15)Cr	Прокатка	5–15	$Al_{11}Ce_3$+$Al_6(Mn,Fe)$+$Al_{20}MnCe_2$+$Al_{10}Fe_2Ce$	1.7±0.3/0.8±0.1	0.82	0.06	0.035-0.075
Al–(4.7–4.9)Mg–0.2Zr-0.1Sc-(1–4)Ni	ВИК	15	Al_3Ni	(1.1-1.4) ± 0.3	0.84–0.94	0.03–0.085	0.027-0.06
Al–(4.7–4.9)Mg–(0.9–1)Fe–(0.9–1)Ni–(0.15-0.22)Zr–(0.05-0.1)Sc	Прокатка	5–15	Al_9FeNi	0.8 ± 0.2	0.85	0.06-0.07	0.08
Al–(1.2–2)Mg–(0.1–0.8)Si–1Cu–(0.9-1)Fe–(0.9-1)Ni–0.2Zr–(0.05-0.2)Sc	Прокатка	5–15	Mg2Si /Al9FeNi	1.9 ± 0.2/ 1.3 ± 0.2	0.82/0.73	0–0.013 / 0.05	0.02-0.05
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–0.5Ni–0.2Zr–0.1Sc	Прокатка	15	Mg_2Si /Al_2CuNi	1.5/1.7	0.72	0.013/0.025	0.024
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–(2-4)Ni–0.2Zr–0.1Sc	Прокатка	15	Mg_2Si / $Al_3(Ni,Cu)$	1.5/1.1-1.7	0.005/ 0.85/0.94	0.013/0.045-0.09	0.050
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–(2/4)Ce–0.2Zr–0.1Sc	Прокатка	15	$Al_{11}Ce_3$ + AlCeSi	1.9/1.4 ±0.1	0.74–0.79	0.055 / 0.11	0.034-0.08

Сплав	Обработка	Скорость охлаждения, К/с	Фаза	Средний размер, мкм	Коэффициент формы	Объемная доля, *f*,-	*f/d*, мкм$^{-1}$
Al–(2–7)Zn–(0–5.5)Mg–(0–1)Cu–(3-3.5)Ni–(0.2-0.28)Zr-(0.1Sc)	Прокатка	3–15	$Al_3Ni/Al_3(Ni,Cu)$	1.7 - 1.1 ± 0.3	0.84–0.94	0.08	0.05-0.07
После ВИК (∑e = 12–14, 350 °C)							
Al–4.8Mg–0.9Fe–0.9Ni–0.2Zr–0.1Sc	ВИК	15	Al_9FeNi	0.85 ± 0.05	0.92	0.045	0.053
	ВИК	3–5	Al_9FeNi	1.5 ± 0.3	0.92	0.045	0.030
Al–(1.2–2)Mg–0.8Si–1Cu–0.9Fe–0.9Ni–0.2Zr–0.1Sc	ВИК	5–15	Mg_2Si, Al_9FeNi	0.8 ± 0.1	0.82/0.73	0.005–0.013 / 0.045	0.075

Таблица А2– Параметры дисперсоидов в исследуемых алюминиевых сплавах

Сплав	Обработка	Тип дисперсоидов	d, нм	Расчетная объемная доля, f, -
Сплавы с Mn, Cr				
Al-(1.5-1.7)Mg-(1.7-2)Mn/ Al–(3-5)Mg–1.2Mn-(0.26Zr)	350 °C, 8 ч	I-фаза	26±2 / 28±2 / 38±2	0.07/ 0.05
	350 °C, 24–48 ч	I-фаза / $Al_{12}Mn$	42±3 / 20-40 / 70-250	0.07/ 0.05
	380 - 400°C, 8 ч		46±2 / 105±5	0.07/ 0.05
Al–(3–5)Mg–(1.1–1.2)Mn-(0.26Zr)	440–480 °C, 3–8 ч	Al_6Mn	67±5 / 125±10	0.033
Al–(3-3.3)Mg–1.2Mn–0.25Cr	380 -400 °C, 8 ч	I-фаза / $Al_{12}(Mn,Cr)$ + $Al_6(Mn,Cr)$	41±3 / 91±4	0.06
Al–(2.9-3.2)Mg–1.2Mn–(0.1-0.25)Cr	440–460 °C, 8 ч	$Al_6(Mn,Cr)$ +(ε)	50±5 / 87±4	0.035–0.06
Al–(4.8–5.8)Mg–(0.5-0.7)Fe–(1Ce/(0.9-1)Ni)–0.6Mn–0.15Cr-(0.7-0.9)Zn)	350–360 °C, 12-48 ч	I-фаза	(30-36)±2	0.027
	360 °C, 24 ч + 480–500 °C, 3–6 ч	$Al_6(Mn,Cr,Fe)$, ε	40-250	0.024
	360 °C, 24 ч + прокатка	I-фаза	36±2	0.027
	360 °C, 24 ч + 480–500 °C, 3–6 ч + прокатка	$Al_6(Mn,Cr,Fe)$, ε	49±2	0.024
Al–(6.7–10)Mg–(0.6-0.7)Mn–(0.18-0.22Cr)	430–480 °C, 6 ч + прокатка	$Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$ + ε ($Al_{18}Mg_3Mn_2$) агломераты	50±6 нм и агломераты 300-780 нм	-
Al–(3-5)Mg–(0.6-1.2)Mn	480 °C, 6 ч + прокатка	Al_6Mn	75-90	0.02-0.04

Сплав	**Обработка**	**Тип дисперсоидов**	**d, нм**	**Расчетная объемная доля, f, -**
Al–(3-5)Mg–(0.6-1.2)Mn–(0.1-0.25)Cr	440 °C, 3 ч и 480 °C, 3 ч ТМО	$Al_6(Mn,Cr)$, ε	(45-50) ±4	0.03-0.07
Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr (7475)		ε ($Al_{18}Mg_3Cr_2$)	44±4	0.02
Al–4Zn–4Mg–1Cu–0.28Cr			51±4	0.02
Сплавы с Zr				
Al–3Mg–0.25Zr	350–360 °C, 2–32 ч	$L1_2$-Al_3Zr	веерообразные	низкая
	350–360 °C, 32 ч		3 / веерообразные	низкая
	350–360 °C, 134 ч		6.9±0.2	0.003-0.004
	420–430 °C, 4–8 ч		9.0±0.3 и веерообразные	низкая
Al–(4.7-5)Mg–(0.24-0.26)Zr	420 °C, 130–134 ч		18±1	0.003
Al–(3-5)Mg–(0.24-0.27)Zr	360 °C, 32 ч + 420 °C, 8–16 ч		6.0±0.3	0.003
Al–(3.8–4.1)Zn–(3.7–4.2)Mg–(3-3.5)Ni–(0.7-1)Cu–(0.25-0.28)Zr	450 °C, 3 ч + 500 °C, 3 ч		9±1	0.0033
Al–(3.8–4.1)Zn–(3.7–4.2)Mg–(3-3.5)Ni–(0.7-1)Cu–(0.25-0.28)Zr	360 °C, 8 ч + 450 °C, 3 ч + 500 °C, 3 ч		9±1	0.0033
Al–3.5Cu–1.3Mg–1Fe–1Ni–0.2Zr	450 °C, 3 ч + 500 °C, 3 ч		13±2	0.004
Сплавы с Zr и Er				
Al–3Mg–0.3Er–0.25Zr	350–360 °C, 4–8 ч	$L1_2$-$Al_3(Er,Zr)$	7.0±0.3	низкая
	420 °C, 8 ч		10.1±0.5	0.004
	420 °C, 32 ч		20±1	0.004
Al–(3-5)Mg–0.3Er–(0.24-0.27)Zr	360 °C, 32 ч + 420 °C, 16 ч		7.0±0.4	0.004
Сплавы с Zr и Sc				
Al–3Mg–0.2Zr–0.1Sc	350–360 °C, 8 ч	$L1_2$-$Al_3(Sc,Zr)$	8.7±0.5	0.004
	360 °C, 4 ч + 420–430 °C, 4–8 ч		11±1	0.004
	430 °C, 1- 12 ч		12±1 - 27±2	0.004
Al–(4.7-4.9)Mg–0.9Fe–0.9Ni–0.2Zr–0.1Sc	360 °C, 24 ч + 430 °C, 3 ч		11±1	0.004
Al–(4.7-4.9)Mg–(0.8-0.9)Fe–(0.9-1)Ni/Ce–(0.16-0.21)Zr–0.1Sc	360 °C, 24 ч + 470 °C, 3 ч		(12-14)±1	0.004
	360 °C, 24 ч + 500 °C, 3 ч		20±2	0.004

Сплав	Обработка	Тип дисперсоидов	d, нм	Расчетная объемная доля, f, -
Al–(3.8-4.2)Zn–(3.9-4.3)Mg–(0.7-1)Cu–3Ni–(0.16-0.21)Zr–0.1Sc	360 °C, 12 ч + 470 °C, 3 ч		11±1	0.004
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–0.2Zr–0.1Sc	360 °C, 8 ч	$L1_2$-$(Al,Si)_3(Sc,Zr)$	7.5±0.5	0.004
Al–(1.1-1.3)Mg–(0.81-0.83)Si–1Cu–(0.17-0.21)Zr–0.1Sc–(2-4)Ce	480 °C, 4 ч		19–33	0.004
Al–1.2Mg–0.8Si–1Cu–0.2Zr–0.2Zr-0.2Sc–(0.5Y)	350 °C, 24 ч + 480 °C, 3 ч	$L1_2$-$(Al,Si)_3(Sc,Y,Zr)$	12±1	0.003
Al–(1.2-2)Mg–(0.1-0.8)Si–1Cu—(0.19-0.21)Zr–0.1Sc-((0.9Fe-0.9Ni)/(2-4)Ni/(2-4)Ce)	350 °C, 24 ч + 480 °C, 3 ч	$L1_2$-$(Al,Si)_3(Sc,Zr)$	12±1	0.004
Al–3.5Cu–1.3Mg–1Fe–1Ni–0.2Zr–0.1Sc	450 °C, 3 ч + 500 °C, 3 ч	$L1_2$-$Al_3(Sc,Zr)$	14±2	0.004

Таблица А3 - Основные исследуемые сплавы и параметры частиц вторых фаз и зеренной структуры в листах после ТМО

Сплав (обозначение)	Химический состав сплава, мас.%	Тип структуры	Крупные частицы (d, мкм)	Крупные частицы (f, экспер. объемная доля доля)	Дисперсоиды (d, нм)	Дисперсоиды (f, расчетная объемная доля)	Исходный размер зерна, мкм
Al-Mg							
Al-Mg-Mn	Al-(2-6.5)Mg-(0.6-0.7)Mn	Матричный	0.7	<0.01	70-90 нм, Al_6Mn	~0.01	8-11
Al-Mg-Mn-Cr	Al-(5-6.8)Mg-(0.61-0.64)Mn-(0.2-0.25)Cr		~0.9 мкм (Al_6Mn, при высоком Mn/Cr)	до 0.015-0.02	45-50 нм (Al_6(Mn,Cr); ε)	0.03-0.04	5.5-8
Al-Mg-Mn	Al-(6.8-10)Mg-0.7Mn		0.7	-	70-90 нм, Al_6Mn, $Al_{18}Mg_3Mn_2$ агломераты	-	27-30
1565ч (оптимизир.)	Al-(5.6-5.7)Mg-(0.9-0.95)Mn-(0.7)Zn-0.06Cr-0.1Zr		~1.5% (Al_6Mn, до 20 мкм)	0.01-0.015	40-50 нм (Al_6Mn, ε-фаза)	~0.03	7-8 (лист 1.2 мм)
1565ч (ВИК)	Al-(5.6-5.7)Mg-(0.7-0.8)Mn-0.1Cr-0.1Zr		~1.5% (Al_6Mn)	~0.01	40-50 нм	~0.03	1.2 (после ВИК)
AA5083	Al-4.89Mg-0.92Mn-0.1Cr		0.7	<0.01	70-80 нм (Al6Mn)	~0.01	7.8-8.5
Alnovi-U	Al-4.95Mg-1.35Mn-0.05Cr		0.5-1.5 мкм (Al_6Mn)	0.025	~30 нм (Al6Mn)	~0.03	7.5-8.3
Al-Mg-Mn-Cr-Zn	Al-5Mg-0.7Mn-0.2Cr-0.7Zn		-	-	45-50 нм (Al6Mn, ε)	0.03-0.04	6-8
Al-Mg-Zr	Al-(3-5)Mg-0.25Zr		-	-	7-12 нм ($L1_2$) / прерывистый	0.001-0.005	18-20 (нерекр.)
Al-Mg-Zr-Sc	Al-(3-5)Mg-(0.15-0.2)Zr-0.1Sc		-	-	9-11 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр. (субзерно 1-2)

Сплав (обозначение)	**Химический состав сплава, мас.%**	**Тип структуры**	**Крупные частицы (d, мкм)**	**Крупные частицы (f, экспер. объемная доля доля)**	**Дисперсоиды (d, нм)**	**Дисперсоиды (f, расчетная объемная доля)**	**Исходный размер зерна, мкм**
1545K (пром.)	Al-4.7Mg-0.3Mn-0.21Sc-0.1Zr		-	<0.01	~10 нм ($L1_2$)	~0.003	Нерекр. / 1-3
Al-Mg-Er-Zr	Al-(2-5)Mg-(0.1-0.3)Er-0.25Zr		0.7-1.2 мкм (Al_3Er)	0.01-0.02	7-8 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр. / 3-5
Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr	Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.6Mn-0.15Cr	Псевдоматричный	0.7-1.1 мкм (Al_9FeNi)	0.05-0.06	42-50 нм (Al6Mn, ε)	0.02-0.03	5-6
Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr	Al-(5.6-5.8)Mg-0.7Fe-1Ni-0.6Mn-0.15Cr-0.1Zr		0.7-0.9 мкм (Al_9FeNi)	0.05-0.06	40-45 нм (Al6Mn, ε) + $L1_2$	0.02-0.03	3.8-4.2
Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr	Al-4.8Mg-0.6Fe-1Ce-0.6Mn-0.15Cr		0.7-0.9 мкм (Al11Ce3, $Al_{10}Fe_2Ce$)	0.04-0.05	37-45 нм (Al6Mn)	0.02-0.03	4.5-5
Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc	Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc		0.7-1.2 мкм (Al_9FeNi)	0.06-0.07	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр./Частично рекр.
Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc-Zn	Al-4.8Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.2Zr-0.1Sc-0.7Zn		0.7-1.2 мкм (Al_9FeNi)	0.06-0.07	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр./Частично рекр.
Al-Mg-Fe-Ce-Zr-Sc	Al-4.7Mg-0.6Fe-1Ce-0.2Zr-0.1Sc		0.6-0.8 мкм ($Al_{10}Fe_2Ce$)	0.04-0.05	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр./Частично рекр.
Al-Zn-Mg							
7475 (AA7475)	Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr	Матричный	-	-	~40 нм (ε-фаза)	~0.02	4.5-5 (с нагревом в селитре)
Al-Zn-Mg-Cu-Cr (4/4)	Al-4Zn-4Mg-1Cu-0.3Cr		-	-	~40 нм (ε-фаза)	~0.02	7
1977 (пром.)	Al-3.5Zn-4.6Mg-0.7Cu-0.2Sc-0.1Zr		-	-	9-11 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр. (субзерно 1-3)
Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr	Al–(3.9–4.2)Zn–(4–4.2)Mg–(0.7-1)Cu–(3-3.5)Ni–(0.22-0.28)Zr	Псевдоматричный	1.2-3 мкм (Al_3Ni)	0.07-0.08	8-10 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	3-4 (частично рекр.)
Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr-Sc	Al–4.1Zn–4.2Mg–0.8Cu–3.2Ni -0.2Zr-0.1Sc		1.2-3 мкм (Al_3Ni)	0.07-0.08	10-14 нм ($L1_2$)	0.004-0.006	2-3 (частично рекр.)
Al-Zn-Mg-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc	Al-(4-7)Zn-(3-4)Mg-0.8Cu-(0.6-1)Fe-(0.9-1)Ni-(0.18-0.21)Zr-0.1Sc		0.7-1.2 мкм (Al_9FeNi)	0.05-0.06	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	Нерекр./Частично рекр.
Al-Mg-Si							
1370 (пром.)	Al-1.2Mg-1.1Si-1.2Cu-0.5Mn-0.05Sc-0.1Zr	Матричный	1.0 мкм (Mg_2Si)	0.01	14-16 нм ($L1_2$)	0.001-0.002	12-18 (частично рекр.)
Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc	Al-1.2Mg-(0.7-0.8)Si-1Cu-0.2Zr-(0.05-0.2)Sc		0.7-1.0 мкм (Mg_2Si)	0.015-0.02	8-13 нм ($L1_2$)	0.002-0.005	Нерекр. (субзерно 1-3)
Al-Mg-Si-Cu-Zr-Sc-Y	Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.2Zr-0.2Sc-0.5Y		0.7-1.1 мкм (Mg_2Si, фазы с Y)	0.015-0.02	11-13 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	

Сплав (обозначение)	**Химический состав сплава, мас.%**	**Тип структуры**	**Крупные частицы (d, мкм)**	**Крупные частицы (f, экспер. объемная доля доля)**	**Дисперсоиды (d, нм)**	**Дисперсоиды (f, расчетная объемная доля)**	**Исходный размер зерна, мкм**
Al-Mg-Si-Cu-Ni (0.5%Ni)	Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-0.5Ni-(0.2Zr-0.1Sc)	Псевдоматричный	1.5-2 мкм (пластинчатая Al_2NiCu)	0.025	11-13 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	~5 (частично рекр.)
Al-Mg-Si-Cu-Ni	Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-(2-4)Ni		1.2-1.8 мкм (Al_3Ni)	0.03-0.07	11-13 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	4-5 (частично рекр.)
Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni	Al-(1.2-2)Mg-(0.1-0.8)Si-1Cu-(0.8-1)Fe-(0.8-1)Ni		0.8-1.5 мкм (Al_9FeNi, Mg_2Si)	0.05-0.07	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	3-4 (частично рекр.)
Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ce	Al-1.2Mg-0.8Si-1Cu-(0-4)Ce		1.4-1.9 мкм (фазы с Ce)	0.05-0.11	11-13 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	4-6 (частично рекр.)
АК4-1 (пром.)	Al-2.4Cu-1.4Mg-1Fe-0.9Ni		0.7-1.5 мкм (Al_9FeNi)	~0.05	-	-	10-14
Al-Cu-Mg-Fe-Ni-Mn-Zr	Al-3.5Cu-2Mg-0.9Fe-0.9Ni-0.8Mn-0.2Zr		0.7-1.5 мкм (Al_9FeNi)	~0.05	~13 нм ($L1_2$)	0.002-0.003	5-7
Al-Cu-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc	Al-3.5Cu-1.3Mg-1Fe-1Ni-0.2Zr-(0.1-0.2)Sc		0.7-1.5 мкм (Al_9FeNi)	0.05-0.07	10-14 нм ($L1_2$)	0.003-0.005	3-5 (частично рекр.)
Al-Cu-Y-Zr	Al-4.7Cu-1.6Y-0.3Zr		1.7 мкм (Al_8Cu_4Y, $(Al,Cu)_{11}Y_3$)	~0.1	20±5 нм ($L1_2$-$Al_3(Y,Zr)$)	~0.005	10-11
Al-Cu-Er-Zr	Al-4.0Cu-2.7Er-0.3Zr		0.6-0.7 мкм (Al_8Cu_4Er)	~0.05	35-55 нм ($L1_2$-$Al_3(Er,Zr)$)	~0.005	9-11
Латуни							
Л59	Cu-40Zn	Микродуплексный (α+β)	-	-	-	-	6±1 (α), 5±1 (β)
ЛА59-0.5	Cu-40.5Zn-0.4Al		-	-	-	-	
ЛА61-1	Cu-37.8Zn-1.0Al		-	-	-	-	
ЛА65-2	Cu-33.3Zn-2.2Al		-	-	-	-	
ЛАЖ60-1-1	Cu-37Zn-0.8Al-0.8Fe-0.4Mn		0.3-5 мкм (Fe-фаза)	~0.03	-	-	
ЛЖМц59-1-1	Cu-39.7Zn-0.3Al-0.6Fe-0.5Mn-0.4Sn		0.3-5 мкм (Fe-фаза)	~0.03	-	-	
Титановые сплавы							
ОТ4-1	Ti-2.5Al-1.8Mn	Микродуплексный (α+β)	-	-	-	-	(1.5-3.3) α /(3.5-4.7) β
ВТ6	Ti-6Al-4V		-	-	-	-	(3.4-3.9) α /(1.5-4) β
ВТ14	Ti-4Al-3Mo-1V		-	-	-	-	1.8 (α+β, 52% МУГ)
			-	-	-	-	1.0-1.3(α), 0.7-0.8 (β)
ВТ14 + Fe	Ti-4Al-3Mo-1V-2Fe		-				0.7-0.8 (β)
ВТ14 + Fe, B	Ti-4Al-3Mo-1V-2Fe-0.1B		- (TiB)	<0.01	-	-	0.7-0.8 (β)

Приложение В. Информация об использовании результатов диссертационной работы

Акционерное общество
«Самарский металлургический завод»
(АО «СМЗ», ОГРН 1026300763389)

123112, Россия, г. Москва
Пресненская наб., 10, блок Б

mtrinfo@samara-metallurg.ru
Тел.: 8 495 777 04 04
Факс: 8 495 777 61 90
www.samara-metallurg.ru

«18» апреля 2024 г.

АКТ
внедрения результатов диссертационного исследования А.В. Михайловской

Настоящий акт составлен о том, что результаты диссертационного исследования А. В. Михайловской на тему «Особенности механизмов формирования микрозеренной структуры и сверхпластической деформации гетерогенных сплавов» внедрены в АО «СМЗ» при разработке технологии производства листов сплава 1565ч с микрозеренной структурой. Разработанные автором технические решения по оптимизации химического состава в пределах марки сплава и режимов обработки при получении листовых полуфабрикатов позволили увеличить запас прочности пластичности производимых в заводских условиях листов сплава 1565ч при комнатной температуре на 15-20%. Были получены опытные партии листов сплава с микрозеренной структурой, показана их успешная формуемость в состоянии сверхпластичности в промышленных условиях, ведутся переговоры по поставкам продукции для получения изделий для автомобильной промышленности РФ.

Объем продукции, произведенной с использованием предложенных Михайловской А.В. технических решений с 01.01.2014 по 31.12.2023 составил примерно 57 тонн.

Директор по развитию бизнеса и новых технологий **А.М. Дриц**

Исп.: Климова М.А.
8 (495) 777-61-63

Превосходство высоких технологий

СЕСПЕЛЬ

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ЧЕБОКСАРСКОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ "СЕСПЕЛЬ"
Россия, Республика Чувашия, 428032,
г.Чебоксары, ул.Ленинградская,36, тел. +7(8352)22-57-22, факс +7(8352)22-47-33
e-mail: zaosespel@yandex.ru; web: www.sespel.com

АКТ

промышленной апробации результатов докторской диссертации А.В. Михайловской на тему «Особенности механизмов формирования микрозеренной структуры и сверхпластической деформации гетерогенных сплавов»

Настоящий акт составлен о том, что научные разработки в рамках диссертационного исследования А. В. Михайловской на тему «Особенности механизмов формирования микрозеренной структуры и сверхпластической деформации гетерогенных сплавов» использованы ЗАО «Чебоксарское предприятие «СЕСПЕЛЬ» при производстве деталей сложной формы, используемых в изделиях изготавливаемых нашей компанией.

Листы из алюминиевого сплава марки 1565ч с мелкозернистой структурой полученные по разработанной автором технологиям и произведенные на АО «СМЗ», г. Самара обладают не только высокой прочностью, но и улучшенной пластичностью, это позволяют значительно улучшить технические характеристики нашей продукции.

В настоящее время наше предприятие проводит разработку и изготовление установки для сверхпластической формовки деталей из алюминиевых сплавов, используя разработанные автором в рамках представленного диссертационного исследования технические решения. Дальнейшее развитие работ по сверхпластической формовке запланировано при реализации опытно-конструкторских работ с предприятиями Госкорпорации «Роскосмос» для производства элементов конструкций сложной формы в рамках Федеральной космической программы.

04 июня 2026 год

Лауреат премии Правительства
Российской Федерации 2023 года
в области науки и техники за создание
новых технологий и оборудования
сварки изделий гражданского и
специального назначения,
Директор _____ Бакшаев В.А.

Акционерное общество
«КОМПОЗИТ»

Пионерская ул., д. 4, г. Королёв, Московская область,
Россия, 141070
Телеграф БЕРЕЗА
тел. (495) 513-20-28, 513-23-29
канцелярия 513-22-56, факс (495) 516-06-17
e-mail: info@kompozit-mv.ru
ОКПО 56897835, ОГРН 1025002043813, ИНН / КПП 5018078448 / 501801001

АКТ

промышленной апробации результатов докторской диссертации А.В. Михайловской на тему «Особенности механизмов формирования микрозеренной структуры и сверхпластической деформации гетерогенных сплавов»

Настоящий акт составлен о том, что научные разработки в рамках докторской диссертации А. В. Михайловской на тему «Особенности механизмов формирования микрозеренной структуры и сверхпластической деформации гетерогенных сплавов» использованы на площадке АО «Композит» в части разработки технических решений для скандий-содержащих алюминиевых сплавов при выполнении работ в рамках научно-исследовательской и производственной деятельности в период 2012-2014 гг. Развитие полученных результатов реализуется на предприятиях Госкорпорации «Роскосмос».

Заместитель генерального директора М. С. Гусаков