

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

На правах рукописи



Малофеев Сергей Сергеевич

**ВЛИЯНИЕ МЕТОДОВ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВОВ
СИСТЕМЫ Al-Mg**

05.16.01 – Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov i spлавov

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель

доктор физико-математических наук,
Кайбышев Рустам Оскарович

Белгород – 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	10
1.1 Алюминиевые сплавы и их классификация.....	10
1.2 Классификация режимов термомеханической обработки алюминиевых сплавов.....	12
1.3 Природа и свойства сплавов систем Al-Mg-Zr и Al-Mg-Sc-Zr.....	13
1.4 Механизмы упрочнения.....	15
1.5 Методы интенсивной пластической деформации.....	17
1.5.1 Равноканальное угловое прессование.....	18
1.5.2 Сварка трением с перемешиванием.....	19
1.5.2.1 Структура сварных швов.....	21
1.5.2.2 Механические свойства сварных швов.....	23
1.6 Постановка задач исследования.....	28
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	30
2.1 Материал исследований.....	30
2.2 Экспериментальные методики.....	31
2.2.1 Равноканальное угловое прессование.....	31
2.2.2 Прокатка.....	32
2.2.3 Сварка трением с перемешиванием.....	33
2.3 Методы исследования структуры.....	33
2.3.1 Оптическая металлография.....	33
2.3.2 Растровая электронная микроскопия.....	34
2.3.3 Просвечивающая электронная микроскопия.....	34
2.4 Методы механических испытаний.....	35
2.4.1 Статические механические испытания.....	35
2.4.2 Измерение микротвердости.....	36
ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg.....	37
3.1 Микроструктура сплава 1561 после различных режимов гомогенизации и последующего равноканального углового прессования.....	37
3.1.1 Микроструктура после гомогенизации.....	37
3.1.2 Микроструктура после равноканального углового прессования.....	38
3.1.2.1 Сплав 1561-ГО1.....	38
3.1.2.2 Сплав 1561-ГО2.....	40
3.1.3 Частицы фазы Al ₆ Mn.....	43

3.1.4 Влияние деформации на параметры микроструктуры.....	44
3.1.5 Анализ влияния температуры гомогенизации на формирование структуры в сплаве 1561 в процессе равноканального углового прессования.....	46
3.2 Микроструктура сплава 1570С после равноканального углового прессования.....	50
3.2.1 Исходная микроструктура сплава 1570С.....	50
3.2.2 Микроструктура после равноканального углового прессования.....	52
3.2.3 Эволюция текстуры при равноканальном угловом прессовании.....	60
3.2.4 Механизм зеренного измельчения при равноканальном угловом прессовании в сплаве 1570С.....	63
3.5 Выводы по главе.....	67
ГЛАВА 4 ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА СВОЙСТВА СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg.....	68
4.1 Механические свойства сплава 1561 после различных режимов гомогенизации.....	68
4.1.1 Фрактография после разрушения.....	70
4.1.2 Анализ механизмов упрочнения в сплаве 1561.....	70
4.2 Механические свойства сплава 1570С после равноканального углового прессования.....	77
4.2.1 Анализ механизмов упрочнения в сплаве 1570С.....	78
4.3 Выводы по главе.....	82
ГЛАВА 5 СВАРКА ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg В КРУПНОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ.....	83
5.1 Микроструктура и механические свойства сварных соединений крупнозернистых листов сплава 1561, полученных методом сварки трением с перемешиванием.....	83
5.1.1 Микроструктура.....	83
5.1.1.1 Основной материал.....	83
5.1.1.2 Сварной шов.....	84
5.1.2 Механические свойства.....	85
5.1.2.1 Микротвердость.....	85
5.1.2.2 Механическое поведение при растяжении.....	86
5.1.3 Анализ термической стабильности микроструктуры сварного соединения.....	87
5.2 Микроструктура и механические свойства сварных соединений крупнозернистых листов сплава 1570С, полученных методом сварки трением с перемешиванием.....	88
5.2.1 Микроструктура.....	88
5.2.1.1 Основной материал.....	88
5.2.1.2 Сварной шов.....	89

5.2.1.3 Микроструктура зоны перемешивания.....	90
5.2.2 Механические свойства.....	92
5.2.2.1 Микротвердость.....	92
5.2.2.2 Механическое поведение при растяжении.....	92
5.2.3 Анализ термической стабильности микроструктуры в зоне перемешивания.....	93
5.3 Выводы по главе.....	94
ГЛАВА 6 СВАРКА ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg В МЕЛКОЗЕРНИСТОМ И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИЯХ.....	95
6.1 Микроструктура и механические свойства сварных соединений мелкозернистых листов сплава 1561, полученных методом сварки трением с перемешиванием.....	95
6.1.1 Микроструктура.....	95
6.1.1.1 Основной материал.....	95
6.1.1.2 Сварной шов.....	96
6.1.1.3 Микроструктура зоны перемешивания.....	97
6.1.2 Механические свойства.....	98
6.1.2.1 Микротвердость.....	98
6.1.2.2 Свойства при растяжении.....	98
6.2 Микроструктура и механические свойства сварных соединений ультрамелкозернистых листов сплава 1570С, полученных методом сварки трением с перемешиванием.....	100
6.2.1 Микроструктура.....	100
6.2.1.1 Основной материал.....	100
6.2.1.2 Сварной шов.....	101
6.2.1.3 Микроструктура зоны перемешивания.....	102
6.2.2 Механические свойства.....	103
6.2.2.1 Микротвердость.....	103
6.2.2.2 Свойства при растяжении.....	104
6.3 Выводы по главе.....	106
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ.....	107
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ.....	109
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	111

ВВЕДЕНИЕ

Термически неупрочняемые сплавы системы Al-Mg (5XXX серия по международной классификации и 15XX – по отечественной) с хорошими прочностными свойствами получили широкое распространение благодаря высокой коррозионной стойкости и свариваемости. В отожженном состоянии эти сплавы показывают низкий предел текучести, который варьируется от 90 до 160 МПа в зависимости от содержания магния. Соответственно, повышение прочностных характеристик Al-Mg сплавов является актуальной научной и технической задачей. Существует несколько способов достичь этой цели. Термомеханическая обработка (ТМО), которая включает в себя холодную прокатку или сочетание холодной деформации с последующим низкотемпературным стабилизирующим отжигом или высокотемпературным отжигом позволяет повысить прочность Al-Mg сплавов в 1,5-3 раза за счет дислокационного упрочнения. Однако, ТМО снижает пластичность. Методы интенсивной пластической деформации (ИПД), которые обеспечивают существенное измельчение зерен до субмикронного размера, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП) или сварка/обработка трением с перемешиванием (СТП), способствуют повышению прочностных характеристик сплавов системы Al-Mg за счет структурного упрочнения по закону Холла-Петча при сохранении достаточно высокой пластичности. Введение наночастиц вторых фаз, которые обеспечивают как дисперсионное упрочнение, так и уменьшают размер зерен, формирующихся при ИПД, приводит к повышению прочностных свойств сплава и увеличению его термической стабильности.

Кроме получения листов из сплавов Al-Mg с высокими прочностными свойствами, необходимо решить задачу производства неразъемных конструкций из них с близким к равнопрочному сварным соединением. Наиболее распространенным методом соединения сплавов Al-Mg является аргонодуговая сварка. Однако, этот способ сварки имеет смысл применять только для отожженного (после обработки H2X) состояния сплавов Al-Mg, поскольку упрочнение, достигнутое либо измельчением зерна, либо ТМО, полностью снимается. При соединении упрочненных листов между собой с использованием сварки плавлением в сварном шве формируется дендритная структура, что приводит к снятию наклепа и существенному увеличению размера зерен, а также имеет место укрупнение наночастиц вторых фаз.

Использование СТП, которая основана на ИПД при повышенной температуре, позволяет решить эту проблему. Максимальная температура материала в процессе СТП не превышает 500°C, а время воздействия исчисляется минутами. При определенных

режимах влияние СТП на частицы вторых фаз может быть минимизировано, что позволяет сохранить высокие прочностные свойства в сварных соединениях. Кроме того, в сварном шве формируется мелкозернистая или ультрамелкозернистая структура (УМЗ), которая обеспечивает высокие механические свойства. В зависимости от режима СТП прочность шва в термически неупрочняемых сплавах может не только достигать прочности основного материала в отожженном состоянии, но и превосходить его. Сочетание использования упрочненных листов методом либо ТМО, либо с использованием РКУП со СТП позволяет создать технологию производства высокопрочных сварных конструкций из Al-Mg сплавов, что имеет важное практическое значение. Экспериментальные и теоретические исследования влияния ИПД на структуру и механические свойства как полуфабрикатов, так и сварных швов, полученных методом СТП, для Al-Mg сплавов позволяют установить механизмы образования новых зерен в процессе РКУП и механизмов, ответственных за повышение предела текучести за счет формирования мелкозернистой и УМЗ структуры. Это позволяет существенно расширить научные представления в области физического материаловедения Al-Mg сплавов.

На основании вышеописанного были сформулированы цели и задачи исследования.

Цель работы:

Изучить влияние двух методов интенсивной пластической деформации (ИПД) на структуру и механические свойства двух сплавов системы Al-Mg: 1561 и 1570С.

Для достижения поставленной цели решались следующие частные задачи:

1. Изучить влияние размера и формы частиц вторых фаз, а также их природы и типа межфазных границ на эволюцию структуру и механические свойства в процессе деформации методом РКУП при повышенной температуре ($T_D \sim 0,65T_{пл}$).
2. Выявить механизм формирования ультрамелкозернистой структуры при интенсивной пластической деформации при повышенной температуре.
3. Установить влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сварных соединений листов с крупнозернистой, мелкозернистой и ультрамелкозернистой исходной структурой.
4. Установить механизмы, ответственные за упрочнение при формировании мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры в процессе РКУП и СТП.

Научная новизна:

1. Показано, что при равноканальном угловом прессовании при $\sim 0,65T_{пл}$ формирование ультрамелкозернистой структуры происходит по механизму непрерывной

динамической рекристаллизации. Особенностью этого механизма в сплаве 1570С является формирование сетки малоугловых границ за счет образования нескольких семейств деформационных микрополос, границы которых способны увеличивать свою разориентировку с высокой скоростью и трансформироваться в большеугловые границы. Наночастицы вторых фаз предотвращают миграцию как малоугловых, так и большеугловых границ, что имеет критически важное значение для формирования ультрамелкозернистой структуры.

2. Установлено, что увеличение прочности сплавов системы Al-Mg при равноканальном угловом прессовании при 300°C происходит за счет дислокационного и зернограницного упрочнений. Вклад в зернограницное упрочнение вносят наряду с большеугловыми границами малоугловые границы с углом разориентировки от 2° до 15°. Дислокационное упрочнение обусловлено исключительно свободными решеточными дислокациями.

3. Показано, что сварка трением с перемешиванием сплавов системы Al-Mg как в крупнозернистом состоянии, так и в мелкозернистом и ультрамелкозернистом состояниях, позволяет получать бездефектное сварное соединение с коэффициентом прочности 92-98%. Высокие прочностные свойства в сварном соединении связаны с формированием полностью рекристаллизованной равноосной мелкозернистой структуры, что обеспечивает структурное упрочнение.

4. Установлено, что сварка трением с перемешиванием приводит к изменению размеров частиц вторых фаз в сплавах системы Al-Mg. Размеры некогерентных частиц Al_6Mn увеличиваются в 2-3 раза, а размеры когерентных частиц $Al_3(Sc,Zr)$ увеличиваются не более чем на 30%. Когерентная природа частиц $Al_3(Sc,Zr)$ сохраняется.

Практическая значимость:

Показано, что высокопрочные сварные конструкции из листов Al-Mg сплавов, содержащих наночастицы как с некогерентными, так и когерентными границами, могут быть получены с близким к равнопрочному сварным швом. Упрочненные за счет формирования мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры методом равноканального углового прессования при повышенной температуре с последующей горячей изотермической прокаткой листы могут быть соединены сваркой трением с перемешиванием с близким к равнопрочному сварным швом.

Положения, выносимые на защиту:

1. Влияние равноканального углового прессования при повышенной температуре на эволюцию структуры и механических свойств в Al-Mg сплавах, содержащих наночастицы вторых фаз с когерентными и некогерентными границами.

2. Закономерности и механизмы формирования рекристаллизованной структуры сплавов Al-Mg в процессе равноканального углового прессования при повышенной температуре.

3. Природа повышения предела текучести сплавов Al-Mg за счет формирования мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры при равноканальном угловом прессовании и сварки трением с перемешиванием.

4. Влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и свойства листов сплавов Al-Mg с крупнозернистой, мелкозернистой и ультрамелкозернистой структурой.

Вклад автора:

Соискатель активно участвовал в постановке экспериментов, лично проводил эксперименты, микроструктурные исследования, обработку и анализ полученных результатов исследований, принимал активное участие в подготовке и написании научных публикаций. Соавторы публикаций по теме диссертации принимали участие в подготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

Апробация работы:

Результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на международных научно-практических конференциях: 12th International Conference on Aluminum Alloys (Япония, 2010 г.); 50 Международный научный симпозиум «Актуальные проблемы прочности» (Беларусь, 2010 г.); Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NanoSPD (Китай, 2011 г.); Bulk Nanostructured Materials (Россия, 2011 г.); Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и металловедении (Россия, 2011 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials THERMEC 2013 (США, 2013 г.); 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, 2014 г.); 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (Япония, 2015 г.); 9th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials THERMEC 2016 (Австрия, 2016 г.); 15th International Conference on Aluminum Alloys (Китай, 2016 г.); «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2016).

Публикации:

Основное содержание диссертационной работы отражено в 15 работах, входящих в список ВАК, и 1 патенте.

Достоверность:

Достоверность результатов диссертационной работы обусловлена использованием современного научно-исследовательского оборудования, прошедшего аккредитацию и поверки; проведением испытаний в соответствии с действующими ГОСТами и международными стандартами ASTM; повторяемостью полученных результатов; а также сопоставимостью полученных результатов с литературными данными. Исследование проводилось на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

Благодарность:

Автор благодарен научному руководителю д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за помощь в планировании диссертационной работы, к.ф.-м.н. Миронову С.Ю., к.т.н. Могучевой А.А., к.т.н. Газизову М.Р. за плодотворное обсуждение полученных результатов и научные консультации, Тагирову Д.В., Ковалю Н.В., Кулицкому В.А. и Высоцкому И.В. за практическое содействие в работе и помощь в проведении экспериментов. Автор бесконечно признателен своей семье за терпение и поддержку.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Алюминиевые сплавы и их классификация

Алюминий обладает замечательными свойствами, которые объясняют широчайший спектр его применения. По объемам использования в самых разных отраслях промышленности он уступает только железу. Широкое применение алюминия в различных областях техники и быта связано с совокупностью его физических, механических и химических свойств: малой плотностью, коррозионной стойкостью в атмосферном воздухе, высокой тепло- и электропроводностью, пластичностью и сравнительно высокой прочностью. Оксидная пленка делает его устойчивым к коррозии, а значит, срок службы изделий из алюминия может быть очень долгим. Кроме того, к списку достоинств необходимо добавить высокую электропроводимость, нетоксичность и легкость в переработке. Он является одним из самых легких металлов – плотность чистого алюминия $2,7 \text{ г/см}^3$ [1,2]. Алюминий имеет гранцентрированную решетку с периодом $0,404 \text{ нм}$ и хорошую удельную электропроводность, составляющую 65% от электропроводности меди [1,2]. Благодаря тому, что плотность алюминия в три раза ниже плотности меди, алюминиевый провод эквивалентного сечения при заданной силе тока в два раза легче медного. Широкое практическое использование алюминия обусловлено его низкой плотностью и способностью образовывать большое число сплавов с различными элементами.

Чистый алюминий имеет довольно низкую прочность (около 10 МПа [1,3]). Однако, легирование алюминия другими элементами позволяет получать сплавы с различными свойствами. Наиболее широкое распространение в качестве легирующих элементов получили медь, магний, кремний, марганец, цинк, литий. Кроме этих элементов, используют еще около двух десятков легирующих добавок, которые позволяют добиться требуемых свойств.

В зависимости от способа получения изделий и полуфабрикатов алюминиевые сплавы разделяются на литейные и деформируемые. Оба этих класса разделяются на термически упрочняемые и термически неупрочняемые, в зависимости от способа упрочнения. В первом случае упрочнение достигается путем закалки и последующего старения за счет выделения частиц вторых фаз. В случае термически неупрочняемых алюминиевых сплавов основное упрочнение достигается за счет деформационного упрочнения.

Таблица 1.1 – Международная маркировка деформируемых алюминиевых сплавов

Серия	Система легирования и основные особенности
1XXX	Алюминий ($\geq 99\%$ по массе) Высокая пластичность Коррозионностойкий
2XXX	Al-Cu Наиболее широко используемые алюминиевые сплавы Термически упрочняемые
3XXX	Al-Mn Марганец обеспечивает повышение прочности за твердорастворного упрочнения или выделения мелких частиц второй фазы Термически неупрочняемые Коррозионностойкий
4XXX	Al-Si Термически неупрочняемые
5XXX	Al-Mg Термически неупрочняемые Упрочнение достигается за счет деформационной обработки и степени легирования магнием Относительно высокая пластичность Коррозионностойкий Хорошая свариваемость
6XXX	Al-Mg-Si Термически упрочняемые
7XXX	Al-Zn Термически упрочняемые Самая высокая прочность среди алюминиевых сплавов
8XXX	Сплавы алюминия с другими элементами

Классификация алюминиевых сплавов в различных странах отличается между собой. Зачастую она обусловлена историческими особенностями развития промышленности, а не какой-то определенной системой. В России для деформируемых сплавов принята цифровая маркировка из четырех цифр. Первая цифра показывает основу сплава (для алюминия 1). Вторая цифра обозначает систему легирования: 1 – сплавы системы Al-Cu-Mg; 2 – сплавы системы Al-Cu-Mn; 3 – сплавы системы Al-Mg-Si и Al-Mg-

Si-Cu; 4 – сплавы, легированные литием, а также малорастворимыми в алюминии компонентами Mn, Cr, Zr и др.; 5 – сплавы системы Al-Mg; 9 – сплавы системы Al-Zn-Mg и Al-Zn-Mg-Cu [2]. Третья и четвертая цифры – порядковый номер сплава. Однако, для деформируемых сплавов последняя цифра должна быть 0 или нечетная, а для литейных сплавов – четная. Для литейных алюминиевых сплавов используется система буквенно-цифровой маркировки: первая буква А показывает Al, следующие буквы – основные легирующие компоненты (К – кремний, М – медь, Mg – магний, Мц – марганец, Н – никель, Ц – цинк), числа, стоящие после букв, показывают среднее содержание данного элемента в массовых процентах.

Международная классификация для деформируемых алюминиевых сплавов была принята в 1970 году и используется в большинстве стран. Система основана на классификации Алюминиевой Ассоциации США [1]. Международная классификация деформируемых сплавов состоит из четырех цифр, первая из которых показывает основной легирующий элемент (таблица 1.1).

Вторая цифра показывает модификации сплава. Если сплав используется в том виде, в котором был разработан, то вторая цифра 0. Если же состав сплава был подвергнут каким-либо изменениям, используют цифры от 1 до 9. Последние две цифры используют для идентификации внутри серии. В сплавах серии 1XXX последние две цифры обозначают сотые доли содержания алюминия после запятой.

1.2 Классификация режимов термомеханической обработки алюминиевых сплавов

Для обозначения уровня механических свойств, которые были достигнуты в результате термомеханической обработки, в Международной классификации алюминиевых сплавов используют буквенно-цифровой суффикс после основных четырех цифр.

Сплавы, используемые в состоянии поставки или отожженном состоянии обозначаются буквами F и O, соответственно. Для термически неупрочняемых сплавов деформационное упрочнение обозначается буквой H. Первая цифра указывает на последующую термомеханическую обработку: 1 обозначает только холодную обработку; 2 – холодная обработка с частичным отжигом; 3 – холодная обработка со стабилизирующим отжигом. Вторая цифра после H указывает на степень упрочнения. Полностью упрочненное состояние достигается при 75% обжатии с полностью отожженного состояния при холодной деформации. Такое упрочненное состояние обозначается как H18. Индекс H12 соответствует упрочнению на четверть в вышеуказанном промежутке деформации. Индексы H14 и H16 показывают упрочнение на

половину и на три четверти, соответственно. При обработке H2 требуемый уровень свойств достигается за счет холодной деформации и последующего частичного отжига. Обработка H3 применяется только для сплавов системы Al-Mg, которые склонны к деградации свойств при комнатной температуре после холодной деформации. Для их стабилизации используют короткий нагрев до температур 120-175°C.

Несколько другая система обозначения обработки используется для термически упрочняемых сплавов. Основные обозначения следующие: T3 обозначает закалку и последующую холодную деформацию; T4 – закалка и последующее естественное старение; T5 – только искусственное старение; T6 – закалка и последующее искусственное старение; T7 – закалка и стабилизирующий отжиг; T8 – закалка, холодная деформация и последующее искусственное старение; T9 – закалка, искусственное старение и последующая холодная деформация; T10 – искусственное старение и последующая холодная деформация.

1.3 Природа и свойства сплавов систем Al-Mg-Zr и Al-Mg-Sc-Zr

Термически неупрочняемые сплавы системы Al-Mg (5XXX серия по международной классификации и 15XX – по отечественной) с хорошими прочностными свойствами получили широкое распространение благодаря высокой коррозионной стойкости и свариваемости [1,4]. В отожженном состоянии эти сплавы показывают низкий предел текучести от 90 до 160 МПа в зависимости от содержания магния [1,5]. Деформационное и твердорастворное упрочнения являются основными способами повышения прочности Al-Mg сплавов. В результате деформационной обработки можно повысить прочность Al-Mg сплавов в 1,5-3 раза [4,5]. Увеличение содержания магния до 6% приводит к повышению предела текучести до 400 МПа в состоянии H18 [1,5]. Однако, холодная деформация термически неупрочняемых сплавов значительно снижает их пластичность [1]. Методы интенсивной пластической деформации, например равноканальное угловое прессование, способствует повышению прочностных характеристик сплавов системы Al-Mg при сохранении достаточно высокой пластичности [3,6-13]. Так, например, в работе [7] показано, что предел прочности Al-3%Mg сплава с субмикронной структурой, полученной равноканальным угловым прессованием, сопоставим с термически упрочняемыми сплавами системы Al-Cu. Значения предела текучести и предела прочности достигают 400 и 420 МПа, соответственно, при пластичности около 9% в результате РКУ прессования в интервале температур от 20 до 200°C в сплавах серии 5XXX с содержанием магния от 1,5 до 3% [3,6,9-13]. Хорошо известно, что при интенсивной пластической деформации (ИПД) в материале достигается

определенный размер зерна, который не изменяется даже при достижении очень высоких деформаций [14,15]. Этот предельный размер зерна определяется подвижностью мало- и большеугловых границ. Введение частиц вторых фаз, которые эффективно закрепляют границы, является удачным методом уменьшения размера зерна, получаемого при ИПД [16], что в свою очередь приводит к повышению прочностных свойств сплава. К сожалению, упрочнение, полученное в результате деформационной обработки полуфабрикатов, полностью исчезает при последующем соединении этих полуфабрикатов между собой с помощью аргоно-дуговой сварки, которая является основным способом создания неразъемных соединений [1]. Подобная технология подразумевает расплавление соединяемых кромок полуфабрикатов, в результате чего прочность такого сварного соединения обычно не превышает 85% от прочности отожженного материала вне зависимости от типа деформационной обработки.

Небольшие добавки циркония способствуют повышению коррозионных свойств сплавов системы Al-Mg и приводят к формированию метастабильных частиц Al_3Zr . В работе [17] показано, как добавка Zr способствует зеренному измельчению в процессе РКУ прессования сплава Al-4,6%Mg-0,6%Mn благодаря формированию в материале некогерентных частиц Al_3Zr . Во время равноканального углового прессования размер зерна значительно меньше, чем в сплаве без добавления Zr. Кроме того, частицы Al_3Zr обеспечивают прирост прочности и повышают температуру рекристаллизации, стабилизируя УМЗ структуру [17-22]. Цирконий обладает низкой скоростью диффузии в алюминии, что способствует устойчивости дисперсоидов Al_3Zr вплоть до температуры $\sim 475^\circ C$, выше которой термодинамически метастабильная структура $L1_2$ укрупняется и трансформируется в равновесную структуру $D0_{23}$ [23,24]. Однако, низкий коэффициент диффузии приводит к неравномерному распределению частиц Al_3Zr в объеме сплава из-за микросегрегаций атомов циркония по границам дендритных ячеек в процессе кристаллизации [23,25]. Кроме того, цирконий обладает довольно большой растворимостью в алюминии – около 0,14% [26,27]. В связи с этим обычно объемная доля дисперсоидов Al_3Zr чрезвычайно мала.

Вместе с цирконием в Al-Mg сплавы вводят небольшие доли скандия, что приводит к формированию мелкодисперсных частиц $Al_3(Sc,Zr)$, сдерживающих процессы рекристаллизации [28-30]. Торможение рекристаллизационных процессов и стабилизация структуры вплоть до предплавильных температур [29,31] происходит за счет формирования когерентных частиц $Al_3(Sc,Zr)$ размерами от 5 до 25 нм [28,32]. Так же как и частицы Al_3Zr , дисперсоиды $Al_3(Sc,Zr)$ структурой $L1_2$. Кроме того, эти частицы способствуют дополнительному упрочнению сплава [32-34]. Введение этих добавок

приводят к приросту предела текучести и предела прочности более чем на 50% [28,32-40]. Несмотря на то, что эти частицы обладают высокой термостабильностью, в процессе интенсивной пластической деформации при повышенных температурах может происходить их коагуляция [28,41-45]. В процессе СТП, кроме роста частиц $Al_3(Sc,Zr)$ с 1,5 до 20 нм, происходит потеря когерентности [46]. Однако, авторы работы [47] обнаружили, что во время сварки трением с перемешиванием дисперсоиды $Al_3(Sc,Zr)$ не претерпевают никаких изменений. Кроме того, совместно введение скандия и циркония способствует значительному уменьшению зерна в алюминиевых сплавах в процессе кристаллизации [40].

Сплавы системы Al-Mg легируют небольшим количеством марганца для повышения коррозионной стойкости сплава, а также повышения его прочностных свойств за счет твердорастворного упрочнения. В ходе гомогенизационного отжига при высоких температурах происходит выделение крупных пластинчатых частиц Al_6Mn [48,49].

1.4 Механизмы упрочнения

Прочностные свойства металлов и сплавов определяются несколькими механизмами упрочнения, которые основаны на взаимодействиях дислокаций с дефектами в материале. Существует общее уравнение Холла-Петча, учитывающее все механизмы упрочнения в металлах и сплавах [50,51]:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_p + \sigma_{SS} + \sigma_d + \sigma_{GB}, \quad (1.1)$$

где σ_0 – предел текучести чистого алюминия, σ_p – вклад дисперсионного упрочнения, σ_{SS} – вклад твердорастворного упрочнения, σ_d – вклад дислокационного упрочнения и σ_{GB} – вклад зернограничного упрочнения.

Дисперсионное упрочнение. Данный вид упрочнения обусловлен взаимодействием подвижных дислокаций с частицами вторых фаз, присутствующих в материале. Характер взаимодействия, и, следовательно, степень упрочнения данного механизма зависит от природы частиц вторых фаз. Существуют два типа преодоления частиц подвижными дислокациями – огибание и перерезание. В первом случае вклад дисперсионного упрочнения описывается уравнением Орована [3,52]:

$$\sigma_{Op} = \frac{0,4MGb}{\pi\lambda\sqrt{1-\nu}} \ln\left(\frac{d_q}{b}\right), \quad (1.2)$$

где M – фактор Тейлора, G – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, λ – эффективное расстояние между частицами, ν – коэффициент Пуассона и d_q – средний диаметр частиц. Эффективное расстояние между частицами измеряется как [53]:

$$\lambda = 0,4155\left(\frac{F_v}{\pi r^3}\right)^{-1/3}, \quad (1.3)$$

где F_v – количество частиц в единице объема, r – средний радиус частиц.

При перерезании частиц происходит увеличение площади поверхности между матрицей и частицей. В этом случае вклад в упрочнение будет возникать за счет формирования новой межфазной границы [37]:

$$\sigma_p = M \frac{\gamma^{1,5}}{b^2} \left(\frac{rf}{G}\right)^{0,5}, \quad (1.4)$$

где γ – энергия межфазной границы, f – объемная доля частиц второй фазы.

Трение кристаллической решетки при движении дислокаций. Данный вид упрочнения обусловлен взаимодействием подвижных дислокаций с атомами искаженной решетки и растворенными атомами, вызвавшими это искажение [3,54]. Упрочнение, которое обеспечивает данный механизм, в общем виде можно описать следующим образом [3,54,56]:

$$\sigma_{SS} = HC^n, \quad (1.5)$$

где C – это концентрация растворенного элемента в матрице, H и n – константы. Параметр n может варьироваться в интервале от 0,5 до 0,75 [3,54]. Как видно из уравнения, чем больше концентрация растворенного элемента, тем выше упрочнение. Механизм твердорастворного упрочнения является основным в термически неупрочняемых алюминиевых сплавах 1XXX, 3XXX и 5XXX серий [3,54].

Дислокационное упрочнение. Данный вид упрочнения связан с наличием дислокаций в зернах и кристаллитах. Этот тип упрочнения характерен для материалов, подвергнутых деформации [3], и описывается следующим уравнением [3,50,56,57]:

$$\sigma_d = M\alpha Gb\sqrt{\rho_0 + \rho_{\text{МУГ}}}, \quad (1.6)$$

где α – коэффициент приблизительно равный 0.24 для алюминиевых сплавов [3,7,50,57], ρ_0 – плотность дислокаций в теле кристаллитов, $\rho_{\text{МУГ}}$ – плотность дислокаций, накопленных в малоугловых границах [3,50,56-59]. Значение этой плотности может быть рассчитано следующим образом [3,50,57]:

$$\rho_{\text{МУГ}} = \frac{3\theta_{\text{МУГ}}}{bd_{\text{МУГ}}}, \quad (1.7)$$

где $\theta_{\text{МУГ}}$ – разориентировка малоугловых границ дислокационного происхождения, $d_{\text{МУГ}}$ – расстояние между этими границами.

Зернограничное упрочнение. В алюминии и его сплавах пластическая деформация осуществляется благодаря движению дислокаций. Когда дислокации достигают границ зерен и кристаллитов, их скольжение не может быть продолжено из-за разной ориентировки систем скольжения между соседними кристаллитами. Таким образом, границы зерен и кристаллитов являются преградой для движения дислокаций, которые скапливаются возле границ зерен и кристаллитов [3]. Следовательно, расстояние, на

которое подвижная дислокация может переместиться до достижения границы зерна или кристаллита, уменьшается с уменьшением размера зерна, что приводит к упрочнению. Данный вид упрочнения называют зернограницным и описывается уравнением Холла-Петча [3,60-62]:

$$\sigma_{GB} = \sigma_0 + kd^{-m}, \quad (1.8)$$

где k – коэффициент Холла-Петча, d – средний размер зерна, m – коэффициент равный 0,5 [3]. Для сплавов системы Al-Mg коэффициент Холла-Петча обычно находится в интервале от 0,06 до 0,15 МПа×м^{1/2} [63,64]. В некоторых случаях коэффициент Холла-Петча может достигать значений от 0,15 до 0,26 МПа×м^{1/2}. При холодной деформации происходит формирование большого количества малоугловых границ, вклад которых также учитывают в уравнение Холла-Петча [65]. В этом случае оно приобретает следующий вид:

$$\sigma_{МУГ} = \sigma_0 + (M\alpha G\sqrt{3b\theta_{МУГ}})d_{МУГ}^{-0,5}. \quad (1.9)$$

1.5 Методы интенсивной пластической деформации

Размер зерна является ключевым микроструктурным фактором, влияющим на все аспекты физического и механического поведения поликристаллических металлов. Таким образом, контроль размера зерна является эффективным путем получения материалов с заданными свойствами. Большинство упомянутых свойств повышается с уменьшением размеров зерна. Гонка по получению материалов с улучшенными свойствами никогда не заканчивается, попытки разработать новые методы измельчения структуры продолжают. Подходящим методом измельчения структуры является интенсивная пластическая деформация (ИПД). Современные методы ИПД берут свое начало в работах П. В. Бриджмена, который разработал научные основы и методы обработки материалов с помощью комбинирования высокого гидростатического давления и сдвиговой деформации [66,67].

Методы ИПД получили широкое распространение благодаря возможности получения ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в крупноразмерных заготовках, открывая возможность их использования в промышленности. Понятие ультрамелкозернистой структуры включает в себя понятия микронной (размер зерна от 1 до 10 мкм), субмикронной (размер зерна от 0,1 до 1 мкм) и нанокристаллической структуры (размер зерна менее 0,1 мкм) [68]. В настоящее время существует множество методов ИПД, позволяющие получать материалы с УМЗ структурой. Основными

являются следующие: равноканальное угловое прессования, кручение под давлением, многократная прокатка, всесторонняя ковка и винтовая экструзия [56,68,69].

1.5.1 Равноканальное угловое прессование

Равноканальное угловое прессование (РКУП), иногда называемое равноканальной угловой экструзией, наиболее развитый метод ИПД (рисунок 1.1) [62,68]. Для его осуществления используют матрицу с пересекающимися каналами. Размеры поперечного сечения и его форма совпадает с размерами и формой поперечного сечения канала. Сдвиговая деформация осуществляется при прохождении заготовки через пересечение двух каналов матрицы. При этом поперечное сечение заготовки не изменяется, что позволяет осуществлять многократное повторение процесса, накапливая необходимую степень деформации. В общем виде степень деформации при таком методе ИПД рассчитывается следующим образом [68,70]:

$$\varepsilon = N \frac{2}{\sqrt{3}} \cot(\phi), \quad (1.10)$$

где N – количество проходов РКУП, ϕ – угол пересечения каналов матрицы.

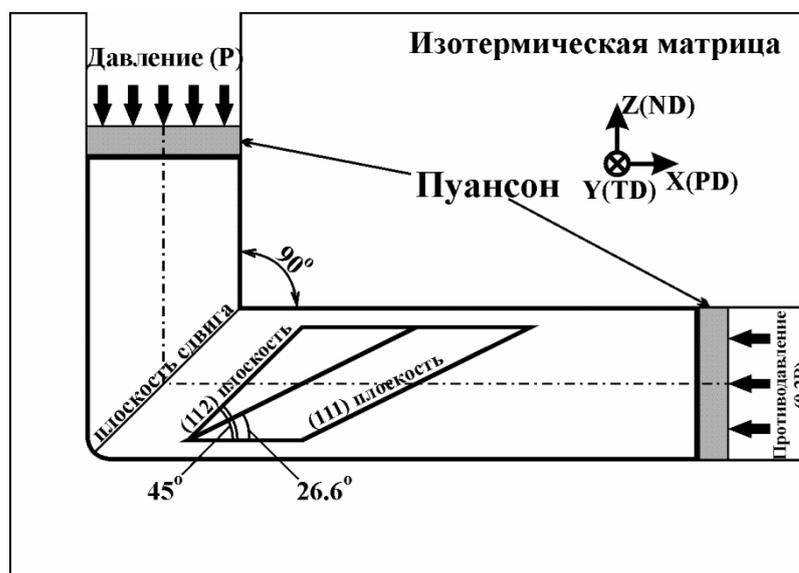


Рисунок 1.1 – Схематическое изображение РКУП. PD – направление прессования (НП), ND – направление нормали (НН), TD – поперечное направление (ПН)

Иногда при расчете степени деформации стараются учесть и угол скругления каналов [56,62,71]:

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right], \quad (1.11)$$

где ψ – угол скругления каналов. Степень деформации, получаемая заготовкой, в большей степени зависит от угла пересечения каналов и в меньшей – от угла скругления этих каналов. Наиболее оптимальным результатом считается использование матрицы с углом пересечения каналов 90° [56,72]. Такая конфигурация позволяет получать степень деформации заготовки при каждом проходе близком к единице и минимизировать влияние угла скругления каналов [56,71].

В процессе РКУП в материале могут быть задействованы различные системы скольжения благодаря вращению заготовки вокруг оси прессования между проходами. На практике различают четыре основных маршрута РКУП (рисунок 1.2) [62,73,74]:

Маршрут А: заготовка не вращается вокруг оси прессования между проходами;

Маршрут В_А: заготовка поворачивается после каждого прохода на 90° вокруг оси прессования в противоположных направлениях;

Маршрут В_С: после каждого прохода заготовка вращается вокруг оси деформации на 90° в одном направлении;

Маршрут С: после каждого прохода заготовка вращается на 180° вокруг оси деформации.

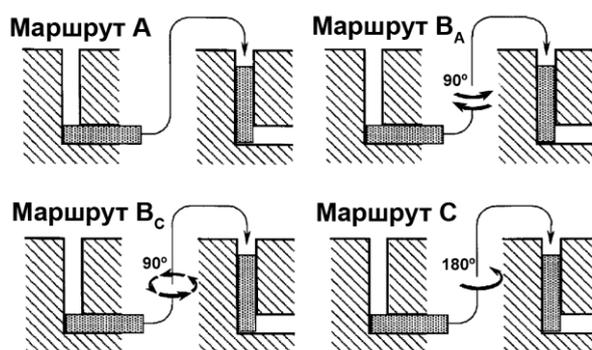


Рисунок 1.2 – Маршруты РКУП [56]

Разница между этими маршрутами заключается в изменении направлении сдвига в материале и, соответственно, использовании систем скольжения сдвиговой деформации материала, что сказывается на формировании однородной и равноосной УМЗ структуры [75-77]. Исследования РКУП металлов с ГЦК решеткой показали, что наиболее оптимальным для получения равноосной УМЗ структуры является маршрут В_С [77,78].

1.5.2 Сварка трением с перемешиванием

Сварка трением с перемешиванием (СТП) была разработана в Британском институте сварки в 1991 году как новый метод соединения материалов в твердофазном

состоянии [79,80]. По своей сути СТП является методом интенсивной пластической деформации. В процессе сварки трением с перемешиванием вращающийся инструмент, состоящий из плечиков и пина, внедряется в стык между пластинами (рисунок 1.3). Сторона сварного соединения, на которой направление вращения инструмента совпадает с направлением его движения (подачи) называется сторона отступления, а другая сторона называется стороной набегания. Основной особенностью сварочного инструмента является пин, который выступает из плечиков. Обычно его длина несколько меньше толщины соединяемых пластин. Конфигурация пина, как и поверхность плечиков может сильно различаться в зависимости от соединяемых материалов и требуемых свойств [79-81]. Внедрение инструмента в материал пластин происходит таким образом, чтобы плечики плотно прилегали к поверхности пластин. Во время СТП, благодаря вращению и действию прижимной силы, обеспечивающей прилегание плечиков к материалу, происходит выработка тепла за счет сил трения. Это тепло разогревает материал пластин, что приводит к его размягчению вокруг сварочного инструмента. При движении инструмента пин осуществляет перенос и перемешивание материала. В процессе материал подвергается интенсивной пластической деформации при повышенной температуре, в результате чего происходит формирование рекристаллизованной УМЗ структуры [79-85].

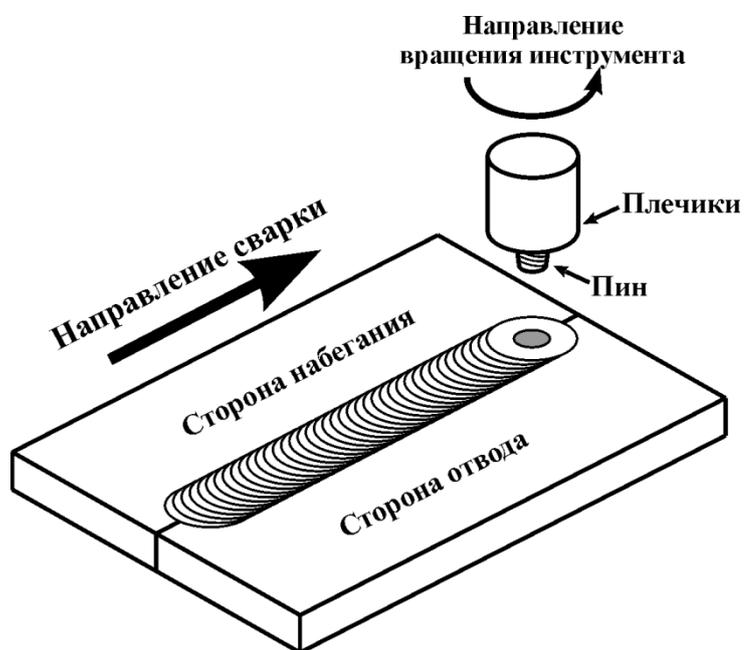


Рисунок 1.3 – Схематическое изображение процесса сварки трением с перемешиванием

Несмотря на выделение большого количества тепла в процессе сварки трением с перемешиванием, расплавление материала не происходит. Пределы максимальной температуры находятся ниже точки плавления соединяемых материалов. Некоторые

измерения, выполненные с помощью термопары, внедренной в материал вблизи сварочного инструмента, показывают, что температура не поднимается выше 500°C для алюминиевых сплавов [86-88].

По сравнению с традиционными методами соединения материалов, сварка трением с перемешиванием обладает рядом преимуществ. СТП является «зеленой» технологией благодаря низкому энергопотреблению и экологичности. По сравнению с расплавленными методами сварки, сварка трением с перемешиванием потребляет значительно меньше энергии. При СТП не используются защитные газы и флюсы, что делает ее безопаснее для оператора станка сварки. Также не используются присадочные материалы. При помощи СТП можно успешно соединять не только трудносвариваемые материалы, но металлы в различных сочетаниях, а также соединять композитные материалы [79-81,89-91]. Благодаря тому, что при СТП не происходит расплавление материала, шов не испытывает коробления, отсутствуют горячие поры и трещины. Формирование УМЗ структуры обеспечивает высокие механические свойства сварного соединения по сравнению с традиционными методами сварки.

1.5.2.1 Структура сварных швов

Из-за особенностей процесса и течения материала при СТП, сварной шов является несимметричным с хорошо различимыми в оптический микроскоп различными зонами (рисунок 1.4): зона перемешивания (ЗП), зона термомеханического влияния (ЗТМВ), зона термического влияния (ЗТВ) и зона основного материала (ЗОМ).

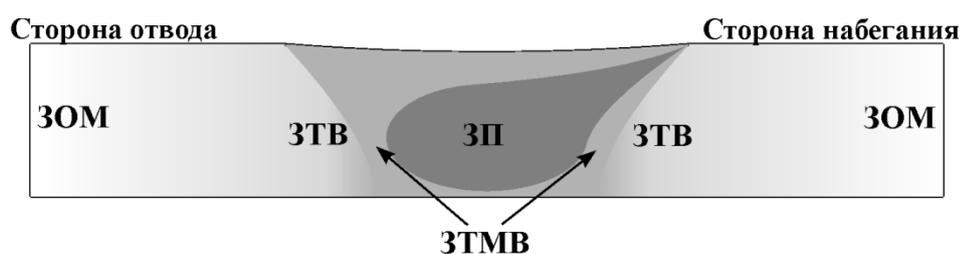


Рисунок 1.4 – Классификация микроструктурных зон в шве, полученном сваркой трением с перемешиванием. ЗП – зона перемешивания, ЗТМВ – зона термомеханического влияния,

ЗТВ – зона термического влияния, ЗОМ – зона основного материала

Зона перемешивания. В этой зоне материал подвергается интенсивной пластической деформации и я пластическая деформация и тепло, выделяющее при трении в процессе СТП, приводят к формированию рекристаллизованной равноосной мелкозернистой структуры в зоне перемешивания. Рекристаллизованные зерна, обычно,

содержат низкую плотность дислокаций [82,83]. Однако, есть работы, в которых в мелких рекристаллизованных зернах в зоне перемешивания наблюдали большое количество субграниц [92], субзерен [93] и высокую плотность дислокаций [94]. Форма и внешний вид зоны перемешивания зависят от параметров СТП, дизайна сварочного инструмента, температуры материала и его проводимости. При некоторых параметрах СТП в этой зоне появляются так называемые «луковые кольца» [81]. Параметры сварки трением с перемешиванием или обработки трением с перемешиванием (ОТП), дизайн инструмента, состав материала, его температура, прижимная сила и активное охлаждение оказывают сильное влияние на размер рекристаллизованных зерен. Наиболее типичный размер зерен для алюминиевых сплавов находится в интервале от 1 до 10 микрон. Ультрамелкозернистая структура формируется в ЗП при использовании активного охлаждения [85,95] или специального инструмента [96-98].

В алюминиевых сплавах наблюдается несколько процессов динамической рекристаллизации: прерывистая динамическая рекристаллизация, непрерывная динамическая рекристаллизация и геометрическая динамическая рекристаллизация [53, 99-104]. Обычно, прерывистая динамическая рекристаллизация не происходит в алюминии и его сплавах благодаря высокой энергии дефекта упаковки [99,103]. Однако, прерывистая динамическая рекристаллизация наблюдается в термоупрочняемых алюминиевых сплавах с достаточно крупными частицами вторых фаз ($>0,6$ мкм) [99-104]. Этот тип рекристаллизации характеризуется появлением новых зерен на исходных большеугловых границах и высокой скоростью миграции границ [53]. Непрерывная динамическая рекристаллизация характерна для промышленных алюминиевых сплавов, обладающих сверхпластическими свойствами [105-109], а также двухфазных аустенитных сталей [110-112].

Зона термомеханического влияния. Эта область расположена между основным материалом и зоной перемешивания (рисунок 1.4). Как и в зоне перемешивания, материал в этой зоне пластически деформируется и подвергается воздействию температуры в процессе СТП/ОТП. Однако, степень деформации структуры в ЗТМВ значительно ниже, чем в зоне перемешивания. В результате, в ЗТМВ вместо измельчения наблюдается вытягивание исходных зерен вокруг ЗП. Однако теплового воздействия на материал в этой зоне достаточно для растворения частиц вторых фаз [92,113]. Кроме того, зерна в ЗТМВ содержат большое количество субграниц [92].

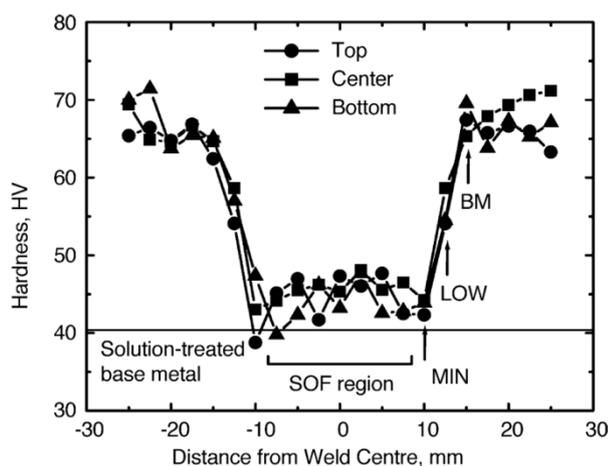


Рисунок 1.5 – Профиль микротвердости поперечного сечения шва алюминиевого сплава 6063-T5, полученного сваркой трением с перемешиванием [92]

Зона термического влияния. Вблизи ЗТМВ расположена зона термического влияния. Материал в этой зоне подвергается воздействию только температуры. Для термоупрочняемых алюминиевых сплавов авторы работы [114] определяют ЗТВ как область материала, которая подвергается воздействию температуры свыше 250°C. В этой зоне зеренная структура идентична структуре основного материала. Однако воздействие температуры свыше 250°C приводит к значительным изменениям в частицах вторых фаз.

1.5.2.2 Механические свойства сварных швов

Твердость. Как было описано выше, в процессе сварки трением с перемешиванием в материале происходят значительные фазовые и структурные изменения, что также сказывается на механических свойствах материала. Большое количество работ показывают, что изменения в твердости сварных швов различны для термически упрочняемых и термически неупрочняемых сплавов. В термически упрочняемых сплавах приводит к снижению твердости в центре шва [83,85,91,92,115,116]. Это связано с коагуляцией и растворением упрочняющих частиц при воздействии повышенной температуры в процессе СТП [83,85,91,92,115,116]. Авторы работы [92] проводили исследования по изучению влияния формирующейся структуры на профиль микротвердости сварного соединения алюминиевого сплава 6063-T5. Он показал, что на значение твердости в сварном соединении в большей степени влияет фазовый состав, чем зеренная структура. На рисунке 1.5 представлен профиль микротвердости сварного шва алюминиевого сплава 6063-T5 в поперечном сечении. Хорошо видно, что по сравнению с основным материалом в состоянии T5, сварка трением с перемешиванием приводит к значительному падению микротвердости. Наименьшее значение микротвердости

наблюдается на расстоянии 10 мм от центра сварного шва. Авторы работы [92] обозначили несколько ключевых точек на профиле микротвердости: ВМ (значения микротвердости совпадают с микротвердостью основного материала), LOW (микротвердость ниже микротвердости основного материала), MIN (область наименьшей микротвердости) и SOF (область размягченного материала), и изучил в них структуру. Как видно на рисунке 1.6 в ВМ, LOW и MIN точках наблюдаются два типа частиц – игольчатые частицы около 40 нм в длину, которые частично или полностью когерентны с матрицей, и крупные вытянутые частицы длиной около 200 нм, некогерентные с матрицей. Механические свойства сплава 6063 в значительной степени зависят от удельной доли мелких игольчатых частиц и слабо зависят от удельной доли крупных вытянутых частиц [117,118]. Авторы работы [92] показали, что микроструктура (тип, размер и удельная доля частиц) на краю сварного соединения в точке ВМ идентична исходному материалу (рисунок 1.6), что объясняет одинаковый уровень микротвердости. В точке LOW удельная доля игольчатых частиц значительно снижается, тогда как удельная доля крупных вытянутых частиц возрастает (рисунок 1.6). Это явление приводит к снижению твердости в точке LOW. В точке MIN наблюдаются только крупные вытянутые частицы с низкой удельной долей (рисунок 1.6). Таким образом, наблюдается не только растворение мелких игольчатых частиц, но и отсутствие твердорастворного упрочнения, которое должно повышаться при растворении частиц, за счет формирования крупных вытянутых частиц, что в совокупности приводит к падению твердости в точке MIN. В области SOF, не обнаружено каких-либо частиц вторых фаз (рисунок 1.6). Авторы работы [92] полагают, что небольшой прирост твердости по сравнению с материалом, подвергнутом обработке на твердый раствор (горизонтальная линия на рисунке 1.6), объясняется зерненным измельчением и большим количеством субграниц.

В термически неупрочняемых алюминиевых сплавах, основной механизм упрочнения в которых твердорастворный, сварка трением с перемешиванием не приводит к размягчению сварного шва [90,119,120]. В сплаве 5083-О, содержащим небольшое количество частиц второй фазы, профиль микротвердости выглядит практически однородным [119,120], тогда как в сплаве 1080-О, не имеющим частиц второй фазы, микротвердость зоны перемешивания немного выше, чем у основного материала, а максимум микротвердости наблюдается в ЗТМВ [119]. Микроструктурные факторы, определяющие значение микротвердости в СТП соединениях термически неупрочняемых алюминиевых сплавов, были рассмотрены в нескольких работах [90,119,120]. В работе [120], посвященной микроструктуре и свойствам сварке трением с перемешиванием сплава 5083-О, авторы показали, что зона перемешивания состоит из мелких равноосных

зерен с низкой удельной долей крупных (от 1 до 10 мкм) частиц и высокой удельной долей мелких (от 0,1 до 1 мкм) частиц. Они полагают, что вид профиля микротвердости главным образом зависит от плотности дислокаций, так как в сплаве 5083-О деформационное упрочнение является основным механизмом упрочнения. Авторы работы [119] показали, что в сплаве 5083-О в процессе СТП в мелких рекристаллизованных зернах в зоне перемешивания и в зернах в ЗТМВ плотность дислокаций немного выше, чем в основном материале. В ЗП и в зоне основного материала присутствуют мелкие и крупные частицы $Al_6(Mn,Fe)$. Авторы работы [119] сделали вывод, что вид профиля микротвердости нельзя объяснить только уравнением Холла-Петча, еще требуется учитывать механизм упрочнения по Оровану, так как упрочнение, создаваемое мелкими частицами, начинает играть существенную роль. При этом, расстояние между частицами становится значительно меньше, чем размер зерна в зоне перемешивания. В сплаве 1080-О зона перемешивания состоит из рекристаллизованных зерен с низкой плотностью дислокаций, тогда как ЗТМВ состоит из зерен, содержащих субграницы [119]. Упрочнение в этом случае объясняется зерненным, субструктурным упрочнением и упрочнением за счет частиц второй фазы.

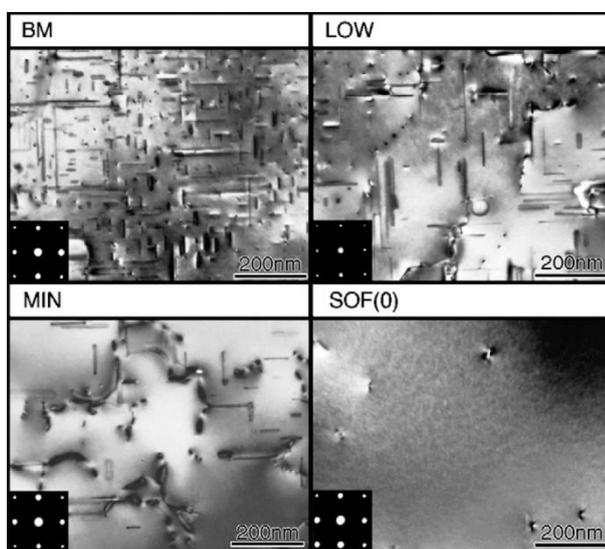


Рисунок 1.6 – Изображения ПЭМ сварного шва 6063-Т6, полученные в точках, соответствующие точкам, отмеченным на рисунке 1.5 [92]

Вид профиля микротвердости термически неупрочняемых сплавах, подвергнутых деформационной обработке (Н1ХХ, Н2ХХ или Н3ХХ) и соединенных СТП, схож с профилем термически упрочняемых сплавов (рисунки 1.5 и 1.7). Как видно из профиля, выделяемое в процессе СТП тепло приводит к отжигу сплава 5083-Н321, что снижает

прочность полученного сварного шва. Минимум микротвердости наблюдается на краях сварного шва.

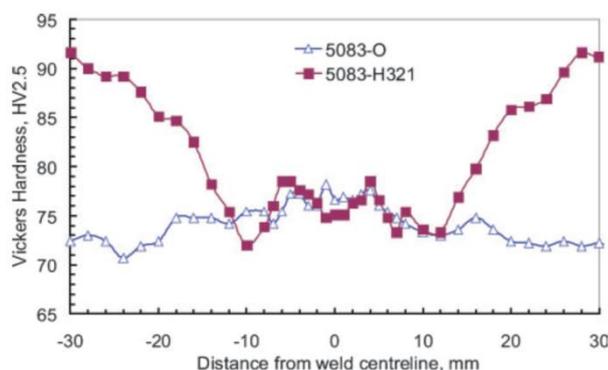


Рисунок 1.7 – Профиль микротвердости поперечного сечения шва алюминиевого сплава 5083-О и 5083-Н321, полученного сваркой трением с перемешиванием [79]

Прочность и пластичность. СТП/ОТП приводит к значительным микроструктурным изменениям как внутри зоны перемешивания, так и в прилегающих областях, таких как ЗТМВ и ЗТВ. Это сопровождается заметными изменениями в механических свойствах сварных швов: прочность, пластичность, усталость, ударная вязкость и пр.

Авторы работы [87] изучали влияние СТП на статические механические свойства при комнатной температуре алюминиевого сплава 7075-Т651. Образцы для испытаний на растяжение были вырезаны из сварного шва в двух направлениях – параллельно (продольные образцы) и перпендикулярно (поперечные образцы) направлению сварки (движению инструмента). Рабочая часть образцов, вырезанных вдоль направления сварки, содержали только зону перемешивания, состоящую из рекристаллизованных зерен, тогда как образцы, вырезанные поперек направления сварки, содержали все зоны сварного соединения – основной материал, ЗТВ, ЗТМВ и ЗП. Продольные образцы в послесварочном состоянии без какой-либо термической обработки показали более низкий предел текучести (365 МПа) и предел прочности (525 МПа) по сравнению с показателями исходного материала (предел текучести – 571 МПа, предел прочности – 622 МПа). Пластичность осталась на том же уровне (около 15%). Авторы работы [87] связывают снижение прочности в зоне перемешивания с уменьшением плотности дислокаций и растворением мелких упрочняющих частиц [82]. Для повышения прочностных свойств зоны перемешивания авторы провели послесварочную термическую обработку продольных образцов (121°C / 24 ч) [87]. В результате этого предел текучести вырос до 455 МПа, однако предел прочности и пластичность понизились до 496 МПа и 3,5%,

соответственно. Прирост предела текучести связан с увеличением объемной доли упрочняющих частиц, тогда как падение пластичности объясняется как увеличением объемной доли частиц второй фазы, так и образованием в приграничных областях зон, свободных от выделений [87]. Поперечные образцы, содержащие все зоны сварного шва, показали значительное снижение прочности и пластичности по сравнению как с исходным материалом, так и с продольными образцами – предел текучести составил 312 МПа, предел прочности 468 МПа, а пластичность упала до 7,5%. Послесварочная термическая обработка привела к еще большему снижению предела прочности до 447 МПа и пластичности до 3,5%. В обоих состояниях поперечные образцы разрушились в зоне термического влияния. Деформация рабочей части этих образцов происходила неравномерно за счет структурных и фазовых особенностей каждой зоны сварного шва, как было показано выше. ЗТВ имеет наименьшую прочность из-за сильной коагуляции частиц и появлению зон, свободных от выделений. Таким образом, в процессе растяжения деформация, главным образом, происходит в зоне термического влияния.

Авторы работы [119] провели аналогичную работу по изучению свойств сварных соединений алюминиевого сплава 6063-T5. Они изучили свойства сварного соединения на образцах, вырезанных поперек направления сварки и включающих в себя все зоны сварного шва. Были изучены свойства сразу после сварки, после старения ($175^{\circ}\text{C} / 12 \text{ ч}$) и после обработки на твердый раствор с закалкой и последующим старением ($530^{\circ}\text{C} / 1 \text{ ч} + 175^{\circ}\text{C} / 12 \text{ ч}$). Как и в случае СТП швов сплава 7075-T651, наименьшую прочность и пластичность показали швы сразу после сварки. Послесварочное старение привело к росту прочности до уровня, немного превышающего прочность основного материала, и увеличению пластичности. Образцы, подвергнутые послесварочной закалке с последующим старением, показали наибольшую прочность и практически полное восстановление пластичности до уровня исходного материала. Основная деформация во время растяжения образцов наблюдается на расстоянии 5-6 мм от центра сварного соединения в области MIN, что приводит к низкой пластичности шва и его разрушению в этой области [119]. Коэффициент прочности сварного соединения для термически упрочняемых алюминиевых сплавов обычно составляет от 65% до 96% [87,100,119,121-123].

В термически неупрочняемых сплавах в отожженном состоянии коэффициент прочности сварного соединения может составлять 95-119% [41,79-81,120,124-126]. В упрочненном состоянии H1XX, H2XX или H3XX, прочность сварного соединения относительно низка [127,128], разрушение обычно происходит в центре шва, где твердость наименьшая. Это происходит, главным образом, за счет рекристаллизации,

которая происходит в процессе СТП [47,79,126,129], как уже отмечалось выше. Так, например, в сплаве AA5083 в состоянии H18 коэффициент прочности сварного соединения падает до 47% [126,127], тогда как в сплавах AA5450H116 и AA5052H116 коэффициент прочности сварного соединения снижается до 60% [41,128]. Иногда разрушение происходит по дефектам, которые появляются в зоне перемешивания, но, несмотря на это, пластичность сварного соединения может достигать 90% от пластичности исходного материала [79].

Выше уже отмечалось, что небольшие добавки скандия и циркония в сильнодеформированных сплавах Al-Mg системы повышают термическую стабильность структуры и сдерживают процессы рекристаллизации за счет формирования когерентных частиц $Al_3(Sc,Zr)$. Максимальная температура материала в процессе СТП не превышает 500°C [79]. Эта температура ниже температуры растворения частиц $Al_3(Sc,Zr)$, которые сохраняются во время сварки. Однако интенсивная пластическая деформация при средних температурах может приводить к интенсивной коагуляции этих частиц, что приводит к деградации свойств Al-Mg-Sc сплавов и снижению термической стабильности структуры [28,41-45]. В настоящее время существует очень ограниченное число работ, посвященных влиянию СТП на эволюцию частиц $Al_3(Sc,Zr)$.

1.6 Постановка задач исследования

Согласно анализу литературных данных, существует возможность получить неразъемные сварные соединения ультрамелкозернистых листов сплавов системы Al-Mg с сохранением высоких механических свойств методом сварки трением с перемешиванием. В ряде работ показано, как с помощью равноканального углового прессования в сплавах системы Al-Mg можно сформировать ультрамелкозернистую структуру и получить объемные заготовки с высокими прочностными свойствами. С помощью прокатки при той же температуре, что и температура прессования, можно получить листы с ультрамелкозернистой структурой и высокими прочностными свойствами. Кроме получения листов из сплавов Al-Mg с высокими прочностными свойствами, необходимо решить задачу производства неразъемных конструкций из них с близким к равнопрочному сварным соединением. Наиболее распространенным методом соединения сплавов Al-Mg является аргодуговая сварка. Однако, этот способ сварки не применим к полуфабрикатам с УМЗ структурой, так как при использовании сварки плавлением в сварном шве формируется дендритная структура, что приводит к существенному увеличению размера зерен, а также имеет место укрупнение наночастиц вторых фаз. В результате прочность сварного соединения значительно ниже, чем прочность основного

материала. Использование сварки трением с перемешиванием, которая основана на ИПД при повышенной температуре, позволяет решить эту проблему. в сварном шве формируется мелкозернистая или ультрамелкозернистая структура (УМЗ), которая обеспечивает высокие механические свойства. Сочетание использования упрочненных листов методом либо ТМО, либо с использованием РКУП со СТП позволяет создать технологию производства высокопрочных сварных конструкций из Al-Mg сплавов, что имеет важное практическое значение.

На основании вышеизложенного были поставлены следующие задачи:

1. Изучить влияние размера и формы частиц вторых фаз, а также их природы и типа межфазных границ на эволюцию структуру и механические свойства в процессе деформации методом РКУП при повышенной температуре ($T_d \sim 0,65T_{пл}$).
2. Выявить механизм формирования ультрамелкозернистой структуры при интенсивной пластической деформации при повышенной температуре.
3. Установить влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сварных соединений листов с крупнозернистой, мелкозернистой и ультрамелкозернистой исходной структурой.
4. Установить механизмы, ответственные за упрочнение при формировании мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры в процессе РКУП и СТП.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследований

В качестве материала исследований были выбраны сплавы серии 15XX (5XXX по Международной классификации) системы Al-Mg с добавками Zr и Sc – 1561 и 1570С. Химический состав сплава 1561 и 1570С приведен в таблицах 2.1 и 2.2, соответственно. Сплав 1561 был изобретен в середине прошлого века и аналогичен по своему химическому составу сплаву AA5083, за исключением добавки циркония. Сплав 1570С был разработан в ОАО ВИЛС. Оба сплава были получены методом полунепрерывного литья. Определение химического состава осуществляли с помощью оптико-эмиссионного анализатора Foundry Master UVR.

Таблица 2.1 – Химический состав алюминиевого сплава 1561 (в масс. %)

Mg	Mn	Zr	Si	Fe	Al
5,4	0,5	0,1	0,12	0,014	Ост.

Таблица 2.2 – Химический состав алюминиевого сплава 1570С (в масс. %)

Mg	Mn	Sc	Zr	Ti	Fe	Si	Al
5,4	0,37	0,2	0,09	0,29	0,07	0,04	Ост.

Сплав 1561 был подвергнут двум различным режимам гомогенизации – низкотемпературному и высокотемпературному. Согласно первому режиму гомогенизации (ГО1) сплав был отожжен при 360°C в течение 6 часов. Далее сплав 1561, подвергнутый этому режиму, обозначен как 1561-ГО1. Высокотемпературный режим гомогенизации (ГО2) включал в себя две ступени – выдержка при 440°C в течение 4 часов и 500°C в течение 8 часов. Нагрев сплава между степенями осуществляли со скоростью 0,5°C/мин. Далее сплав 1561, подвергнутый этому режиму, обозначен как 1561-ГО2. В обоих случаях после гомогенизации сплав охлаждали вместе с печью.

Сплав 1570С гомогенизировали при 360°C в течение 8 часов с последующим охлаждением вместе с печью. После гомогенизации полуфабрикаты были экструдированы при 380°C со степенью обжатия ~75% (истинная степень деформации ~1,3).

Контроль температуры гомогенизации осуществляли с помощью термопары с точностью $\pm 5^\circ\text{C}$.

2.2 Экспериментальные методики

2.2.1 Равноканальное угловое прессование

Заготовки для РКУП вырезали из гомогенизированных слитков сплавов 1561 и 1570С. Для проведения структурных исследований и механических испытаний вырезали заготовки сечением $20 \times 20 \text{ мм}^2$ и длиной 100 мм, для проведения последующей прокатки – сечением $180 \times 40 \text{ мм}^2$ и длиной 180 мм. Для заготовок сплава 1570С продольная сторона совпадала с направлением экструзии.

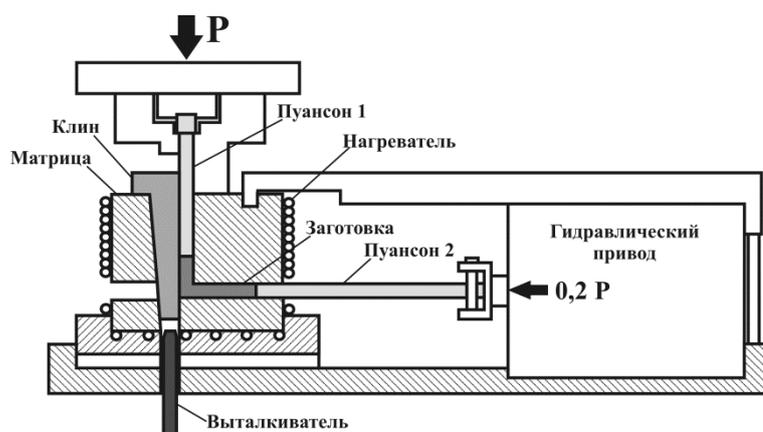


Рисунок 2.1 – Схематическое изображение оснастки для проведения равноканального углового прессования

Для РКУП заготовок сплавов 1561 и 1570С использовали два изотермических штампа с сечением каналов $20 \times 20 \text{ мм}^2$ и $180 \times 40 \text{ мм}^2$ (рисунок 2.1). Оба штампа имели L-образную конфигурацию каналов, угол между которыми был равен $\phi=90^\circ$. Внешний радиус скругления каналов ψ составлял $\sim 1 \text{ мм}$. Согласно формуле 1.11 истинная степень деформации приблизительно равнялась 1. Суммарная истинная степень деформации равнялась количеству проходов РКУП. Для заготовок квадратного сечения $20 \times 20 \text{ мм}^2$ использовали маршрут V_C [62,73,74] и количество проходов прессования 1, 2, 4, 6, 8 и 12. Для заготовок прямоугольного сечения $180 \times 40 \text{ мм}^2$ использовали маршрут V_{CZ} и 12 проходов. Основное отличие этого маршрута от V_C заключается в том, что поворот заготовки на 90° производят вокруг оси Z (рисунок 2.2). Перед началом РКУП заготовки выдерживали в печи при температуре 300°C в течение 30 минут. Матрица была разогрета до той же температуры. Контроль температуры печи и матрицы осуществляли с помощью термопары с точностью $\pm 5^\circ\text{C}$. Для обеспечения целостности заготовки во время прессования с помощью гидравлического привода создавали противодействие равное 20%

от усилия прессования (рисунок 2.1). Скорость прессования составляла ~3 мм/с. После окончания прессования все заготовки охлаждали в воде.

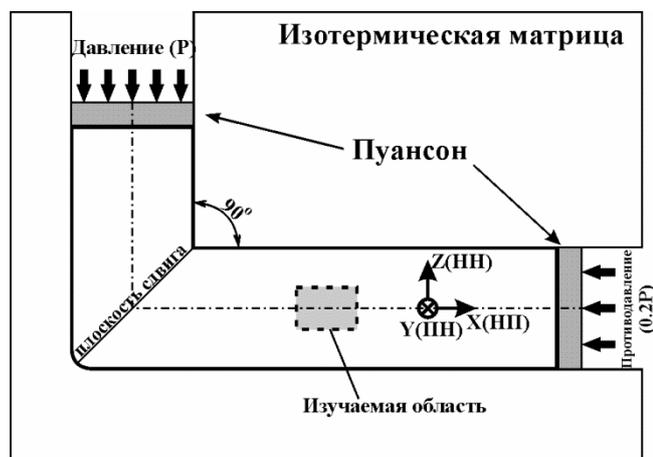


Рисунок 2.2 – Схематическое изображение заготовки в матрице для равноканального углового прессования

2.2.2 Прокатка

Из гомогенизированных слитков и слитков сплавов 1561 и 1570С, подвергнутых РКУ прессованию, на электроэрозионном станке Sodick AQ300L вырезали пластины толщиной 10 мм, шириной 80 мм и длиной 100 мм, которые потом подвергли горячей изотермической прокатке.

Горячую прокатку пластин сплавов 1561 и 1570С проводили на шестивалковом прокатном стане Hankook с температурой поверхности рабочих валков ~300°C. Контроль температуры валков осуществляли двумя пирометрами. Перед прокаткой пластины выдерживали в печи при температуре 300°C в течение 20 минут. Перед каждым проходом листы выдерживали в печи в течение 5 минут. Контроль температуры в печи осуществляли с помощью термопары с точностью ±5°C. Обжатие за проход составляло ~10%. Для пластин сплава 1570С направление прокатки совпадало с направлением экструзии. Конечная толщина листов составила 2 мм, что соответствует суммарной степени обжатия ~80%. После достижения требуемой толщины листы охлаждали в воде.

Относительную степень деформации при прокатке определяли согласно [130]:

$$e = \frac{(h_0 - h_k)}{h_0}, \quad (2.1)$$

где h_0 – исходная толщина листа, мм, h_k – конечная толщина листа, мм.

2.2.3 Сварка трением с перемешиванием

Сварку трением с перемешиванием сплавов 1561 и 1570С осуществляли на установке сварки трением с перемешиванием AccuStir 1004 фирмы General Tool Company. Из экструдированного слитка, холоднокатаных и горячекатаных листов сплавов 1561 и 1570С вырезали пластины, которые соединяли сваркой трением с перемешиванием встык. Толщина пластин из слитка составляла 2 мм. Толщина пластин из листов была равна толщине листов. Диаметр плечиков инструмента равен 12,5 мм, диаметр и длина пина равны, соответственно, 5 и 1,9 мм. На пин была нанесена резьба М5. При сварке крупнозернистых листов скорость вращения и подачи инструмента составляли 500 мин⁻¹ и 75 мм/мин, соответственно. При сварке ультрамелкозернистых листов скорость вращения и подачи инструмента составляли 500 мин⁻¹ и 150 мм/мин, соответственно. Угол наклона инструмента к нормали соединяемых пластин составил 2,5°. Направление подачи инструмента при СТП совпадало с направлением прокатки (экструзии, прессования). Для исключения непровара и дефектов в основании шва, сварку проводили в два прохода таким образом, что сторона отступления (набегания) при первом проходе являлась стороной набегания (отступления) при втором проходе СТП. Точки входа и точки выхода инструмента совпадали. Прижимное усилие инструмента составило около 6,7 кН.

2.3 Методы исследования структуры

2.3.1 Оптическая металлография

Качественный и количественный анализ микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-71. Образцы для металлографических исследований механически шлифовали на шлифовально-полировальной установке Struers LaboPol-5 с использованием абразивных бумаг с постепенным уменьшением зернистости до P1000, затем полировали на хлопчатобумажном сукне MD-Mol с применением алмазных суспензий с размером частиц 6 и 3 мкм. После этого поверхность полировали на бархатном сукне MD-Nap с применением водной эмульсии OP-S с размером частиц 0,04 мкм. Вытравливание границ зерен осуществляли реактивом Келлера (0,5HF-1,8HCl-2,7HNO₃-95H₂O (в об. %)).

Средний размер оценивали методом случайных секущих. Определяли средний размер зерна на каждом снимке микроструктуры по следующей формуле [131]:

$$D_i = \frac{L_i}{n}, \quad (2.2)$$

где n – общее количество пересечений границ зерен с i -ой секущей, L_i – длина i -ой секущей, D_i – средний размер зерна, полученной для i -ой секущей.

Средний размер зерна для состояния определяли по формуле [131]:

$$D = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m D_i, \quad (2.3)$$

где m – общее количество секущих для каждого состояния, D – средний размер зерна. Среднее квадратичное отклонение величины D определяли по формуле [131]:

$$\Delta D = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^m (D_i - D)^2}. \quad (2.4)$$

Объемную долю частиц второй фазы определяли методом наложения сетки на снимки микроструктуры [131].

2.3.2 Растровая электронная микроскопия

Качественный и количественный анализ микроструктуры методами растровой электронной микроскопии проводили на растровых электронных микроскопах FEI Quanta 200 3D, FEI Quanta 600 и FEI Nova, оснащенные системами анализа структуры и текстуры кристаллических материалов методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ). Подготовку образцов для растровой электронной микроскопии проводили по методике из пункта 2.3.1. Однако образцы не подвергали травлению в реактиве Келлера. Вместо этого, после финишной полировки на суспензии поверхность исследуемых образцов полировали электролитическим методом на установке Struers LectroPol-3 в растворе 30% HNO_3 + 70 % CH_3OH при комнатной температуре.

Малоугловые границы с углом разориентировки от 2° до 15° и высокоугловые границы с углом разориентировки выше 15° EBSD-изображениях обозначены белыми (красными) и черным линиями, соответственно.

Средний размер зерен и (суб)зерен оценивали по EBSD-изображениям методом секущих по формулам 2.2-2.4. Средний угол разориентировки и объемную долю границ определяли в программе анализа EBSD-данных TSL OIMTM.

2.3.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Подготовку образцов для анализа тонкой структуры осуществляли методами просвечивающей электронной следующим образом. Из исследуемого образца вырезали пластину толщиной 0,3 мм. Затем на шлифовально-полировальной установке Struers LaboPol-5 с использованием абразивной бумаги P1000 толщина пластины уменьшалась до 0,1 мм и из нее вырезали фольгу диаметром 3 мм. Поверхность фольги полировали с двух

сторон электролитическим методом на установке Struers TenuPol-5 в растворе 30% HNO₃ + 70 % CH₃OH при температуре -32°C до получения маленького отверстия.

Для качественного и количественного анализа тонкой структуры использовали просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Средний размер кристаллитов оценивали по изображениям ПЭМ методом секущих по формулам 2.2-2.4. Плотность дислокаций оценивали по формуле [132]:

$$\rho = \frac{2N}{Lt}, \quad (2.5)$$

где N – число пересечений с дислокациями случайных секущих; L – общая длина секущих на снимке; t – толщина фольги на исследуемом участке. Среднее квадратичное отклонение величины ρ определяли по формуле 2.4.

2.4 Методы механических испытаний

2.4.1 Статические механические испытания

Статические испытания на растяжение плоских образцов проводили согласно ГОСТ 1497-84 при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Instron 5882, оснащенной автоматическим экстензометром MFX 500 для контроля степени деформации. Начальная скорость деформирования составляла 10^{-3} с^{-1} . Длина рабочей части образцов для испытаний составляла 35 мм, ширина – 7 мм, а толщина не более 3 мм. В случае прокатанных листов/сварных соединений толщина образцов для испытаний была равно толщине листов/сварных соединений. Образцы вырезали на электроэрозионном станке Sodick AQ300L в случае РКУП-образцов в плоскости Y [62,68] вдоль оси деформации последнего прохода, для прокатанных листов – вдоль и поперек оси деформации в плоскости прокатки. Из сварных соединений образцы для растяжения вырезали поперек направления сварки таким образом, что рабочая часть образцов включала все зоны сварного соединения и основной материал. Кроме того, из сварных швов листов 1570С вырезали образцы вдоль направления сварки, которые включали только зону перемешивания. Далее образцы, которые были вырезаны вдоль направления деформации/сварки, будут называться продольными, а вырезанные поперек – поперечными. Для каждого состояния было испытано не менее 2 образцов. В процессе растяжения образцов осуществлялась запись и анализ диаграммы растяжения с помощью программы BluehillTM, которая позволяет определить предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B) и относительное удлинение до разрушения (δ). Среднее квадратичное отклонение определяли по формуле 2.4.

2.4.2 Измерение микротвердости

Измерения микротвердости по шкале Виккерса проводили на микротвердомере Wolpert 420MD при нагрузке 0,1 и временем выдержки 15 с. Подготовку поверхности исследуемых образцов проводили по методике из пункта 2.3.1. Однако образцы не подвергали травлению в реактиве Келлера. Для РКУП образцов и листов на каждое состояние делали не менее 10 измерений микротвердости. Среднее значение микротвердости и квадратичное отклонение оценивали по формулам 2.2-2.4. Для сварных соединений строили профиль микротвердости для определения размеров и расположения всех сварных зон. Измерение проводили в поперечном сечении сварного соединения с шагом между уколами 0,25 мм.

ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg

3.1 Микроструктура сплава 1561 после различных режимов гомогенизации и последующего равноканального углового прессования

3.1.1 Микроструктура после гомогенизации

Структура алюминиевого сплава 1561, подвергнутый двум различным режимам гомогенизации, представлена крупными зернами со средним размером около 250 мкм (рисунок 3.1а и 3.1б). Просвечивающая электронная микроскопия показала наличие некогерентных сферических частиц фазы Al_6Mn со средним диаметром ~ 25 нм в сплаве 1561-ГО1 (рисунок 3.1в). В сплаве 1561-ГО2 частицы этой фазы представлены пластинами длиной ~ 150 нм и толщиной ~ 60 нм (рисунок 3.1г). В обоих случаях объемная доля этой фазы составила около 0,076%.

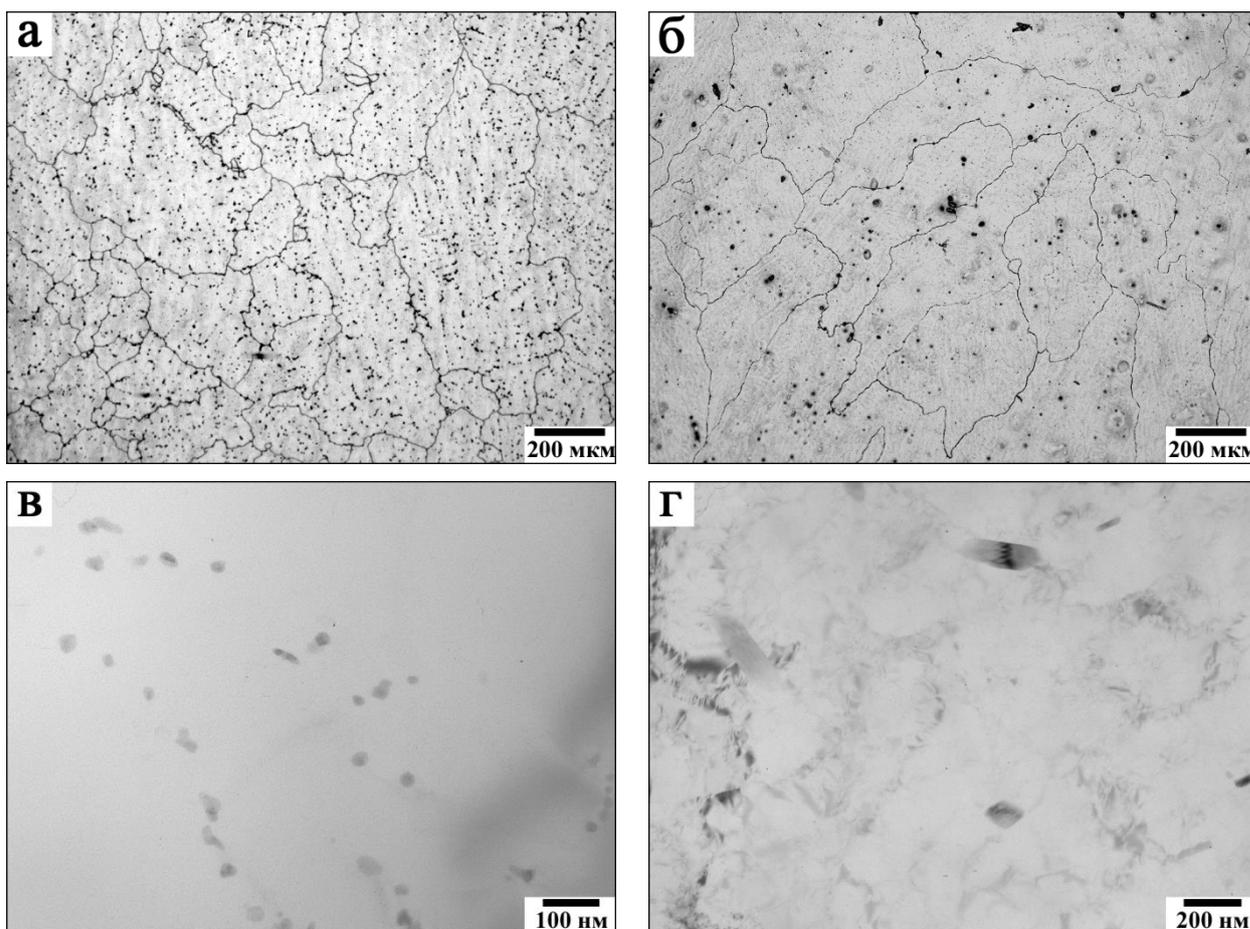


Рисунок 3.1 – Микроструктура сплавов (а, в) 1561-ГО1 и (б, г) 1561-ГО2. Снимки (а, б) оптической и (в, г) просвечивающей электронной микроскопии

Тщательные исследования тонкой структуры сплава 1561 в обоих состояниях не выявили наличие дисперсоидов фазы Al_3Zr . Логично предположить, что цирконий находится в алюминиевой матрице. Подтверждением данного предположения являются работы [26,133], авторы которых показали, что в алюминиевых сплавах выделение частиц Al_3Zr происходит после отжига в интервале температур 450-500°C в течение 200 часов.

3.1.2 Микроструктура после равноканального углового прессования

3.1.2.1 Сплав 1561-ГО1

EBSD-изображение, профиль разориентировок между соседними точками ($\Delta\theta$) и профиль суммарной разориентировки ($\Sigma\Delta\theta$) структуры сплава 1561-ГО1, подвергнутого РКУП представлены на рисунках 3.2 и 3.3, соответственно. Видно, что, в результате одного прохода РКУП, структура вытягивается в направлении сдвига, а внутри исходных зерен формируются вытянутые МУГ. Эти МУГ включают в себя и деформационные полосы, вытянутые вдоль исходных границ. ПЭМ показала, что пространство между деформационными полосами, вытянутыми в направлении сдвига, разделено поперечными дислокационными стенками со средней разориентировкой $\theta_{cp} < 3^\circ$ (рисунок 3.4а) и содержит высокую плотность дислокаций ($\rho \sim 1,6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$). Формирование этих дислокационных стенок приводит к появлению сильно вытянутых субграниц и (суб)границ со средней разориентировкой $\theta \approx 3,3^\circ$. Как видно из профиля разориентировок между соседними точками на рисунка 3.3а, разориентировка МУГ возле исходных БУГ около 10° , тогда как в глубине зерна это значение не превышает 5° . Такая разница, предположительно, объясняется высокими значениями разориентировки исходных границ (рисунок 3.3а). Постепенное изменение суммарной разориентировки $\Sigma\Delta\theta$ связаны с поворотом решетки в процессе деформации. В результате, цепочки рекристаллизованных зерен образуются вдоль исходных БУГ (рисунок 3.2а).

Деформация до истинной степени $\varepsilon \sim 4$ приводит к формированию новых мелких зерен, окруженных большеугловыми границами (рисунок 3.2б). Результаты ПЭМ показали, что внутри исходных зерен содержатся деформационные полосы и субзерна со средней плотностью дислокаций $\sim 1,5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 3.4б). Видно, что с ростом степени деформации форма субзерен изменяется с вытянутой на равноосную. Внутри новых рекристаллизованных зерен наблюдается средняя плотность дислокаций $\sim 5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Важно отметить, что границы между новыми рекристаллизованными зернами имеют высокую разориентировку (рисунок 3.3б), а форма субзерен является равноосной (рисунок 3.2б). Суммарная разориентировка резко изменяется в областях новых

рекристаллизованных зерен, тогда как в областях субзерен она изменяется постепенно, что объясняется неоднородностью деформации (рисунок 3.3б).

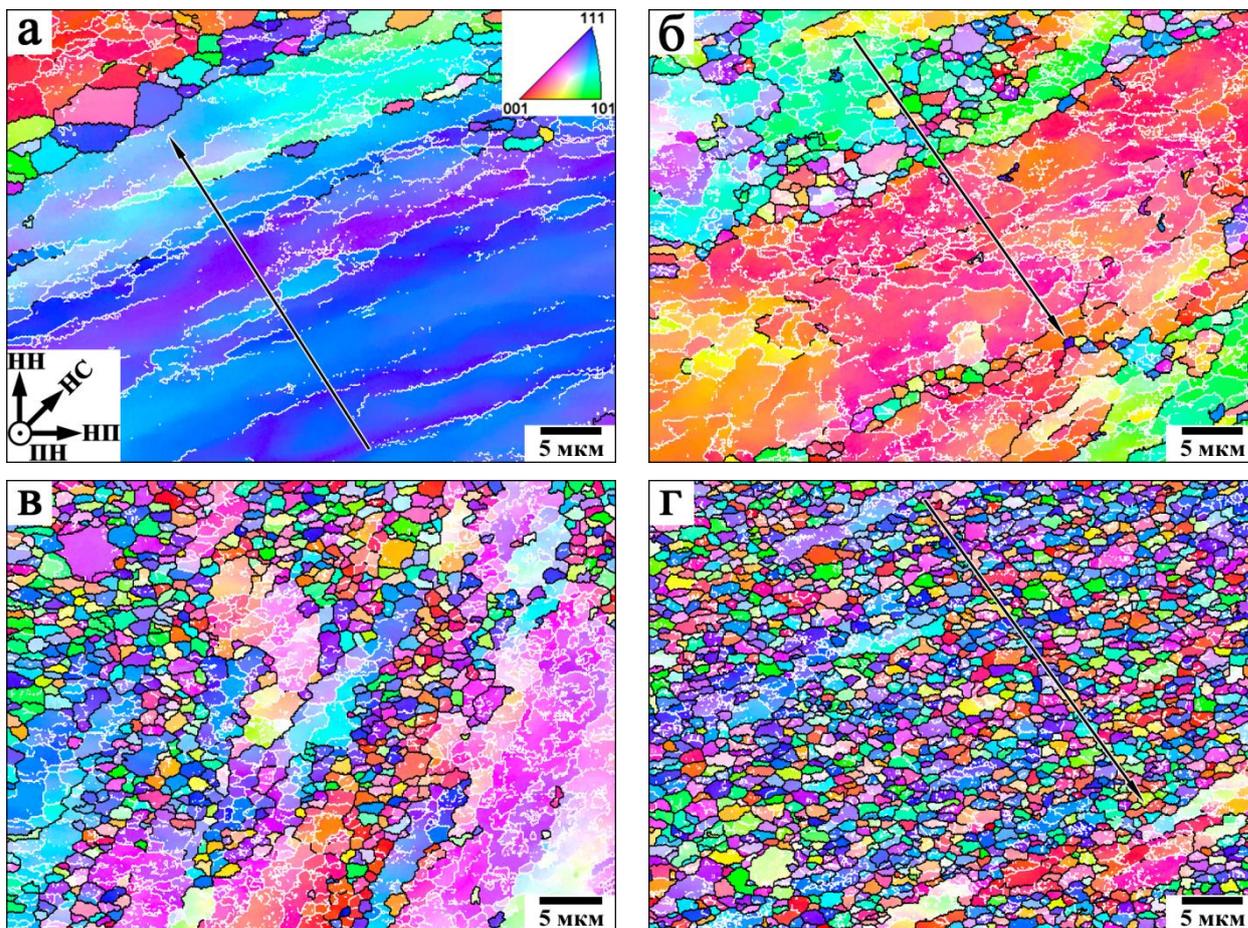


Рисунок 3.2 – EBSD-изображение микроструктуры сплава 1561-ГО1, подвергнутого РКУП при 300°С и степени деформации (а) $\epsilon \sim 1$, (б) $\epsilon \sim 4$, (в) $\epsilon \sim 8$ и (г) $\epsilon \sim 12$. НП – направление прессования, НН – направление нормали, ПН – поперечное направление, НС – направление сдвига

При дальнейшей деформации количество новых рекристаллизованных зерен увеличивается. При $\epsilon \sim 8$ внутри субзерен наблюдается уменьшение плотности дислокаций до $\rho \sim 8 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 3.2в). При $\epsilon \approx 12$ наблюдается полностью рекристаллизованная структура (рисунки 3.2г и 3.3в). Изменение профиля суммарной разориентировки внутри новых рекристаллизованных зерен ничтожно мало (рисунок 3.3в). Однако, внутри кристаллитов еще наблюдается средняя плотность дислокаций $\rho \sim 7.7 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 3.4в). Как видно из рисунка 3.2г формирование равноосной ультрамелкозернистой структуры полностью завершается к 12 проходам РКУП.

3.1.2.2 Сплав 1561-ГО2

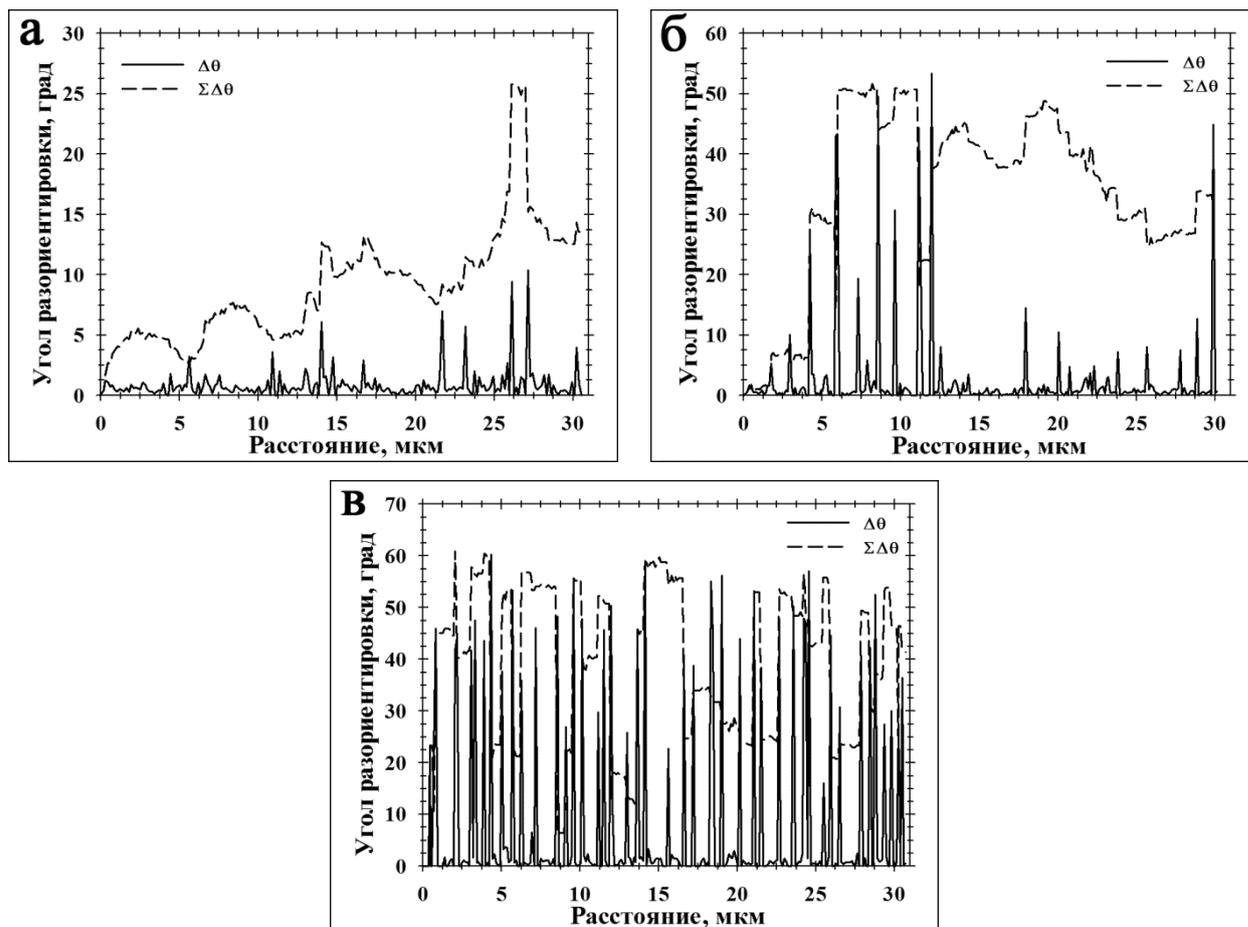


Рисунок 3.3 – Профили разориентировок между соседними точками ($\Delta\theta$) и профили суммарной разориентировки ($\Sigma\Delta\theta$) линий, отмеченных на рисунке 3.2 для сплава 1561-ГО1 со степенью деформации (а) $\epsilon \sim 1$, (б) $\epsilon \sim 4$ и (в) $\epsilon \sim 12$

EBSD-изображения структуры сплава 156-ГО2, подвергнутого РКУП, представлены на рисунке 3.5. При степени деформации $\epsilon \sim 1$ исходные крупные зерна вытягиваются в направлении сдвига и разбиваются на крупные области малоугловыми границами (рисунок 3.5а). Микроструктура, формирующая в сплаве 1561-ГО2 после 1 прохода РКУП, схожа с той, которая возникает в результате РКУП сплав 1561-ГО1 при $\epsilon \sim 1$ (рисунки 3.2а и 3.5а). Однако, в сплаве 1561-ГО2 ширина деформационных полос значительно выше и поперечные МУГ наблюдаются значительно реже внутри этих полос (рисунок 3.5а). Результаты ПЭМ, представленные на рисунке 3.7а, показали, что поперечные МУГ являются преимущественно дислокационными стенками с разориентировкой от $0,6^\circ$ до $2,5^\circ$. Средняя разориентировка МУГ, формирующихся при $\epsilon \sim 1$, составляет $\sim 2^\circ$, что существенно ниже, чем в сплаве 1561-ГО1. Изменения суммарной разориентировки составляют десятки градусов внутри деформационных полос (рисунок

3.6а), что свидетельствует о наличии большого деформационного градиента. Плотность дислокаций составляет $\sim 7.7 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$, что в три раза ниже, чем в сплаве 1561-ГО1.

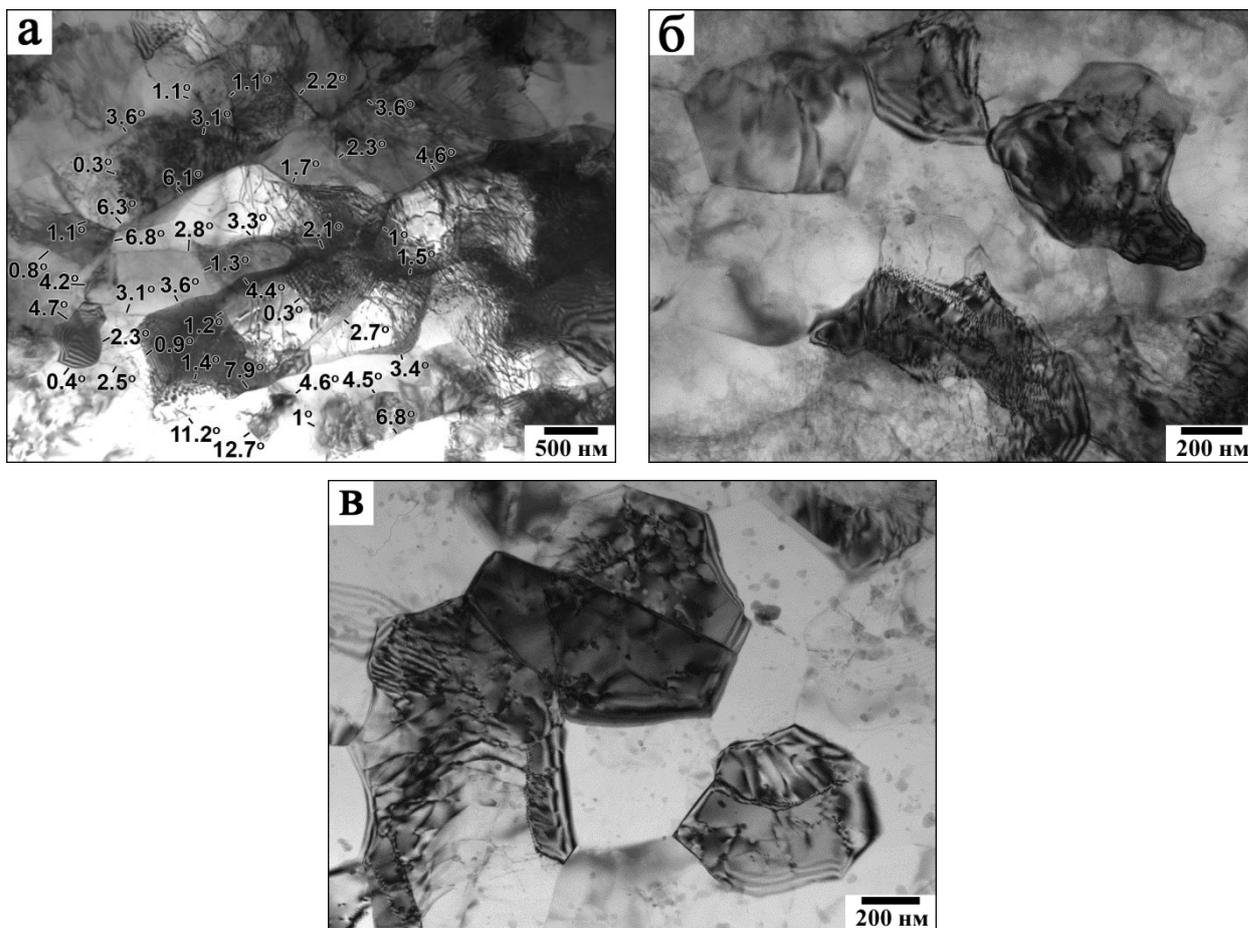


Рисунок 3.4 – Снимки просвечивающей электронной микроскопии сплава 1561-ГО1 со степенью деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 4$ и (в) $\varepsilon \sim 12$

С увеличением деформации до $\varepsilon \sim 2$ доля рекристаллизованных зерен увеличивается (рисунок 3.5б) и профиль суммарной разориентировки внутри исходных зерен разглаживается (рисунок 3.6б). Крупные рекристаллизованные зерна содержат низкую плотность дислокаций $\sim 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 3.7б), тогда как плотность дислокаций внутри деформационных полос около $4,6 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Формирование подобной структуры характерно при локальном статическом росте некоторых кристаллитов между проходами РКУП [30]. Статический рост зерен приводит к формированию бимодальной структуры, состоящей из крупных зерен и (суб)зерен слегка вытянутой формы.

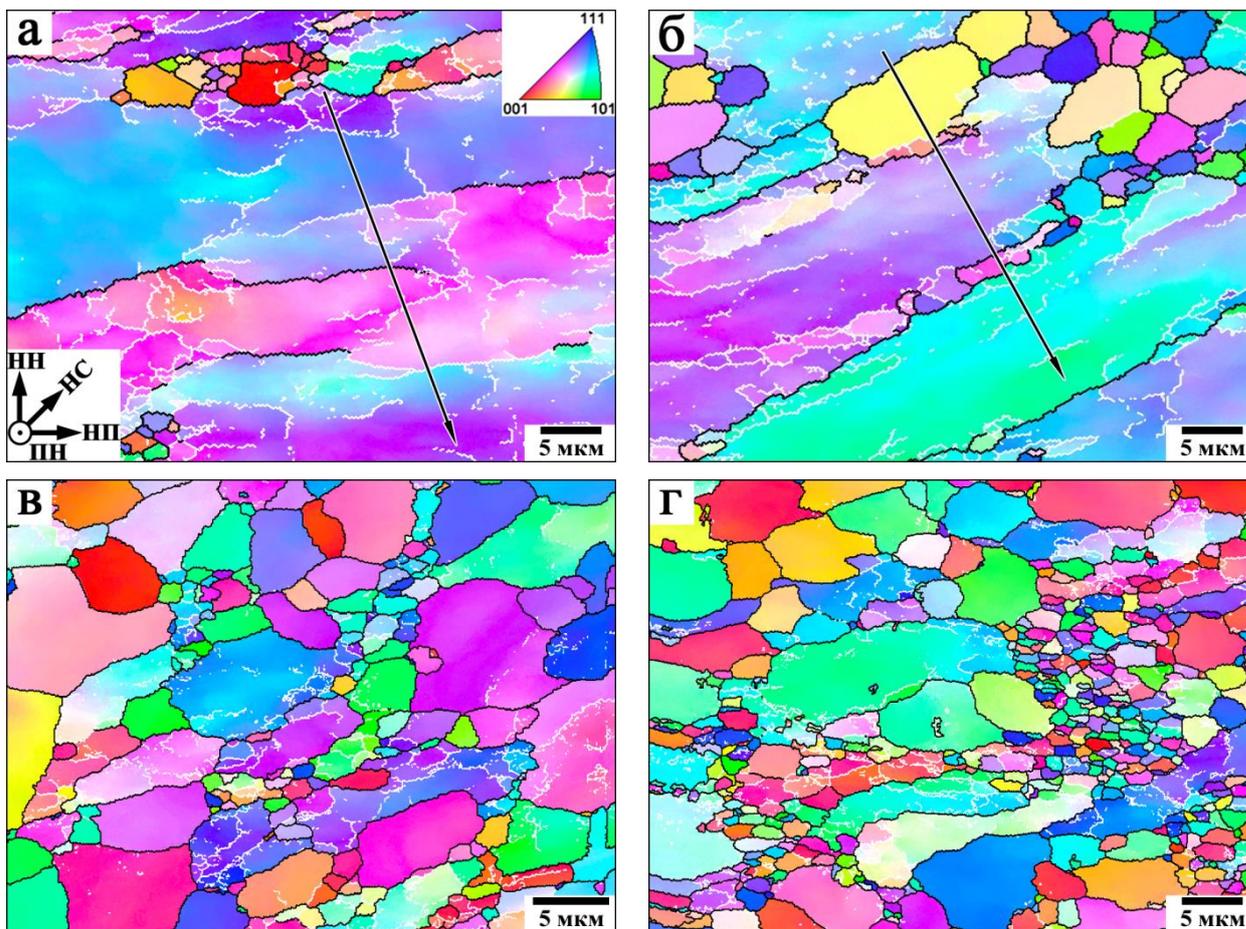


Рисунок 3.5 – EBSD-изображение микроструктуры сплава 1561-ГО2, подвергнутого РКУП при 300°С и степени деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 2$, (в) $\varepsilon \sim 4$ и (г) $\varepsilon \sim 12$. НП – направление прессования, НН – направление нормали, ПН – поперечное направление, НС – направление сдвига

При истинной степени деформации $\varepsilon \sim 4$ наблюдаются три типа кристаллитов (рисунок 3.5в). Первый тип представлен крупными рекристаллизованными зёрнами (рисунок 3.5в). Эти зёрна практически не содержат свободных решеточных дислокаций (рисунок 3.7в). Второй тип представляет из себя вытянутые зёрна, разделенные малоугловыми границами на (суб)зёрна равноосной формы. Третий тип – это мелкие рекристаллизованные зёрна равноосной формы (рисунок 3.5в), содержащие среднюю плотность решеточных дислокаций (рисунок 3.7в). Доля этих зёрен в микроструктуре сплава 1561-ГО2 после 4 проходов РКУП относительно мала. Плотность дислокаций составляет $\sim 7.7 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. С увеличением степени деформации доля мелких и крупных рекристаллизованных зёрен растёт (рисунок 3.5г). Однако крупные рекристаллизованные зёрна преобладают при $\varepsilon \geq 4$. Стоит отметить, что плотность дислокаций практически одинакова как после 4 проходов РКУП, так и после 12.

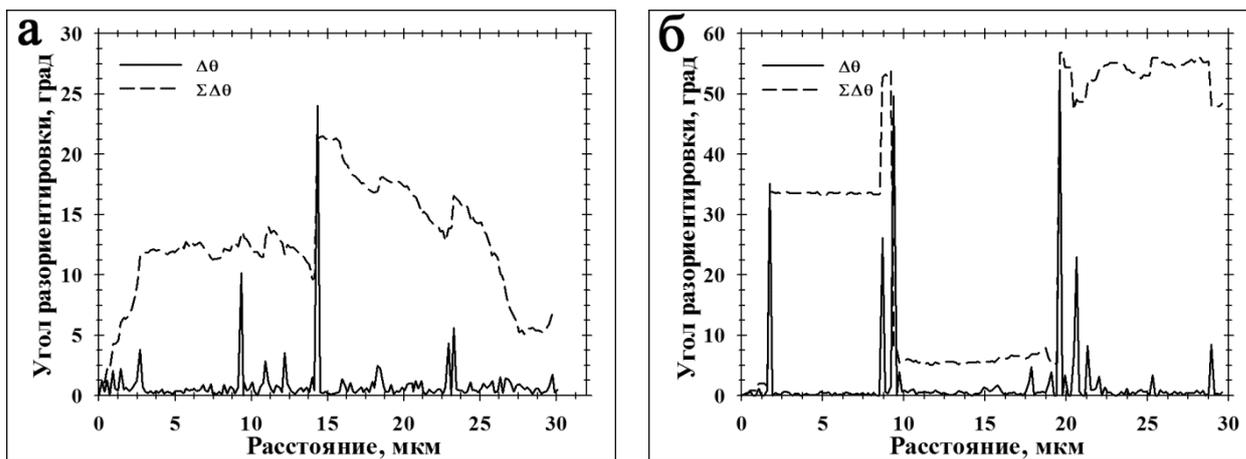


Рисунок 3.6 – Профили разориентировок между соседними точками ($\Delta\theta$) и профили суммарной разориентировки ($\Sigma\Delta\theta$) линий, отмеченных на рисунке 3.5 для сплава 1561-ГО2 со степенью деформации (а) $\varepsilon \sim 1$ и (б) $\varepsilon \sim 2$

3.1.3 Частицы фазы Al_6Mn

Результаты просвечивающей электронной микроскопии показали, что в сплаве 1561-ГО1 размер частиц Al_6Mn при степени деформации $\varepsilon > 4$ незначительно уменьшается (рисунок 3.4в). Средний размер этих частиц равен ~ 22 нм. Объемная доля частиц фазы Al_6Mn в сплаве 1561-ГО1 в процессе деформации не изменяется и составляет $\sim 0,076\%$. Эти частицы являются эффективными точками закрепления дислокаций (рисунок 3.4в) и, благодаря высокой тормозящей силе Зинера, снижают подвижность границ зерен [53].

Исследования структуры сплава 1561-ГО2 после РКУП показали, что крупные частицы, образовавшиеся в процессе высокотемпературной гомогенизации, сохраняются вплоть до высоких степеней деформации. Кроме того, наблюдается небольшая доля мелких частиц Al_6Mn со средним диаметром ~ 22 нм при $\varepsilon \geq 8$ (рисунок 3.7г). Эти новые мелкие дисперсоиды расположены преимущественно в областях мелких рекристаллизованных зерен, тогда как крупные частицы Al_6Mn хаотично распределены по всему объему материала. Видно, что в сплаве 1561-ГО2 мелкие рекристаллизованные зерна формируются в областях выделения мелких равноосных частиц фазы Al_6Mn . Следует также отметить, что крупные зерна наблюдаются в тех областях, где преобладают крупные частицы Al_6Mn .

Таким образом, мелкие частицы фазы Al_6Mn , выделяющиеся в процессе низкотемпературной гомогенизации, способствуют зеренному измельчению в сплаве 1561. С другой стороны, неоднородность структуры в сплаве 1561-ГО2, подвергнутого РКУП, является следствием формирования крупных частиц Al_6Mn в процессе гомогенизации. Очевидно, что структурные характеристики данного сплава напрямую

зависят от частиц фазы Al_6Mn , размер которых определяет размер рекристаллизованного зерна, однородность структуры и скорость зеренного измельчения в процессе деформации.

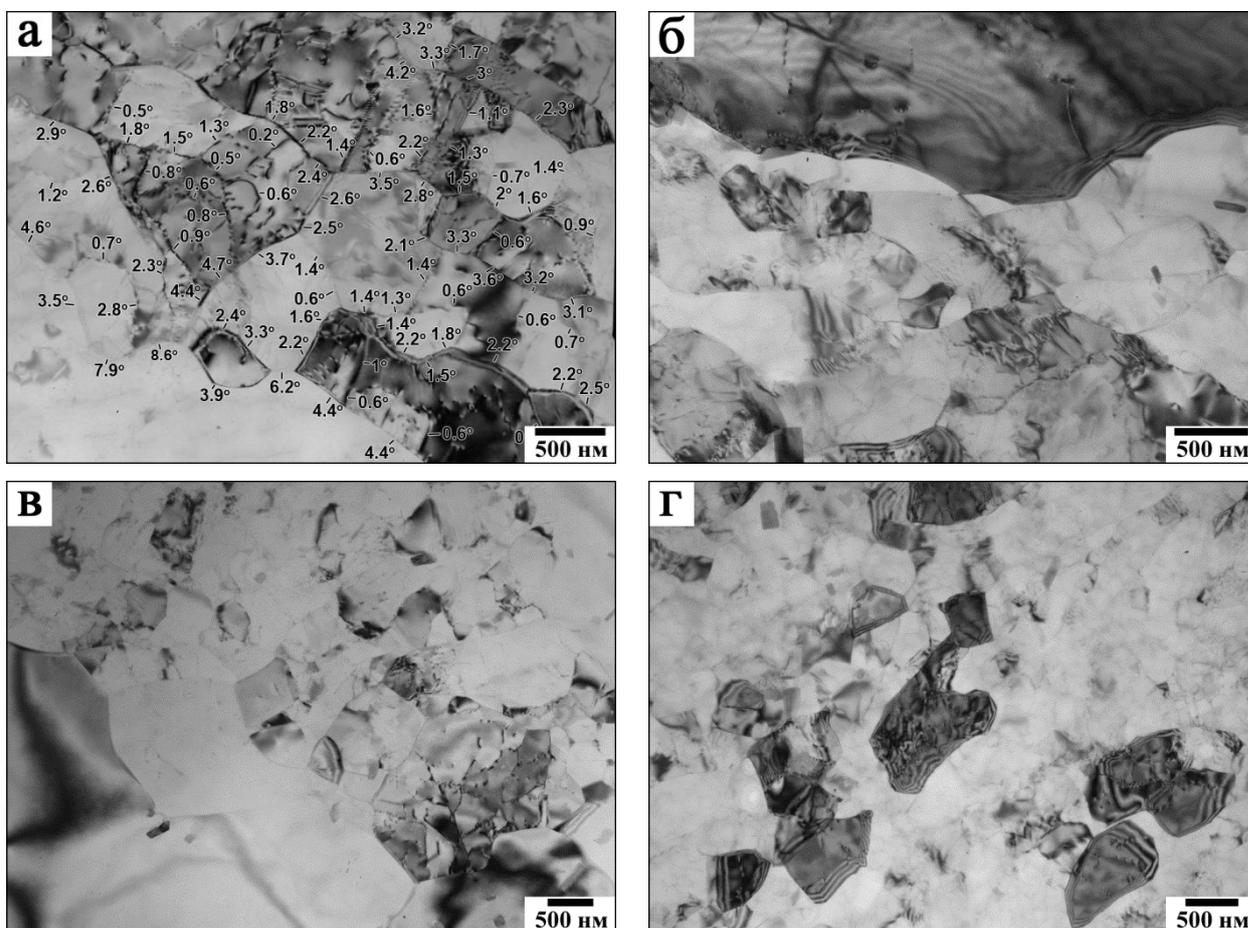


Рисунок 3.7 – Снимки просвечивающей электронной микроскопии сплава 1561-ГО2 со степенью деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 2$, (в) $\varepsilon \sim 4$ и (г) $\varepsilon \sim 8$

3.1.4 Влияние деформации на параметры микроструктуры

Влияние деформации на долю границ показано на рисунках 3.8а и 3.8б для сплавов 1561-ГО1 и 1561-ГО2, соответственно. Большеугловые границы разделены на среднеугловые (СУГ), угол разориентировки которых составляет от 15° включительно до 30° , и высокоугловые (ВУГ), угол разориентировки которых составляет от 30° включительно до $62,8^\circ$. В сплаве 1561-ГО1, доля малоугловых границ постепенно уменьшается с 77 до 34% при увеличении степени деформации с 1 до 12 (рисунок 3.8а). В сплаве 1561-ГО2, доля МУГ уменьшается с 77% до 36% в интервале от $\varepsilon \sim 1$ до $\varepsilon \sim 4$ и остается практически неизменной при дальнейшей деформации (рисунок 3.8б). Рост степени деформации до $\varepsilon \sim 12$ несущественно влияет на долю среднеугловых границ, которая почти не изменяется в процессе РКУП в обоих состояниях сплава 1561. В 1561-

ГО1 доля высокоугловых границ постепенно возрастает с увеличением степени деформации и при $\varepsilon \sim 12$ общая доля СУГ и ВУГ достигает $\sim 66\%$. В сплаве 1561-ГО2, напротив, доля ВУГ возрастает до 50% при $\varepsilon \sim 4$ и остается неизменной в интервале деформации от 4 до 12.

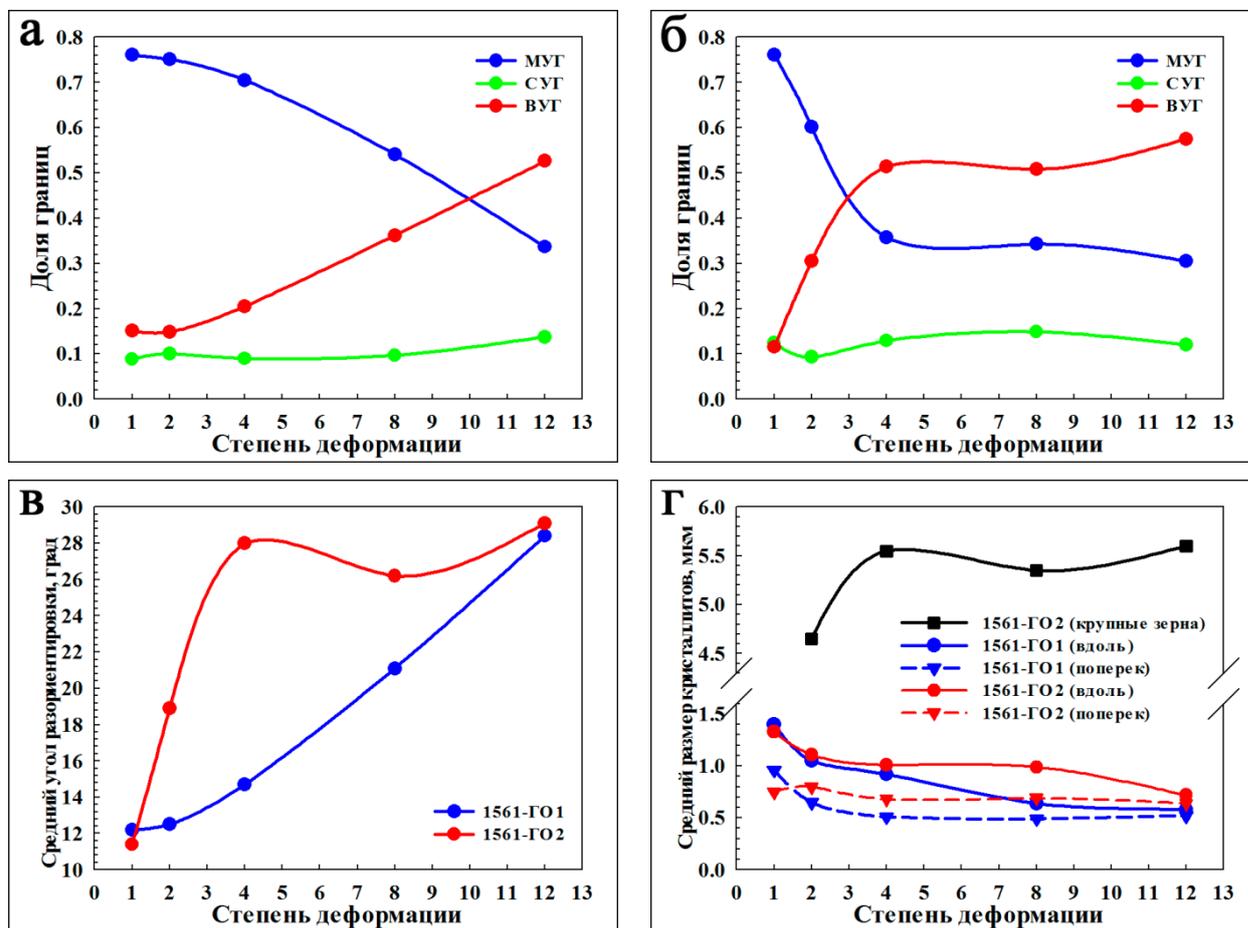


Рисунок 3.8 – Влияние деформации на (а, б) доли малоугловых границ (МУГ), среднеугловых границ (СУГ) и высокоугловых границ (ВУГ), (в) средний угол разориентировки и (г) средний размер кристаллитов в сплаве 1561 (для сплава 1561-ГО2 также представлен средний размер крупных зерен)

Изменение среднего угла разориентировки θ_{av} в зависимости от степени деформации аналогичны изменению доли высокоугловых границ (рисунок 3.8в). Видно, что в сплаве 1561-ГО1 средний угол разориентировки постепенно увеличивается с 12° до $28,5^\circ$ в интервале степени деформации от 1 до 12. В сплаве 1561-ГО2 средний угол разориентировки резко возрастает с 11° до 28° в интервале степени деформации с 1 до 4 и остается практически неизменным при дальнейшей деформации вплоть до $\varepsilon \sim 12$. Важно отметить, что постепенное увеличение среднего угла разориентировки в данном сплаве связано с постепенным ростом доли высокоугловых границ при деформации.

Влияние степени деформации на средние продольный и поперечный размеры кристаллитов представлено на рисунке 8г. Видно, что размеры кристаллитов постепенно уменьшаются с ростом степени деформации в сплавах 1561-ГО1 и 1561-ГО2. В интервале степени деформации от 1 до 4 средний размер кристаллитов в сплаве 1561-ГО1 резко падает из-за увеличения доли равноосных кристаллитов. Важно отметить, что поперечный размер кристаллитов практически не изменяется после $\varepsilon \sim 4$, и продольный размер вытянутых субзерен приближается к поперечному. На рисунке 8г четко видно, что температура гомогенизации оказывает сильное влияние на размеры кристаллитов, образующихся в процессе равноканального углового прессования. К примеру, при $\varepsilon \sim 12$ средние размеры кристаллитов составляют $\sim 0,55$ и $\sim 0,7$ мкм в сплавах 1561-ГО1 и 1561-ГО2, соответственно. Меньший размер наблюдаемых кристаллитов в сплаве 1561-ГО1 при $4 \leq \varepsilon \leq 12$ связан с наличием мелких частиц Al_6Mn , которые способствуют измельчению зерна в процессе интенсивной пластической деформации. В сплаве 1561-ГО2, который не содержит мелких дисперсоидов Al_6Mn , крупные зерна появляются при $\varepsilon \sim 2$. Средний размер этих зерен увеличивается с 4,7 до 5,6 мкм с ростом степени деформации.

3.1.5 Анализ влияния температуры гомогенизации на формирование структуры в сплаве 1561 в процессе равноканального углового прессования

Результаты, описанные выше, показывают, что процесс измельчения зерна в сплаве 1561 при РКУП определяется размером и морфологией частиц фазы Al_6Mn , выделяемые в процессе гомогенизации. Из проведенных исследований можно сделать вывод, что процесс формирования структуры являются результатом суперпозиции процессов горячей деформации и статической рекристаллизации во время отжига. УМЗ структура после 12 проходов в сплаве, содержащем некогерентные дисперсоиды Al_6Mn , отлична от той, которая формируется в сплаве Al-6%Mg, содержащем когерентные частицы Al_3Sc [30]. Закономерности зеренного измельчения при РКУП в сплаве 1561-ГО1 схожи с закономерностями в Sc-содержащих Al-Mg сплавах [134,135]. Очевидно, что высокая плотность наноразмерных частиц Al_6Mn с некогерентными границами способствуют зеренному измельчению в сплаве 1561-ГО1. Эти частицы показали высокую устойчивость к укрупнению при $300^\circ C$ в процессе отжига и равноканального углового прессования. Таким образом, они могут оказывать высокую тормозящую силу Зинера [53], обеспечивающую стабильность деформированной структуры при статических и динамических условиях. В отличие от этого, в сплаве 1561-ГО2 формирование гетерогенной структуры с крупными зёрнами в процессе РКУП связано с низкой тормозящей силой Зинера, которую оказывают крупные частицы Al_6Mn .

Склонность границ зерен к миграции может приблизительно определяться как баланс между движущей силой рекристаллизации (F_d) и тормозящей силой Зинера (F_p). При $F_d \geq F_p$ наблюдается нормальный рост зерен в процессе статической рекристаллизации. Движущая сила рекристаллизации обеспечивается плотностью накопленных дислокаций, которые повышают запасенную энергию:

$$F_d = 0,5Gb^2\Delta\rho, \quad (3.1)$$

где $b=2,86 \times 10^{-10}$ м [53] – это вектор Бюргерса, $G=1,96 \times 10^{10}$ Нм⁻² – модуль сдвига сплава системы Al-Mg-Mn при 300°C и $\Delta\rho$ – плотность решеточных дислокаций. Подставляя значения b и G в формулу 3.1, получаем, что движущая сила в сплаве 1561-ГО1 приблизительно равна $1,3 \times 10^5$ Нм⁻² и $6,2 \times 10^4$ Нм⁻² при плотности дислокаций $\Delta\rho \sim 10^{14}$ м⁻² ($1 \leq \varepsilon \leq 4$) и $\Delta\rho \sim 10^{14}$ м⁻² ($8 \leq \varepsilon \leq 12$), соответственно.

В случае случайно распределенных некогерентных частиц тормозящая сила, сдерживающая нормальный рост зерен определяется как [53]:

$$F_p = 3f\gamma/2r, \quad (3.2)$$

где $f \approx 0,025$ – объемная доля частиц Al₆Mn в сплаве 1561-ГО1, $\gamma=0,32$ Дж×м⁻² [136] – энергия границ зерен в алюминии, $r \approx 12,5$ и 11 нм – средний радиус сферических частиц Al₆Mn в сплаве 1561-ГО1 в исходном и деформированном состояниях, соответственно. Подставляя эти значения в формулу 3.2, получаем $F_p \approx 6,9 \times 10^5$ Нм⁻² и $9,2 \times 10^5$ Нм⁻² для наноразмерных дисперсоидов фазы Al₆Mn после гомогенизации и деформации при $\varepsilon \geq 8$, соответственно. Эти значения, соответственно, приблизительно равны и выше в 1,5 раза, чем значения тормозящей силы Зинера в сплаве 1570 с частицами Al₃Sc [30].

Для того, чтобы оценить тормозящую силу крупных частиц Al₆Mn, используем следующие значения: объемная доля частиц Al₆Mn в сплаве 1561-ГО2 $f \approx 0,02$, радиус частиц $r \approx 100$ нм, который является эквивалентным для пластинчатых частиц [53]. Подставляя эти значения в формулу 3.2, получаем $F_p \approx 1,9 \times 10^5$ Нм⁻². Движущая сила в сплаве 1561-ГО2 приблизительно равна $3,5 \times 10^5$ Нм⁻² при плотности дислокаций $\Delta\rho \sim 10^{14}$ м⁻² ($1 \leq \varepsilon \leq 12$).

Соотношение $F_p > F_d$ подразумевает, что нормальный рост зерен отсутствует в обоих состояниях сплава 1561. Однако в сплаве 1561-ГО2 после РКУП наблюдается крупнозернистая структура. Существует два критических уровня пиннинга в зависимости от дисперсности частиц [137,138]. При высокой тормозящей силе ни нормальный, ни аномальный рост зерна не возможен, тогда как при низкой силе в деформированной структуре не происходит нормального роста зерна, но аномальный рост зерен все еще возможен. Сила F_p , которую определяют частицы Al₆Mn, в сплаве 1561-ГО2 в ~5 раз ниже, чем в сплаве 1561-ГО1, и в сплаве 1561-ГО2 при $\varepsilon \geq 4$ деформированная структура

эволюционирует в бимодальную структуру, состоящую из крупных и мелких рекристаллизованных зерен (рисунки 5 и 7).

Теория [139] предполагает, что в сплаве 1561 может происходить укрупнение зерен во время отжига между прохода РКУП. Было высказано предположение, что рост зерен имеет место в зависимости от значения безразмерного параметра Z_H [139]:

$$Z_H = 3f\bar{R}/2r, \quad (3.3)$$

где \bar{R} – средний радиус ансамбля зерен, f – объемная доля частиц вторых фаз и r – средний радиус сферических частиц. При подстановке структурных параметров в формулу 3.3 в сплаве 1561-ГО1 $Z_H > 2$, а в сплаве 1561-ГО2 $0,3 < Z_H < 0,5$. Согласно работе [139], при $Z_H > 1$ не происходит роста зерен, как в случае сплава 1561-ГО1, независимо от размера и формы зерен [139], в то время как для сплава 1561-ГО2 значение параметра Z_H лежит в диапазоне от 0,2 до 1, что подтверждает прерывистый рост отдельных зерен во время отжига между проходами [139].

Соотношения $F_p > F_d$ и $Z_H < 2$ подтверждают тот факт, что при низких и высоких степенях деформации в сплаве 1561-ГО1 не происходит статического роста зерен, а основным фактором формирования УМЗ структуры является горячая деформация. При $\varepsilon \leq 4$ дисперсоиды Al_6Mn обеспечивают стабильность МУГ. Большой массив МУГ, необходимый для непрерывной динамической рекристаллизации [29-31,53,134], образуется при $\varepsilon \sim 4$ (рисунок 3.8а). Большое количество подвижных дислокаций перемещаются внутри субзерен и встраиваются в МУГ, что приводит к увеличению их разориентировки с последующей трансформацией в БУГ [29,31]. При $\varepsilon \geq 4$ частицы фазы Al_6Mn препятствуют миграции БУГ при статических и динамических условиях. Очевидно, что при $\varepsilon \geq 4$ рекристаллизованные зерна заменяют субзерна благодаря непрерывной трансформации МУГ в БУГ. В процессе деформации до $\varepsilon \sim 12$ средний угол разориентировки в сплаве 1561-ГО1 постепенно возрастает до $\sim 28,5^\circ$ (рисунок 3.8в), что близко к среднему углу разориентировки $\sim 30^\circ$ ГЦК материалов, рекристаллизованная структура в которой сформирована интенсивной пластической деформацией [140]. Доля БУГ, приблизительно равная 66%, очень близко к 70%, что является характерным для рекристаллизованных структур [53,141]. Подобная структура устойчива к прерывистому росту зерен в процессе статического отжига [15,53,142,143].

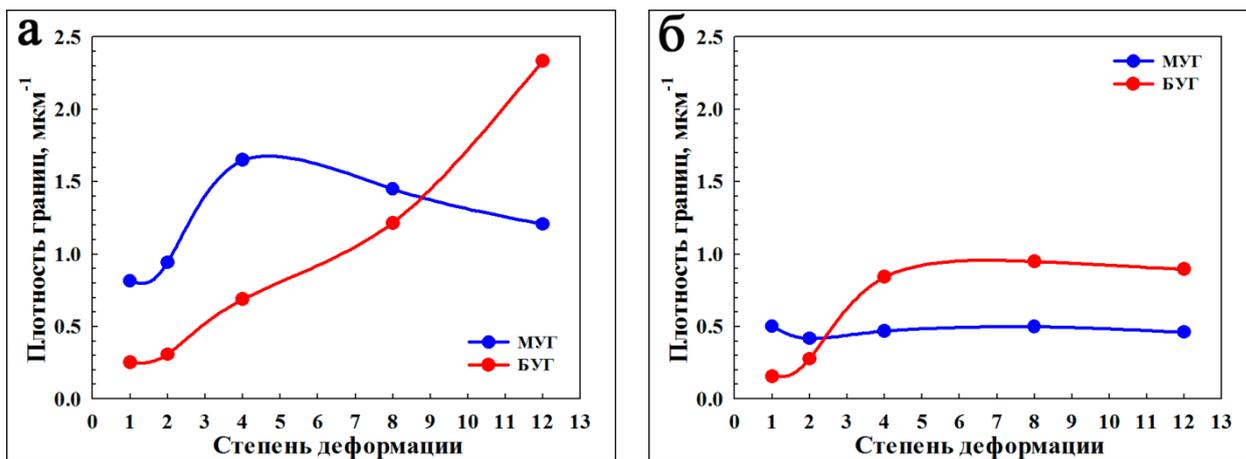


Рисунок 3.9 – Влияние деформации на (а, б) плотность границ деформационного происхождения в сплавах (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2

С другой стороны, соотношения $F_p > F_d$ и $0,3 < Z_H < 0,5$ подразумевают, что деформированная микроструктура не может подвергаться непрерывному росту зерен, но прерывистый рост зерен все еще возможен в сплаве 1561-ГО2 в процессе отжига. Тормозящая сила, приблизительно равная $1,9 \times 10^5 \text{ Нм}^{-2}$ и образуемая крупными частицами Al_6Mn , выделившимися в сплаве 1561-ГО2, является недостаточной для препятствования движению границ зерен в процессе отжига между проходами и предотвращения прерывистого роста зерен. Большое количество столкновений мигрирующих МУГ с противоположными знаками приводит к их полному исчезновению, которое останавливает формирование ансамбля МУГ [144,145]. В результате, плотность МУГ деформационного происхождения (рисунок 3.9) и их средняя разориентировка в сплаве 1561-ГО2 значительно ниже, чем в сплаве 1561-ГО1. Непрерывная динамическая рекристаллизация не может происходить при большом количестве столкновений МУГ на начальной стадии деформации [145]. В тоже время, рекристаллизованные зерна могут легко вырастать при статическом отжиге за счет стенок дислокаций с низкой разориентировкой. Кроме того, расчетное значение $Z_H < 0,5$ для сплава 1561-ГО2 показывает, что критический размер рекристаллизованных зерен, чувствительных к прерывистой динамической рекристаллизации, относительно небольшой [146] а, следовательно, и количество зерен, способных к прерывистому росту, который хорошо виден на рисунках 3.5б-3.5г и 3.7б-3.7г. Крупные зерна, наблюдаемые в сплаве 1561-ГО2 после РКУП, появляются в результате горячей деформации и статической рекристаллизации, происходящей во время отжига между проходами. Последний наблюдается благодаря нехватке тормозящей силы Зинера, образуемой дисперсоидами [137,138].

Важно отметить, что размер рекристаллизованных зерен в сплаве 1561-ГО1, подвергнутого РКУП, в два раза меньше, чем в сплаве Al–6% Mg–0,35% Sc, подвергнутого РКУП при той же температуре [30]. Такая разница не может быть связана только лишь с разницей в тормозящей силе Зинера. Известно [30], что если легирующий элемент способствует твердорастворному упрочнению и повышает деформационное упрочнение за счет снижения скорости возврата, то этот элемент также уменьшает размер зерна, формирующегося в процессе ИПД. Известно, что растворенный цирконий значительно снижает диффузию в алюминиевой матрице [102], препятствуя динамическому возврату и снижая скорость миграции границ. В результате, снижается размер рекристаллизованных зерен. Таким образом, высокая тормозящая сила Зинера, образованная частицами фазы Al_6Mn , и растворенный цирконий, понижающий диффузию, приводят к формированию в сплаве 1561 более мелкого зерна, чем в сплаве Al–6% Mg–0,35% Sc [30].

3.2 Микроструктура сплава 1570С после равноканального углового прессования

3.2.1 Исходная микроструктура сплава 1570С

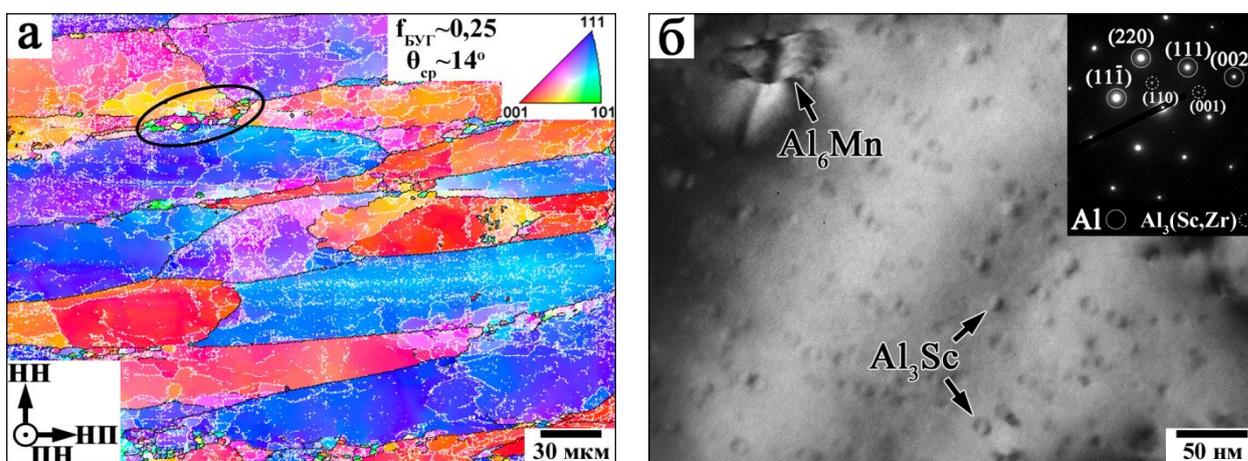


Рисунок 3.10 – Исходная микроструктура сплава 1570С: (а) EBSD изображение и (б) ПЭМ-изображение. В верхнем правом углу приведена картина дифракции частиц $Al_3(Sc,Zr)$

Средние размеры исходных зерен вдоль и поперек направления экструзии составили ~ 93 и ~ 30 мкм (рисунок 3.10а), соответственно. Внутри этих зерен наблюдаются суб-зерна, окруженные МУГ с разориентировкой от 2° до 4° . В результате доля МУГ с такой разориентировкой составляет около 52%. Доля БУГ достигает лишь 25%, а средний угол разориентировки 14° . Доля мелких рекристаллизованных зерен вытянутой формы $\sim 0,02$ (выделенная область на рисунке 3.10а). Эти зерна наблюдаются

вдоль границ крупных зерен. Их продольный и поперечный размеры составили $\sim 7,6$ и $\sim 2,7$ мкм, соответственно. Плотность свободных решеточных дислокаций составила $\sim 1 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

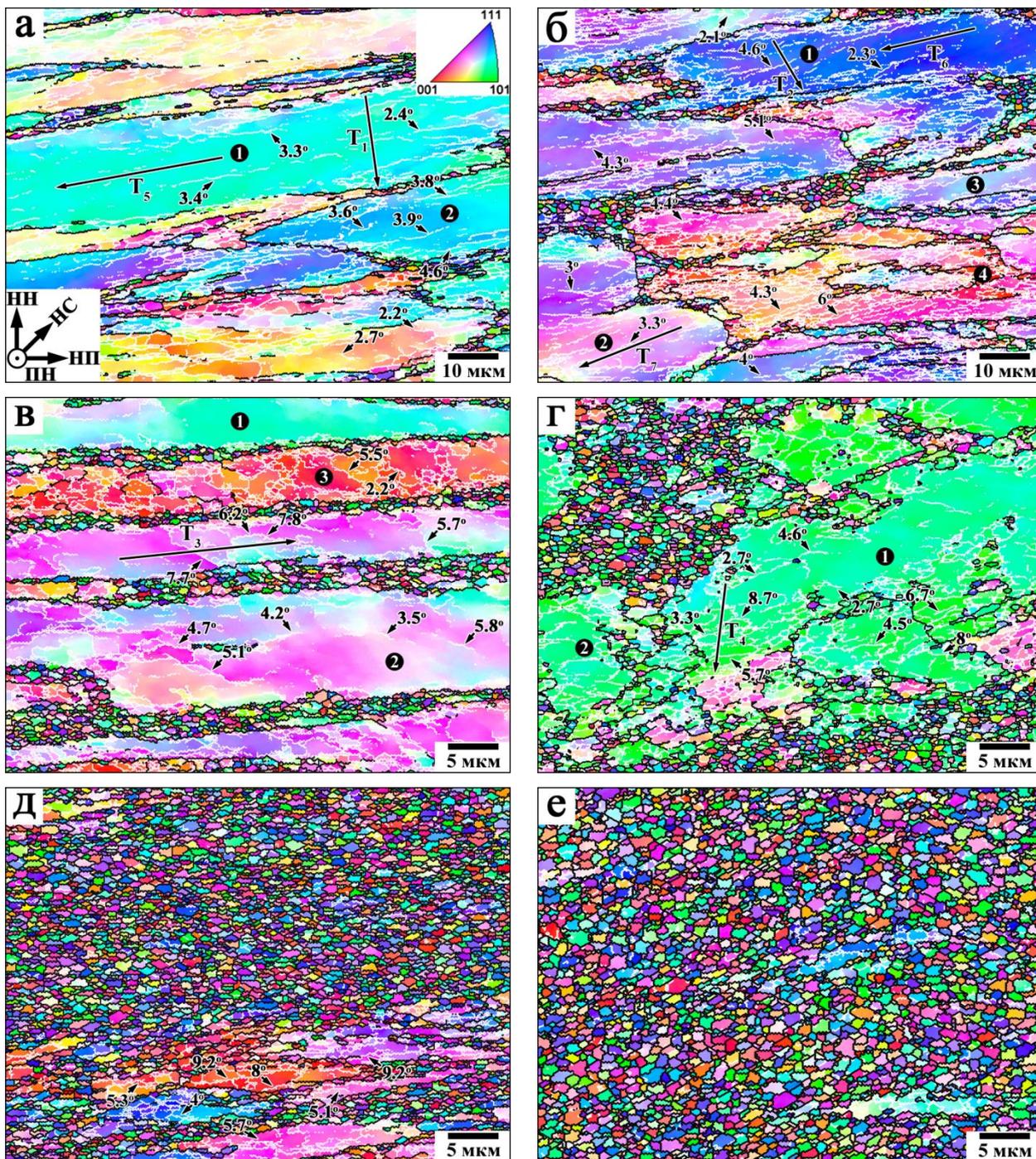


Рисунок 3.11 – EBSD изображения сплава 1570С, подвергнутого РКУП при 300°С и степени деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 2$, (в) $\varepsilon \sim 4$, (г) $\varepsilon \sim 6$, (д) $\varepsilon \sim 8$ и (е) $\varepsilon \sim 12$

Было обнаружено два типа частиц вторых фаз – когерентные $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ частицы сферической формы размером около 9 нм, равномерно распределенные по всему объему

материала, и сферические некогерентные частицы фазы Al_6Mn размером ~ 40 нм (рисунок 3.10б). Наличие «кофейного» контраста и ориентационного соотношения (картина дифракции в верхнем правом углу рисунка 3.10б) подтвердило когерентную природу частиц $Al_3(Sc,Zr)$. Следует отметить, что частицы Al_6Mn легко различимы благодаря размеру и границам.

3.2.2 Микроструктура после равноканального углового прессования

EBSD изображения, распределения углов разориентировок и ПЭМ изображения структуры сплава 1570С, подвергнутого РКУП, представлены на рисунках 3.11, 3.12 и 3.13. Профили разориентировок внутри нерекристаллизованных областей исходных зерен представлены на рисунке 3.14 и построены вдоль линий T_x , обозначенных на рисунке 3.11. На рисунке 3.15 представлены следующие графики: влияние степени деформации на среднее расстояние между границами согласно данным (а) EBSD анализа и (б) ПЭМ; (в) средний размер рекристаллизованных зерен d ; (г) доля БУГ $V_{БУГ}$ и (д) средний угол разориентировки θ_{cp} ; (е) объемная доля рекристаллизованных зерен V и плотность дислокаций ρ ; и (ж) разориентировка, посчитанная с помощью ПЭМ. Ориентация областей, отмеченных цифрами в черных кругах на рисунках 3.11 обозначена на полюсных фигурах $\{111\}$ (рисунок 3.16), построенных по данным EBSD анализа.

При $\epsilon \sim 1$ внутри исходных зерен появляются вытянутые плоские границы со средней разориентировкой около 4° (рисунок 3.11а). Значения $V_{БУГ}$ и θ_{cp} возрастают до $\sim 28\%$ и $13,7^\circ$, соответственно (рисунки 3.12а и 3.15г). Исходные границы и плоские МУГ вытягиваются под углом $\sim 20^\circ$ к направлению прессования (НП) (рисунок 3.11а). Этот угол практически равен углу наклона сферического элемента, деформирующегося в эллипсоид при РКУП [146], и, следовательно, все кристаллиты, ограниченные исходными БУГ и МУГ деформационного происхождения деформируются аналогичным образом. Пара исходной границы и плоской МУГ деформационного происхождения формируют полосу, которая разделена прямыми поперечными МУГ на суб- и (суб)зерна (рисунок 3.13а). Формирование такой пары можно отнести к разбиению исходной границы большим количеством захваченных дислокаций [147]. Средняя разориентировка продольных МУГ выше, чем средняя разориентировка поперечных (рисунки 3.11а и 3.13а). Кроме того, формируются субзерна с формой, близкой к прямоугольной, и окруженные МУГ (рисунки 3.13а и 3.15б). Плоские вытянутые МУГ формируются в зернах, принадлежащих α -волокну (№ 1 на рисунке 3.11а) или β -волокну (№2 на рисунке 3.11а) (рисунок 3.16а) [146].

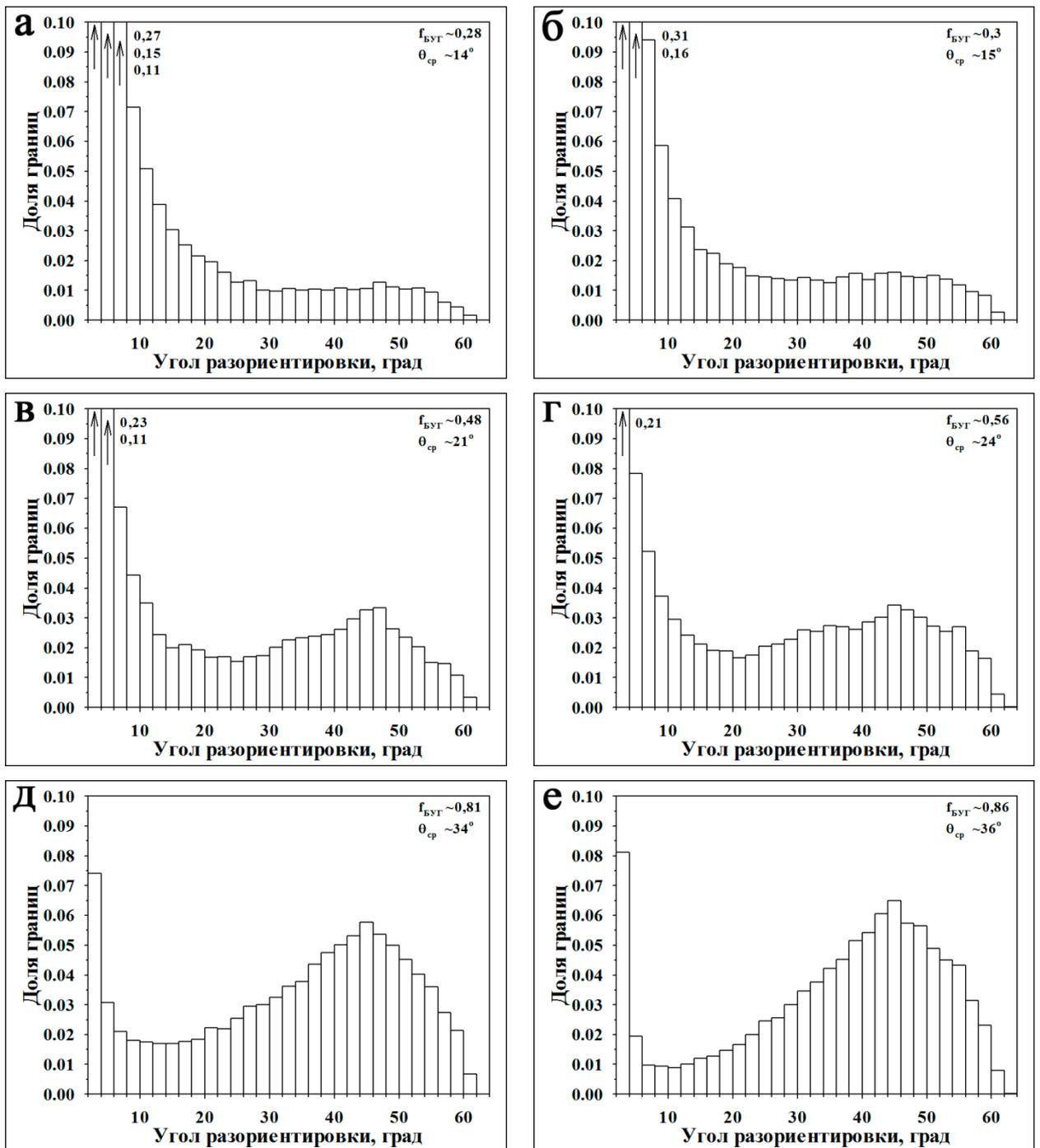


Рисунок 3.12 – Влияние деформации на распределения углов разориентировок при (а) $\epsilon \sim 1$, (б) $\epsilon \sim 2$, (в) $\epsilon \sim 4$, (г) $\epsilon \sim 6$, (д) $\epsilon \sim 8$ и (е) $\epsilon \sim 12$

Профили разориентировок внутри деформированных зерен, принадлежащих α -волокну [146] поперек (T_1) и вдоль (T_2) направления сдвига (SD на рисунке 3.11) показывают сильный градиент деформации, связанный с постепенным поворотом решетки на больших расстояниях ~ 20 мкм (рисунки 3.14а и 3.14б). Повороты решетки частично сосредоточены в плоских границах со средней разориентировкой $\sim 4^\circ$ и $\sim 1^\circ$, расположенных вдоль и поперек направления сдвига, соответственно (рисунки 3.11а,

3.14а и 3.14б). Из этого следует, что плоские вытянутые границы могут рассматриваться как геометрически необходимые границы (ГНГ) [148,149]. Между ГНГ и плоскостью скольжения $\{111\}$ наблюдается значительный угол близкий к 15° (рисунок 3.13б). Однако, угол между ГНГ и плоскостью скольжения $\{112\}$ составляет менее 2° , что свидетельствует о принадлежности плоскости залегания этой границы семейству плоскостей $\{112\}$ (рисунок 3.13б). Плоскость залегания этой границы не предсказывается теорией расположения ГНГ при однонаправленных деформационных процессах [149-151]. Плотность дислокаций возросла до $\sim 4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 3.15д).

При $\varepsilon \sim 2$ появляются многочисленные микрополосы сдвига, приводящие к сильному увеличению количества плоских ГНГ с углом разориентировки $\sim 4^\circ$ (рисунок 3.11б). Эти границы не имеют никакого отношения к исходным границам. Их образование параллельно исходным границам и ГНГ приводит к возникновению ламельной структуры. Полосы, появившиеся при первом проходе, трансформируются в цепочки рекристаллизованных зерен за счет образования отдельных (суб)зерен или целых зерен пересечением вторичных плоских ГНГ. Формирование новых геометрически необходимых границ и цепочек рекристаллизованных зерен приводит к разбиению исходных зерен, принадлежащих β -волокну (рисунки 3.11б и 3.16б). Совместная трансформация полос в цепочки рекристаллизованных зерен, которые встречаются относительно редко при этой степени деформации, и формирование новых плоских МУГ приводят к возникновению плато на зависимости $V_{БУГ}$ и $\theta_{ср}$ от степени деформации и отсутствию изменений в размерах (суб)зерен с границами $\geq 2^\circ$ (рисунки 3.12б, 3.15а и 3.15г). Одновременно с этим размеры субзерен с разориентировкой границ менее 2° уменьшаются (рисунки 3.13в и 3.15б). Градиент деформации внутри нерекристаллизованных зерен, образованный постепенным поворотом решетки, вырастает в 3 раза, а среднее расстояние между МУГ уменьшается (рисунки 3.14в, 3.14г и 3.14д). Вследствие этого, дислокационный тензор сильно возрастает с ростом степени деформации, что указывает на большое количество накопленных дислокаций одного знака. В отличие от первого прохода, Эти градиенты деформации вдоль (T_6 и T_7) и поперек (T_2) направления сдвига (рисунок 3.11б) становятся практически одинаковыми (рисунки 3.14в, 3.14г и 3.14д). Плотность свободных решеточных дислокаций возрастает до $\sim 1.4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и незначительно снижается при дальнейшей деформации (рисунок 3.15д). Примечательно, что плотность дислокаций внутри исходных нерекристаллизованных зерен, новых рекристаллизованных зерен и (суб)зерен одинакова (рисунок 3.13в). Очевидно, что при $\varepsilon > 2$ устанавливается динамическое равновесие между образующимися

дислокациями и дислокациями, захваченными границами, и никаких изменений в плотности дислокаций не происходит.

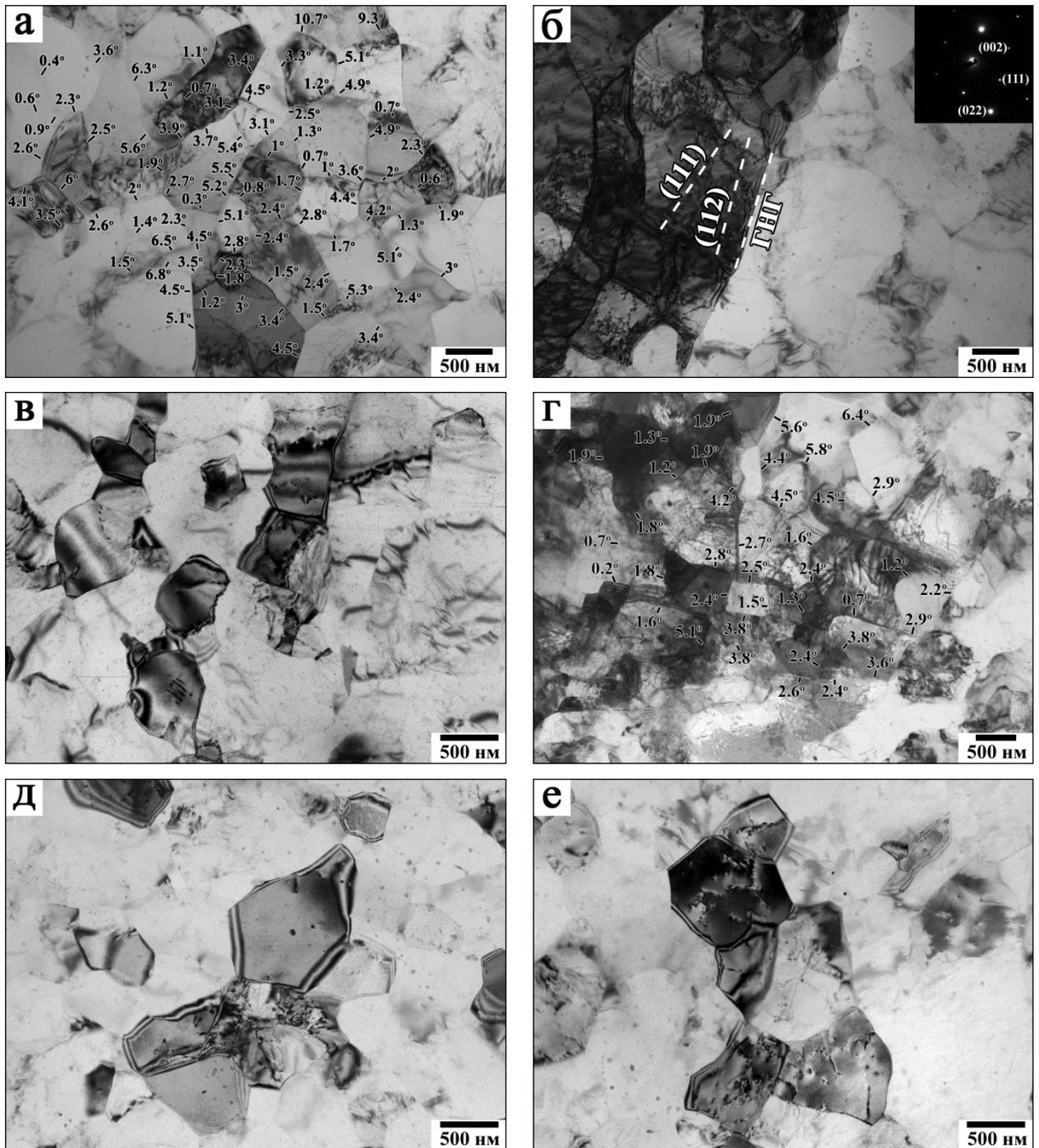


Рисунок 3.13 – ПЭМ изображения структуры сплава 1570С, подвергнутого РКУП со степенью деформации (а, б) $\epsilon \sim 1$, (в) $\epsilon \sim 2$, (г) $\epsilon \sim 4$, (д) $\epsilon \sim 8$ и (е) $\epsilon \sim 12$

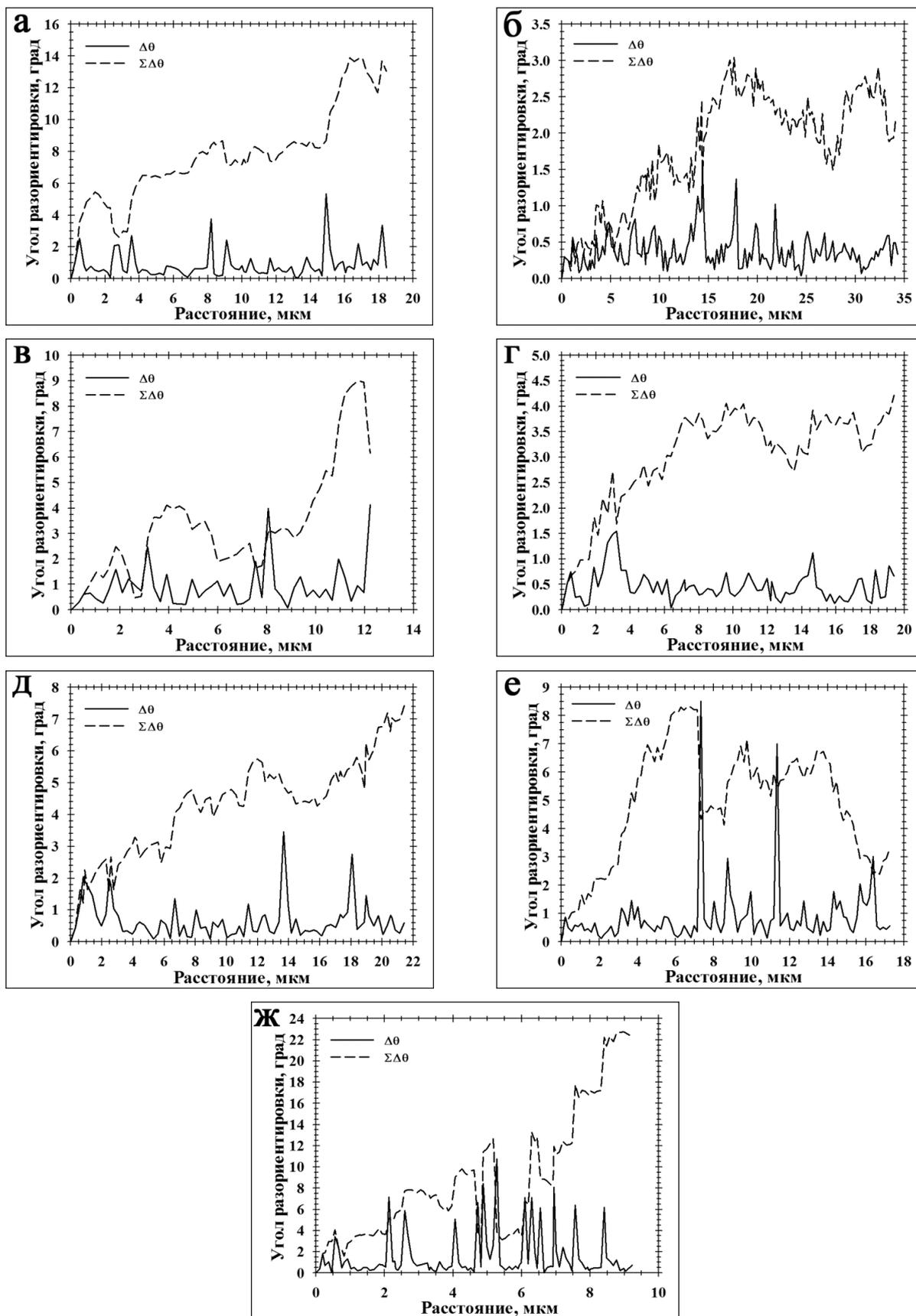


Рисунок 3.14 – Профили разориентировок между соседними точками ($\Delta\theta$) и профили суммарной разориентировки ($\Sigma\Delta\theta$) линий (а) Т1, (б) Т5, (в) Т2, (г) Т6, (д) Т7, (е) Т3 и (ж) Т4, обозначенных на рисунках 3.16а, 3.16б, 3.16в и 3.16г, соответственно

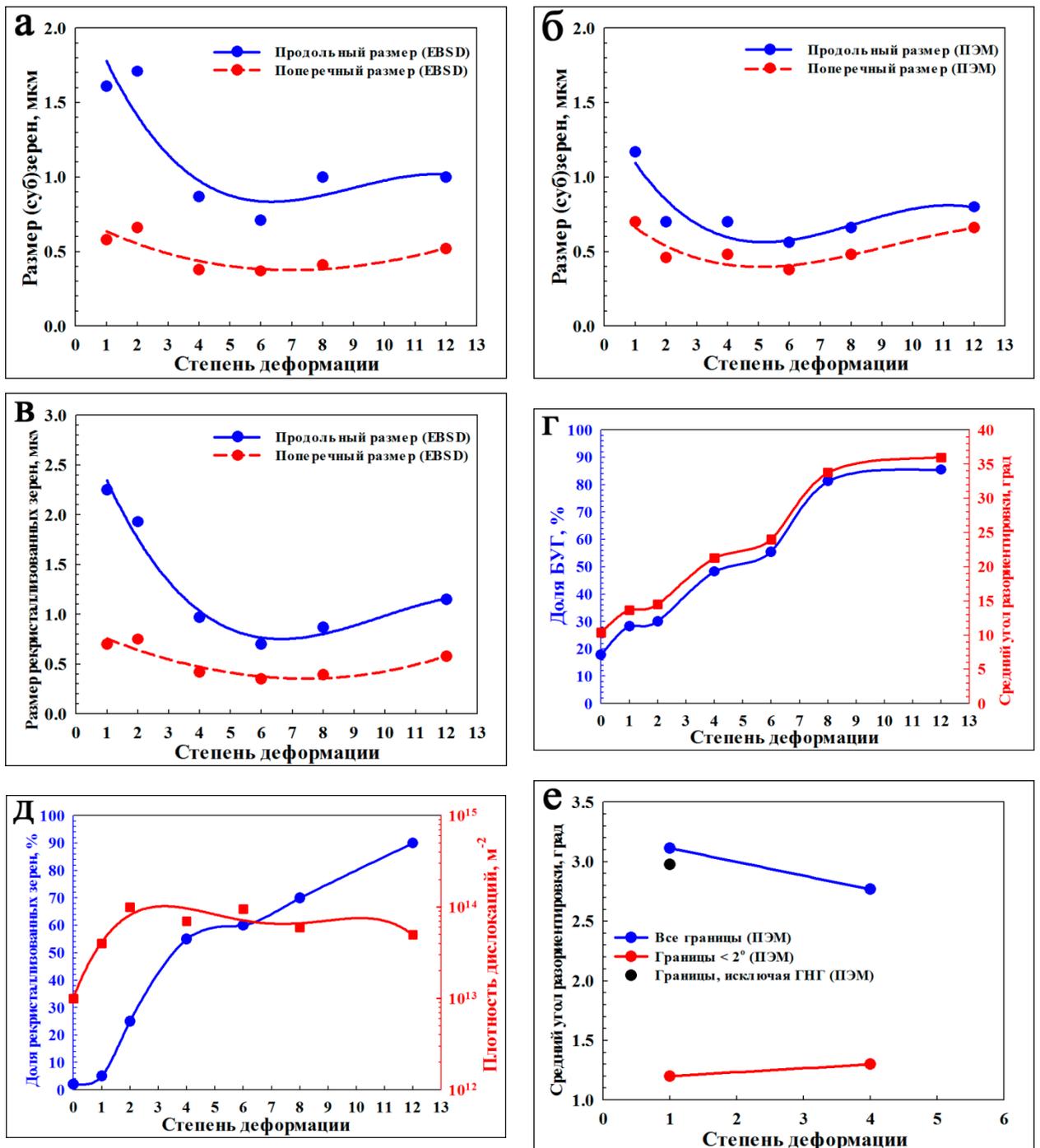


Рисунок 3.15 – Влияние степени деформации на средний размер (суб)зерна согласно (а) EBSD анализу и (б) ПЭМ; (в) средний размер зерна согласно EBSD анализу; (г) долю БУГ и средний угол разориентировки; (д) долю рекристаллизованных зерен и плотность дислокаций; (е) среднюю разориентировку согласно ПЭМ

При $\epsilon \sim 4$ наблюдается частично рекристаллизованная структура (рисунок 3.11в). Формирование новых зерен сильно зависит от ориентировки исходных зерен (рисунок 3.11в). При ориентировке, принадлежащей стабильным α - и β -волокнам [151], толщина цепочек рекристаллизованных зерен увеличивается (№3 на рисунках 3.11в и 3.16в).

Полосы, окруженные новыми плоскими ГНГ, появляются параллельно существующим цепочкам. Эти ламели трансформируются в цепочки рекристаллизованных зерен благодаря перестройке МУГ в БУГ (рисунок 3.11в). В результате наблюдается резкое повышение значений $V_{БУГ}$ и $\theta_{ср}$ (рисунок 3.15г). Хорошо различимая трехмерная сеть малоугловых границ сохраняется в некоторых зерен, ориентация которых отличается от стабильных волокон (№1 и №2 на рисунках 3.11в и 3.16в). Средняя разориентировка продольных и поперечных границ этих равноосных субзерен практически одинакова (рисунок 3.11в). Их разориентировка низкая ($\sim 2^\circ$) и не зависит от степени деформации (рисунок 3.15е), что определяет их как случайные дислокационные границы [148]. В интервале степени деформации от 2 до 4 не появляются новые случайные дислокационные границы, в результате размер субзерен остается неизменным (рисунки 3.15а и 3.15б).

Градиент деформации внутри нерекристаллизованных областей значительно увеличивается (рисунки 3.11в и 3.14е). В результате нерекристаллизованные области разбиваются геометрически необходимыми границами с разориентировкой $\sim 8^\circ$ (рисунок 3.14е). Эти ГНГ с высокой скоростью и легко перестраиваются в БУГ при дальнейшей деформации. Ориентация зерен, содержащих трехмерную сетку границ с разориентировкой от средней до высокой, принадлежит β -волокну (рисунок 3.16в). Ориентация зерен, содержащих низкую плотность плоских ГНГ (№1 и №2 на рисунке 3.11в) отклонена от стабильных волокон (рисунок 3.16в).

При $\varepsilon > 2$ формирование микрополос сдвига с последующим превращением их в цепочки рекристаллизованных зерен приводит к разбиению нерекристаллизованных областей (рисунки 3.11в-3.11д). Очевидно, что некоторые зерна с нестабильной ориентацией, находящейся близко к α -волокну в пределах 10° - 20° , устойчивы к появлению в них геометрически необходимых границ (рисунки 3.11б-3.11г и 3.16в-3.16г).

Проникновение ГНГ в трехмерную сетку случайных дислокационных границ с последующей трансформацией полос в цепочки рекристаллизованных зерен при деформации является основным процессом микроструктурной эволюции при подобной ориентации (рисунки 3.11б-3.11г и 3.13в-3.13д). При степени деформации 4-8 этот процесс происходит непрерывно и приводит к быстрому росту значений $V_{БУГ}$ и $\theta_{ср}$ и смещению распределения углов разориентировок в область больших углов (рисунки 3.12в-3.12д и 3.15г), в то время как заметное образование новых МУГ с разориентировкой $< 4^\circ$ не происходит (рисунок 3.13в-3.13д). В результате, при $\varepsilon \geq 8$ доля МУГ с разориентировкой $< 4^\circ$ снижается до $\sim 0,1$, а при $\varepsilon \sim 12$ частично рекристаллизованная структура трансформируется в практически полностью рекристаллизованную структуру (рисунок 3.11е). При степени деформации 8-12 размеры зерен и (суб)зерен немного

увеличиваются (рисунки 3.15а и 3.15б), а значения $V_{БУГ}$ и $\theta_{ср}$ выходят на насыщение (рисунок 3.15г). Большинство границ, различимых с помощью ПЭМ, имеют большеугловую разориентировку при $\varepsilon \geq 8$ (рисунки 3.13д и 3.13е), распределение углов разориентировок становится близкой к теоретической [152] для БУГ, если отбросить пик на малых углах (рисунки 3.12д и 3.12е).

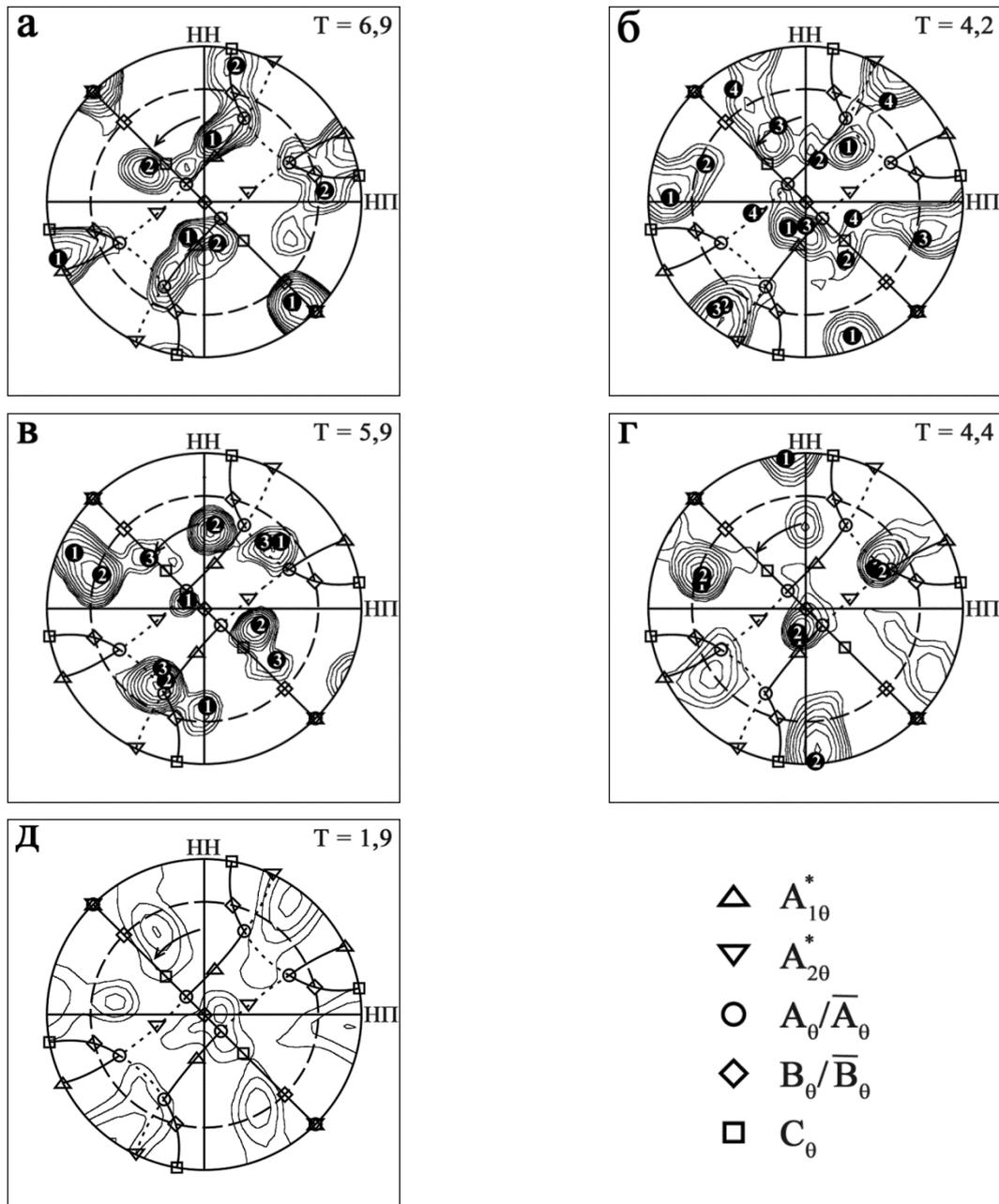


Рисунок 3.16 – Полюсные фигуры $\{111\}$ сплава 1570С, подвергнутого РКУП со степенью деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 2$, (г) $\varepsilon \sim 4$, (д) $\varepsilon \sim 6$ и (е) $\varepsilon \sim 8$. Т – текстурный индекс.

Относительная интенсивность контурных линий: 1/1,3/1,7/2,2/2,8/3,6/4,6/6/7,7/10. Также обозначены идеальные текстурные компоненты и волокна для ГЦК металла при простом сдвиге. γ -волокно обозначено пунктирным кольцом

Границы деформационного происхождения практически свободны от зернограницных дислокаций (рисунок 3.13е). Каких-либо изменений в размерах и объемной доли частиц $Al_3(Sc,Zr)$ и Al_6Mn не обнаружено (рисунок 3.13). Следует отметить, что угол между вытянутыми плоскими границами и направлением последнего сдвига увеличивается с ростом степени деформации (рисунки 3.11в и 3.11г) до $\sim 27^\circ$, что характерно при повороте исходных кубических элементов в процессе сдвига при РКУП [6, 146,153]

3.2.3 Эволюция текстуры при равноканальном угловом прессовании

На рисунке 3.17 представлены функции распределения ориентировок (ФРО) исходного и деформированного сплава 1570С. Обозначены идеальные РКУП ориентировки и текстурные волокна при простом сдвиге для ГЦК металла [146]. В исходном состоянии наблюдается текстура, типичная для ГЦК материала с высокой энергией дефекта упаковки (рисунок 3.17а). Текстурный индекс относительно низкий ($\sim 2,6$). При $\varepsilon \sim 1$ текстурный индекс возрастает до $\sim 4,4$, а интенсивность текстурных компонент $A_\theta/\overline{A}_\theta$ практически не изменяется (рисунок 3.17б), что свидетельствует о том, что при первом проходе достигается моноклиная симметрия [154]. На ФРО присутствует α -волокно $\{111\}$ //Плоскость сдвига [146]. Интенсивность компоненты $A_{2\theta}^*$ высокая, тогда как интенсивность компонент C_θ и $A_{1\theta}^*$ низкая. Наблюдается большое отклонение компонент, принадлежащих α -волокну. Компоненты $A_{2\theta}^*$, C_θ и $A_{1\theta}^*$ отклонены от своих теоретических идеальных позиций на $\sim 30^\circ$, $\sim 25^\circ$ и $\sim 15^\circ$, соответственно. Такие большие отклонения не могут быть отнесены к отклонениям состояния идеального сдвига, поскольку канал матрицы обладает очень острыми углами [146]. Кроме того, при РКУП было использовано противодействие. Из этого следует, что наиболее вероятной причиной таких отклонений, которые различны для разных компонент, является упрочнение, сопровождающееся анизотропией механических свойств, наблюдаемых при деформации [146]. Стоит отметить, что отклонение компонент $B_\theta/\overline{B}_\theta$ составляет менее 10° . β -волокно обнаружено не было.

После второго прохода РКУП исходная моноклиная симметрия почти полностью исчезает, а текстурный индекс снижается до $\sim 3,8$ (рисунок 3.17в). Появление многочисленных компонент, которые неустойчивы при сдвиге, является главной особенностью текстуры при $\varepsilon \geq 2$. Не наблюдается формирование непрерывных α - и β -волокон $\langle 110 \rangle$ //Плоскость сдвига [146]. Развиваются только стабильные текстурные

компоненты волокон. Интенсивность компонент $A_{1\theta}^*$ и $A_{2\theta}^*$ уменьшается, а компонента C_θ исчезает. Смещение компонент $A_{1\theta}^*$ и $A_{2\theta}^*$ составляет около 15° . Главной особенностью является формирование непрерывной линии с углами $\Phi=54.74^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$ и $\varphi_1=0-360^\circ$ в пространстве Эйлера. Эта линия состоит из текстурных компонент $B_\theta/\overline{B_\theta}$ и называется γ -волоком [153]. Заметим, что данное γ -волокно соответствует симметрии вращения плоскости $\{112\}$ вокруг оси Y (TD) и не имеет никакого отношения к хорошо известному γ -волокну, которое соответствует ориентации семейства плоскостей $\{111\}$ параллельно плоскости прокатки [53]. Интенсивность компонент $B_\theta/\overline{B_\theta}$ высокая, однако, интенсивность нестабильного сегмента непрерывного γ -волокон немного слабее (рисунки 3.17в-3.17ж). В целом, это волокно не является стабильным при сдвиге, кроме текстурных компонент $B_\theta/\overline{B_\theta}$ [146]. Несмотря на это, при $\varepsilon \geq 2$ после каждого прохода наблюдается γ -волокно в качестве основного текстурного волокна, которое лишь слегка ослабляется при дальнейшей деформации (рисунки 3.17в-3.17ж). Следует отметить, ФРО, на которых наблюдается непрерывное γ -волокно, получены из относительно большого объема материала, тогда как полюсные фигуры (рисунок 3.16), на которых имеются лишь идеальные текстурные компоненты $B_\theta/\overline{B_\theta}$, получены из небольшого объема материала. Вследствие этого, кольцо, объединяющее компоненты $B_\theta/\overline{B_\theta}$, на полюсных фигурах $\{111\}$ не наблюдается (рисунок 3.16).

При дальнейшей деформации вес стабильных компонент увеличивается, а неустойчивых снижается, кроме тех, которые относятся к γ -волокну (рисунки 3.17г-3.17е). При $\varepsilon \sim 4$ слабая компонента C_θ снова появляется со смещением $\sim 15^\circ$, а компоненты $A_{2\theta}^*$ и $A_{1\theta}^*$ становятся слабыми (рисунок 3.17г). При $\varepsilon \geq 6$ появляется плохо различимое β -волокно (рисунки 3.17д-3.17ж), а при $\varepsilon \geq 8$ наблюдаются все текстурные компоненты, принадлежащие α -волокну (рисунки 3.17е и 3.17ж). Отклонение компонент $A_{1\theta}^*$, $A_{2\theta}^*$ и C_θ составляет менее 10° . Все текстурные компоненты, кроме $B_\theta/\overline{B_\theta}$, слабы (рисунки 3.17д-3.17ж), происходит размытие текстуры при высоких степенях деформации. Текстурный индекс составляет 1,6-2.

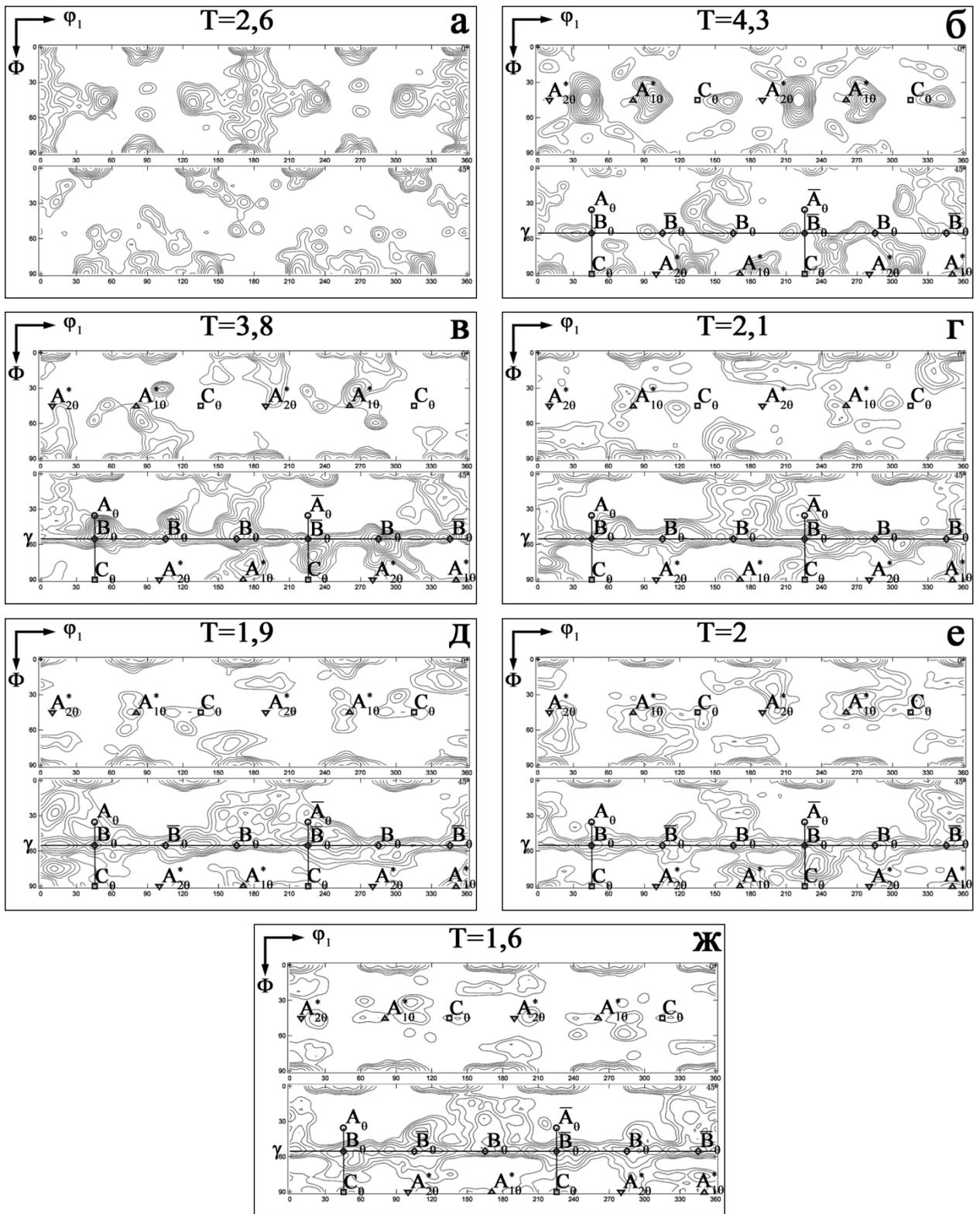


Рисунок 3.17 – Функции распределения ориентировок (срезы при $\varphi_2=0^\circ$ и 45°) в сплаве 1570C в (а) исходном состоянии и подвергнутого РКУП со степенью деформации (а) $\varepsilon \sim 1$, (б) $\varepsilon \sim 2$, (г) $\varepsilon \sim 4$, (д) $\varepsilon \sim 6$, (е) $\varepsilon \sim 8$ и (ж) $\varepsilon \sim 12$. Т – текстурный индекс. Относительная интенсивность контурных линий: 1,4/2/2,8/4/5,6/8/11/16/22/29. На представленных двух срезах содержатся все текстурные компоненты, β -волокно (срез $\varphi_2=45^\circ$) и частично α -волокно [31]

3.2.4 Механизм зеренного измельчения при равноканальном угловом прессовании в сплаве 1570С

Распределение когерентных частиц равномерно по всему объему материала подавляет прерывистый рост зерен в процессе статического отжига между проходами РКУП [30]. Непрерывная динамическая рекристаллизация происходит в процессе РКУП при средних температурах, что видно из роста распределения разориентировок от малоугловых к большеугловым при увеличении степени деформации (рисунок 3.12), размер новых субзерен/(суб)зерен резко уменьшается до $\varepsilon \sim 4$, а затем медленно увеличивается и достигает устойчивого значения при больших степенях деформации (рисунки 3.15а, 3.15б и 3.15в), появляются сильные кристаллографические текстуры (рисунки 3.16 и 3.17) [30,135,153,155-158]. Формирование «окантовки» происходит за счет процесса непрерывной динамической рекристаллизации [53], а не прерывистой динамической рекристаллизации [155,159], подтверждается сочетанию трех факторов. Во-первых, разница в размерах между исходными и рекристаллизованными зернами около 60 раз (рисунки 3.10 и 3.11) [53]. Во-вторых, наличие градиента разориентировки от центра зерна к границам (рисунок 3.14) [6]. Этот градиент увеличивается при приближении к исходным границам (рисунки 3.14а и 3.14б). В-третьих, разбиение исходных границ, вытянутых вдоль направления сдвига, приводит к формированию полос, которые разделяются поперечными границами на ультра мелкие зерна после двух проходов [147,160].

При средних температурах деформации $\sim 0.67 T_m$ МУГ развиваются легко. Формирование полностью рекристаллизованной структуры требует очень высоких степеней деформации, несмотря на то, что трансформация МУГ с разориентировкой $>4^\circ$ в БУГ происходит с высокой скоростью. Низкая скорость зеренного измельчения объясняется тем, что большая часть МУГ, образовавшая после первого и второго проходов являются случайными дислокационными границами, а геометрически необходимые границы с разориентировкой $>4^\circ$ присутствуют в очень небольшом количестве. Эти границы могут быть разделены отдельными подвижными границами, состоящими из дислокаций с противоположным вектором Бюргерса, отдельными дислокациями или аннигилированы благодаря взаимодействию внешних и внутренних дислокаций с противоположным вектором Бюргерса [53,145,160]. В результате, доля этих границ возрастает медленно с увеличением степени деформации (рисунок 3.13). Действительно, общая скорость непрерывной динамической рекристаллизации контролируется формированием трехмерной сетки ГНГ, так как только эти границы

неподвижны и способны увеличить свою разориентировку за счет захвата подвижных дислокаций (рисунок 3.15e). Этот процесс сильно зависит от ориентации зерен.

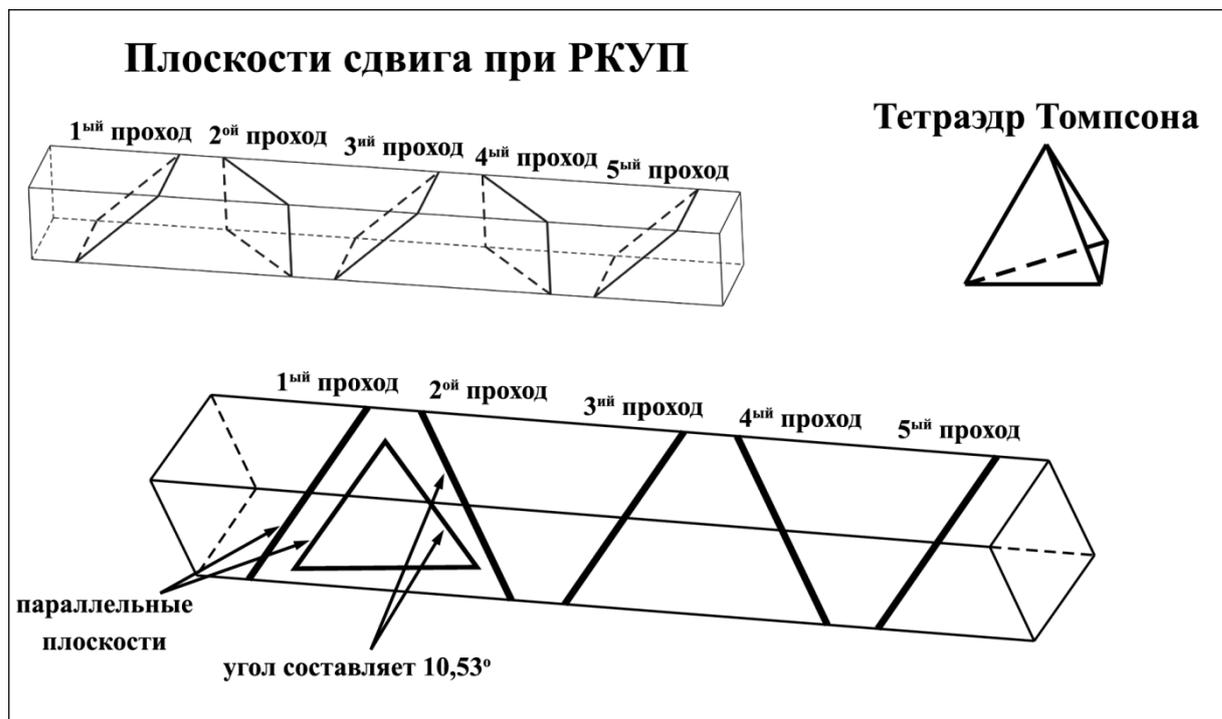


Рисунок 3.18 – Схема сдвига при равноканальном угловом прессовании и угла между плоскостью сдвига и семейством плоскостей $\{111\}$ тетраэдра Томпсона

В зернах, принадлежащих α -волокну, после первого прохода происходит вытягивание исходных границ и плоских ГНГ вдоль наиболее напряженной плоскости $\{111\}$ одновременно и образуется направленная полосовая зеренная структура, обозначаемая как Тип 1. Их последующее разбиение на цепочки субзерен происходит за счет пересечения полос вторичными микрополосами сдвига следующим образом [153]. Плоскость из семейства плоскостей $\{111\}$, в которой действуют максимальные напряжения при первом проходе, не может быть переориентирована на 90° при втором проходе, чтобы в ней снова начали действовать максимальные напряжения (рисунок 3.18). Этот угол слишком велик для переориентировки. В тоже время, при втором проходе существует другая плоскость семейства $\{111\}$, в которой до этого не действовали максимальные напряжения при первом проходе и которая может быть легко повернута на угол между этой плоскостью и плоскостью сдвига ($10,53^\circ$). При втором проходе основное скольжение происходит в этой плоскости, что приводит к появлению вторичных микрополос сдвига, которые пронизывают полосы [153]. Взаимодействие дальнедействующих полей напряжений от ГНГ, содержащих высокую плотность

дислокаций и принадлежащих к разным семействам плоскостей, делает эти границы неподвижными [160]. В результате, после второго прохода начинают появляться цепочки рекристаллизованных зерен (рисунок 3.11б). Однако дислокационные субструктуры, содержащие высокую плотность как отдельных дислокаций, так и трехмерную сетку случайных дислокационных границ с углом разориентировки $\sim 3^\circ$, могут играть роль обычных БУГ при упрочнении [57], предотвращая концентрацию дислокационного скольжения в одной плоскости семейства $\{111\}$ в пределах исходного зерна. Формирование третичных микрополос сдвига останавливается и, таким образом, появления хорошо различимого текстурного α -волокна не происходит. В результате, разбиение полос на (суб)зерна может происходить при $\varepsilon > 2$, в основном благодаря трансформации ГНГ, появившихся на предыдущих проходах, в БУГ. Этот процесс приводит к превращению lamellarной структуры в цепочки рекристаллизованных зерен.

В исходных зернах, отклоненных от стабильной ориентации α - и β -волокон, множественное скольжение приводит к формированию структуры Типа 2 [149,154]. Случайные дислокационные границы с очень низкой разориентировкой захватывают дислокации, имеющие практически нулевую поляризацию, которая эффективно предотвращает рост их разориентировки (рисунок 3.15е). Скользящие дислокации, захваченные этими МУГ, могут аннигилировать с дислокациями, имеющими противоположный вектор Бюргера [161]. Устанавливается динамическое равновесие между количеством дислокаций, испущенных источниками, и количеством дислокаций, аннигилировавших в этих границах. Эти МУГ эффективно закрепляются когерентными частицами $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ [53]. Таким образом, с ростом степени деформации не происходит коагуляции и выпрямления кристаллитов, очерченных этими границами. Трансформация этой структуры в зерна может происходить только за счет разбиения МУГ геометрически необходимыми границами с последующим их превращением в БУГ (рисунок 3.19) [158]. Множественное скольжение в разориентированных кристаллитах приводит к отклонению ориентации многочисленных субзерен от стабильных B_θ/\bar{B}_θ компонент (рисунок 3.19). В результате, может появляться значительный угол между действующими системами скольжения в паре соседних субзерен (№1 и №2 на рисунке 3.19) [148,162,163]. Сегменты границ между соседними субзернами с различной ориентацией начинают играть роль ГНГ и увеличивают их разориентировку с большой скоростью (№1 и №2 на рисунке 3.19). Это преобразование изменяет динамическое равновесие следующим образом: количество дислокаций, испускаемых источниками, практически равно количеству дислокаций, захваченных ГНГ, что увеличивает их разориентировку. Такое поведение обеспечивает измельчение зерна и рост субзерен/(суб)зерен при $\varepsilon \geq 6$ (рисунок 3.15б) за счет

уравновешивания натяжения границ [53]. Кроме того, разделение и миграция границ с малоуголовой и высокоуголовой разориентировкой, благодаря зернограничному проскальзыванию, ускоряют трансформацию сегментов МУГ в БУГ [164,165]. Важно отметить, что сплав 1570С демонстрирует превосходные сверхпластические свойства при 300°C и высоких скоростях деформации, характерные для РКУП [6,31].

При первом проходе формирование трехмерной сетки ГНГ происходит при ориентации, близкой к стабильным $B_\theta/\overline{B_\theta}$ компонентам, за счет пересечения микрополос сдвига, принадлежащих двум некопланарным семействам плоскостей. [150,151,153]. Этот тип структуры, Тип 3, легко превращается в зеренную структуру, которая приводит к полной рекристаллизации в некоторых областях при низких степенях деформации. Однако доля таких областей низка. Рост доли рекристаллизованных зерен при $\epsilon \geq 2$ связан с переходом структуры Типа 2 с нестабильно ориентацией в структуру Типа 3 со стабильной ориентацией, близкой к $B_\theta/\overline{B_\theta}$ компонентам (№3 на рисунке 3.19). Эта ориентация расположена вдоль γ -волокна. Тем не менее, (суб)зерна с ориентацией $B_\theta/\overline{B_\theta}$ окружены другими (суб)зернами, имеющими нестабильную ориентацию (№3 на рисунке 3.19). В результате, все сегменты границ (суб)зерен с ориентацией $B_\theta/\overline{B_\theta}$ фактически являются сильно развернутыми ГНГ и эти (суб)зерна легко трансформируются в зерна. Таким образом, образование γ -волокна (рисунки 3.17в-3.17ж) связано с увеличением $V_{БУГ}$ и $\theta_{ср}$ в интервале степеней деформации от 4 до 8 (рисунок 3.15г) [153]. Формирование отдельных сегментов БУГ (рисунок 3.18) для ориентаций, принадлежащих γ -волокну, способствует постепенной трансформации МУГ в БУГ с ростом степени деформации и позволяет, в итоге, сформировать полностью рекристаллизованную структуру.

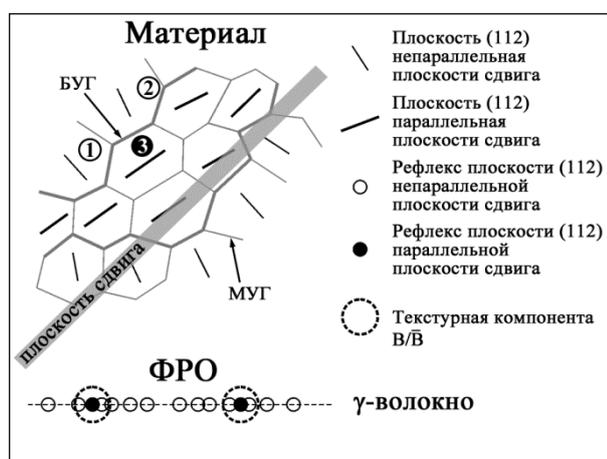


Рисунок 3.19 – Схема формирования γ -волокна

Таким образом, формирование геометрически необходимых границ и их последующее превращение в плоские субграницы, которые легко набирают разориентировку при деформации, играют основную роль в процессе зеренного измельчения сплава системы Al-Mg-Sc-Zr при средних температурах равноканального углового прессования. Локализованный простой сдвиг при РКУП, который в значительной степени способствует эволюции ГНГ, является чрезвычайно важным для процесса непрерывной динамической рекристаллизации в алюминиевых сплавах.

3.5 Выводы по главе

Было изучено влияние частиц второй фазы на микроструктуру в алюминиевом сплаве 1561 в процессе РКУП до степени деформации ~ 12 при 300°C . Была изучена эволюция микроструктуры сплава 1570С, подвергнутого РКУП до степени деформации ~ 12 при 300°C .

1. В сплавах 1561 и 1570С равноканальное угловое прессование при температуре $\sim 300^\circ\text{C}$ по маршруту V_C до степени деформации ~ 12 приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры со средним размером зерна около 0,6-0,8 мкм. На начальной стадии деформации трехмерная сеть МУГ формируется однородно внутри исходных зерен и вдоль исходных границ. Дальнейшая деформация приводит к постепенной трансформации МУГ в БУГ. Формирование геометрически необходимых границ играет основную роль в инициации процесса непрерывной динамической рекристаллизации.

2. Средняя температура гомогенизации 360°C сплава 1561 приводит к выделению равноосных частиц Al_6Mn со средним размером ~ 25 нм. Эти частицы обладают высокой стабильностью при температуре $\sim 300^\circ\text{C}$ и столь же эффективны, так и $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ дисперсоиды. Наличие частиц Al_6Mn способствует стабилизации новых границ зерен в процессе деформации и отжига. В процессе высокотемпературной гомогенизации при 440 и 500°C образуются крупные частицы Al_6Mn пластинчатой формы. Укрупнение зерна происходит из-за низкой тормозящей силы Зинера, создаваемой крупными частицами Al_6Mn , которой является недостаточной для сдерживания роста зерен в процессе отжига между проходами РКУП.

ГЛАВА 4 ВЛИЯНИЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА СВОЙСТВА СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg

4.1 Механические свойства сплава 1561 после различных режимов гомогенизации

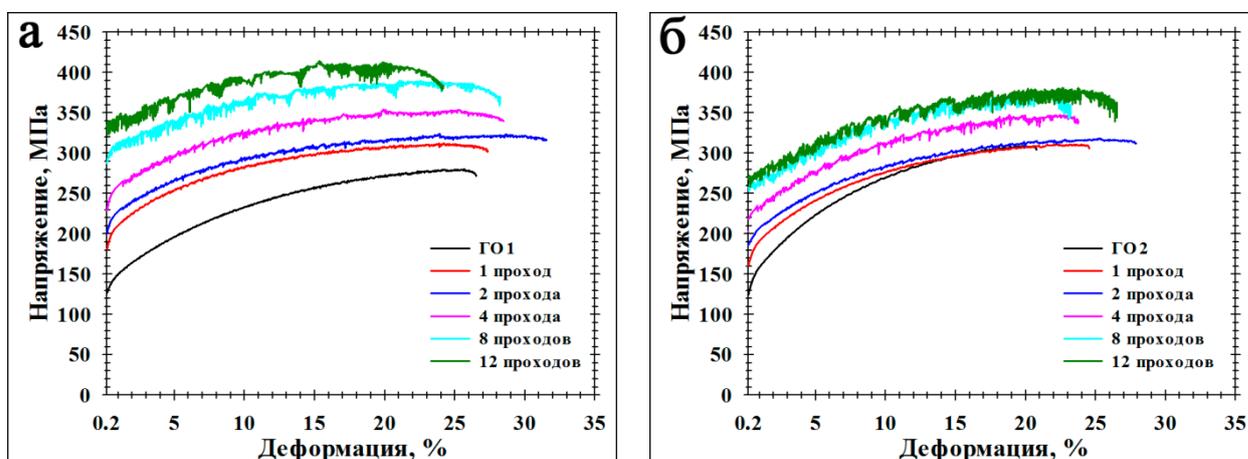


Рисунок 4.1 – Кривые растяжения сплавов (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2 в различных состояниях

Кривые растяжения сплава 1561 представлены на рисунке 4.1. Предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B) и удлинение до разрушения (δ) собраны в таблицах 4.1 и 4.2. Предел текучести увеличивается, а упрочнение при растяжении уменьшается с ростом количества проходов РКУП в обоих состояниях (см. рисунок 4.1 и таблицы 4.1 и 4.2). Однако, при $\varepsilon \sim 12$, упрочнение при растяжении (представленное в таблицах 4.1 и 4.2 отношение $\sigma_B/\sigma_{0,2}$) сохраняется на достаточно высоком уровне, чтобы предотвратить нестабильность пластического течения. В результате, сплав демонстрирует высокую пластичность после интенсивной пластической деформации во всех состояниях (см. рисунок 4.1 и таблицы 4.1 и 4.2). В состоянии после гомогенизации предел текучести в обоих сплавах одинаков. В сплаве 1561-ГО1 прирост значений предела текучести и предела прочности после всех проходов выше, чем в сплаве 1561-ГО2 (таблицы 4.1 и 4.2). Вследствие этого, упрочнение сплава 1561-ГО1, содержащего сферические наноразмерные частицы фазы Al_6Mn , в процессе РКУП более эффективно, чем в сплаве 1561-ГО2, содержащем крупные пластинчатые частицы Al_6Mn .

С ростом числа проходов РКУП наблюдается появление осцилляций на кривых деформации (рисунок 4.1). Появление этих осцилляций ассоциируется с эффектом Портевена-Ле Шателье (ПЛШ), который свидетельствует о динамическом деформационном старении [58,166-169]. После второго прохода в обоих сплавах наблюдается так называемый тип А ПЛШ эффекта, который характеризуется резким

скачком напряжения с последующим падением до или ниже основного уровня напряжения на кривой деформации. Критическое напряжение, при котором появляется на кривых деформации ПЛШ эффект [58,167-169], уменьшается с ростом количества проходов. При $\varepsilon \geq 4$ ПЛШ эффект появляется сразу после достижения предела текучести (рисунок 4.1). Кроме того, наблюдается постепенная трансформация типа А в совокупность типов С+А и А+В в сплавах 1561-ГО1 и 1561-ГО2, соответственно (рисунок 4.1) [58,166-169]. Таким образом, интенсивная пластическая деформация способствует появлению динамическому деформационному старению и ПЛШ эффекту.

Таблица 4.1 – Механические свойства сплава 1561-ГО1

Состояние	Свойства вдоль оси деформации		
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Пластичность, %
ГО1	125	280	27
РКУП 1 проход	180	310	28
РКУП 2 прохода	200	325	32
РКУП 4 прохода	230	355	29
РКУП 8 проходов	285	390	28
РКУП 12 проходов	335	415	24

Таблица 4.2 – Механические свойства сплава 1561-ГО2

Состояние	Свойства вдоль оси деформации		
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Пластичность, %
ГО2	125	310	21
РКУП 1 проход	160	310	24
РКУП 2 прохода	185	320	28
РКУП 4 прохода	220	345	24
РКУП 8 проходов	255	375	23
РКУП 12 проходов	270	380	26

4.1.1 Фрактография после разрушения

В обоих сплавах наблюдается транскристаллитный характер разрушения (рисунок 4.2). Однако имеется разница в размере ямок и их распределении по поверхности излома. В сплаве 1561-ГО1 при $\varepsilon \sim 1$ наблюдаются очень мелкие ямки хорошо различной конической формы (рисунок 4.2а). Частицы вторых фаз на поверхности излома не были обнаружены. Поверхность излома практически не меняется вплоть до $\varepsilon \sim 12$. При $\varepsilon \sim 12$ наблюдается неравномерное распределение ямок (рисунок 4.2б). Крупные и глубокие ямки чередуются с очень мелкими. В некоторых областях образцов, подвергнутых интенсивной пластической деформации, соседние микронесплошности могут объединяться и расти до больших размеров. Однако материал сохраняет пластичность.

В сплаве 1561-ГО2 при $\varepsilon \sim 1$ на поверхности излома наблюдаются ямки различного размера (рисунок 4.2в). Увеличение количество проходов (в данном случае до 4) приводит к росту такого рода неоднородностей. Небольшая доля крупных микропор зарождаются на границах зерен (рисунок 4.2г). Однако транскристаллитный излом является доминирующей особенностью. При $\varepsilon \sim 12$ крупные частицы вторых фаз наблюдаются на дне крупных ямок конической формы (рисунок 4.2д). Очевидно, что скопления крупных частиц инициируют объединения микропор и приводят к образованию ямок конической формы. Таким образом, влияние РКУП на характер разрушения при растяжении незначительно. Оба сплава сохраняют высокую пластичность.

4.1.2 Анализ механизмов упрочнения в сплаве 1561

Анализ результатов эксперимента показал, что увеличение предела текучести сплава 1561 в процессе интенсивной пластической деформации может быть связан с тремя механизмами: зернограницное упрочнение, зависящее от расстояния между БУГ и МУГ [50], которые являются непрозрачными для движения дислокаций; дислокационное упрочнение, зависящее от плотности дислокаций в зернах и (суб)зернах и динамического деформационного старения [50,58,166-170]. Дисперсионное упрочнение не влияет на прирост предела текучести, так как РКУП не оказывает какого-либо заметного эффекта на частицы вторых фаз (таблицы 4.3 и 4.4). Тем не менее, дисперсоиды фазы Al_6Mn создают вклад в предел текучести сплава 1561.

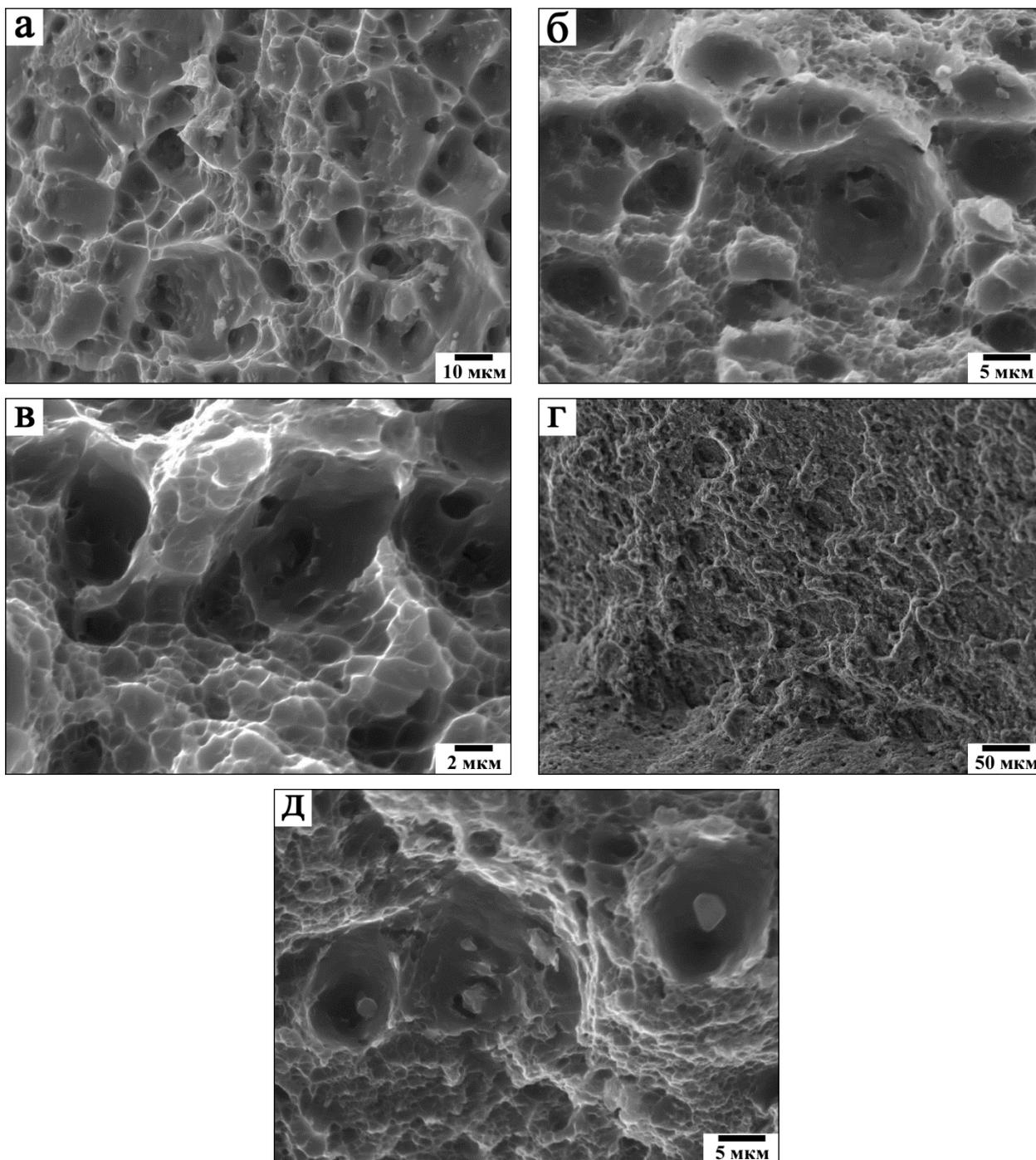


Рисунок 4.2 – Поверхность разрушения сплава 1561-ГО1, подвергнутого (а) 1 и (б) 12 проходам РКУП, и сплава 1561-ГО2, подвергнутого (в) 1, (г) 4 и (д) 12 проходам РКУП, соответственно

Таблица 4.3 – Микроструктурные параметры сплава 1561-ГО1

Состояние	Средний диаметр частиц Al ₆ Mn, нм	Объемная доля частиц Al ₆ Mn, %	Расстояние между границами, мкм*	Плотность дислокаций, м ⁻²
ГО1	25	0,076	250	10 ¹²
РКУП 1 проход	25	0,076	4,9	1,3×10 ¹⁴
РКУП 2 прохода	24	0,076	3,5	1,2×10 ¹⁴
РКУП 4 прохода	24	0,076	1,9	1,5×10 ¹⁴
РКУП 8 проходов	22	0,076	0,6	8×10 ¹³
РКУП 12 проходов	22	0,076	0,55	7,7×10 ¹³

*Среднее расстояние между МУГ с углом разориентировки $\geq 2^\circ$.

Таблица 4.4 – Микроструктурные параметры сплава 1561-ГО2

Состояние	Средний диаметр частиц Al ₆ Mn, нм	Объемная доля частиц Al ₆ Mn, %	Расстояние между границами, мкм*	Плотность дислокаций, м ⁻²
ГО2	100	0,076	250	10 ¹²
РКУП 1 проход	100	0,076	6	4,9×10 ¹³
РКУП 2 прохода	100	0,076	6,6	4,6×10 ¹³
РКУП 4 прохода	100	0,076	2	3,9×10 ¹³
РКУП 8 проходов	100	0,076	1,8	3,8×10 ¹³
РКУП 12 проходов	100	0,076	1,7	3,8×10 ¹³

*Среднее расстояние между МУГ с углом разориентировки $\geq 2^\circ$.

Предполагается, что все вклады складываются аддитивно [50,51]. Таким образом, предел текучести сплава 1561 в двух различных гомогенизированных состояниях может быть представлен согласно формуле (1.1):

$$\sigma = \sigma_0^{Al} + \sigma_{SS} + \sigma_p + \sigma_d + \sigma_{GB}, \quad (4.1)$$

где σ_0^{Al} – напряжение трения кристаллической решетки в чистом алюминии, $\sigma_{тр}$ – вклад твердорастворного упрочнения, $\sigma_{дисп}$ – вклад дисперсионного упрочнения от частиц, σ_d – вклад дислокационного упрочнения и $\sigma_{зг}$ – вклад зернограничного упрочнения.

Напряжение трения кристаллической решетки (σ_0^{Al}) в чистом алюминии составляет ~10 МПа [37,50,59,171].

Практически весь марганец в сплавах 1561-ГО1 и 1561-ГО2 находится в виде некогерентных частиц, препятствующих движению дислокаций [59]. Поэтому твердорастворное упрочнение определяется содержанием магния в твердом растворе согласно формуле 1.5. Кроме того, в сплаве присутствуют и другие примесные атомы. Таким образом, вклад твердорастворного упрочнения может быть описан как:

$$\sigma_{SS} = \sigma_{trace} + H_{Mg} C_{Mg}^n, \quad (4.2)$$

где вклад примесных атомов σ_{trace} приблизительно равен 24 МПа [59], $H_{Mg} = 13.8$

МПа/(вес.% Mg) [172], $n = 1$ для Al-Mg сплавов [54,172], C_{Mg} - концентрация магния в весовых процентах.

Вклад дисперсионного упрочнения, вносимого частицами Al_6Mn , осуществляется по механизму Орована по формуле 1.2, которая может быть записана как [37]

$$\sigma_p = (3,1)(0,84Gb)/\lambda, \quad (4.2)$$

где G – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, λ – эффективное расстояние между частицами.

Вклад дисперсионного упрочнения, оказываемого пластинчатыми частицами Al_6Mn в сплаве 1561-ГО2, очень мал (рисунок 4.3). Этот же вклад, образованный наноразмерными сферическими частицами в сплаве 1561-ГО1, выше в 4 раза (рисунок 4.3). Однако это значение мало относительно вкладов других механизмов.

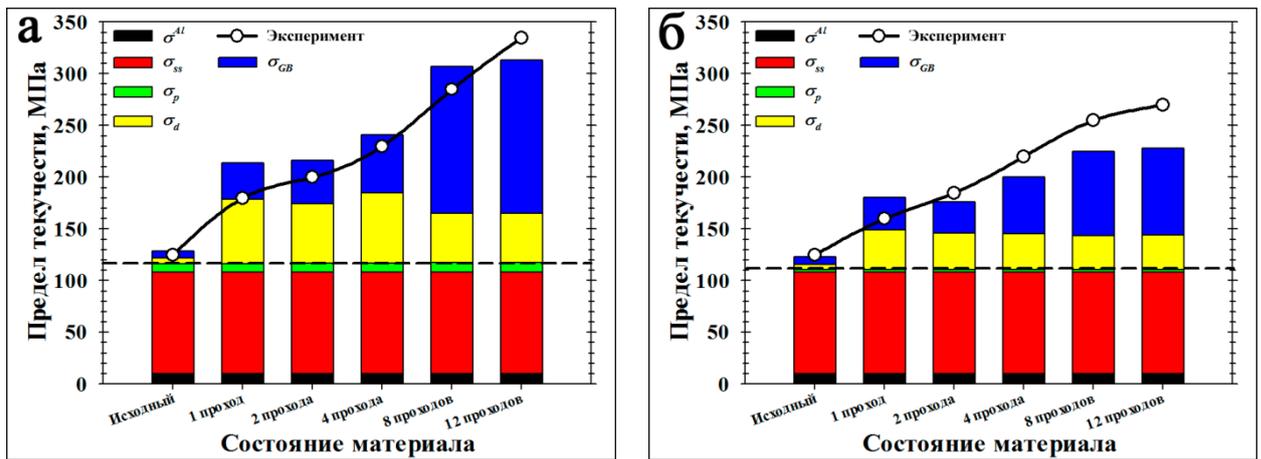


Рисунок 4.3 – Сравнение экспериментально полученного и расчетного предела текучести в сплавах (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2. Горизонтальная пунктирная линия – неизменяемый параметр σ_0^{AlMg} , который не зависит от количества проходов РКУП

Традиционный метод подсчета коэффициента Холла-Петча основан на следующей формуле:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_o + k_y d^{-0.5}, \quad (4.3)$$

где σ_o – напряжение трения решетки, k_y – коэффициент Холла-Петча, d – размер зерна. Напряжение трения решетки является неизменяемым параметром при деформации. В случае сплава системы Al-Mg, содержащего легирующие элементы и вторые фазы, этот параметр можно записать в виде [50,173,174]:

$$\sigma_0^{AlMg} = \sigma_o^{Al} + \sigma_{SS} + \sigma_p, \quad (4.4)$$

где σ_o^{Al} – предел текучести чистого алюминия, σ_{SS} – вклад твердорастворного упрочнения, σ_p – дисперсионное упрочнение. Значение параметра σ_0^{AlMg} приблизительно равно ~ 117 и ~ 110 МПа для сплавов 1561-ГО1 и 1561-ГО2, соответственно, и не зависит от размеров зерна и количества проходов РКУП. Упрочнение, связанное с сопротивлением движению дислокаций границами, описывается второй частью формулы 3.6. Однако, эта формула не может описать взаимосвязь структуры и прочности в алюминии с маленьким размером зерна, полученном при интенсивной пластической деформации, из-за того, что зернограничное и дислокационное упрочнение зависят от степени деформации (таблицы 4.3 и 4.4) [50]. Оценка влияния размера зерна на предел текучести в материалах с ГЦК решеткой и высокой плотностью дислокаций ($\rho \sim 10^{14} \text{ м}^{-2}$) без учета вклада деформационного упрочнения приводит к получению завышенного значения k_y из формулы 3.6 [37]. Вдобавок, МУГ с малым углом разориентировки могут вносить вклад в дислокационное упрочнение, а МУГ со средним углом разориентировки

могут оказывать зернограничное упрочнение [3,50,57,68,173,175]. Таким образом, значение k_y связано не только с размером зерна в УМЗ материалах, полученных методами ИПД. Рост предела текучести свыше 117 и 110 МПа для сплавов 1561-ГО1 и 1561-ГО2, соответственно, при РКУП является следствием увеличения вкладов дислокационного и зернограничного упрочнений. В связи с этим была предложена следующая «составная» формула Холла-Петча, основанная на линейном сложении вкладов от дислокаций и границ [50,51,57]:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0^{AlMg} + \sigma_{GB} + \sigma_d \quad (4.4)$$

Дислокационное упрочнение описывается формулами 1.6 и 1.7. В случае, если учитывать свободные решеточные дислокации и дислокации, накопленные в МУГ с углом разориентировки $\leq 2^\circ$, вклад дислокационного упрочнения оказывается чрезвычайно большим, а коэффициент Холла-Петча завышенным. Таким образом, предполагается, что МУГ с разориентировкой $< 2^\circ$, сформированные в процессе РКУП при средней температуре, являются прозрачными для движения дислокаций. При теплой деформации перестройка решеточных дислокаций в такие МУГ приводит к их трансформации в упорядоченные субграницы [53], у которых отсутствуют дальнедействующие поля напряжений. ПЭМ показала отсутствие таких полей. Скользящие дислокации могут легко пересекать субграницу, расстояние между дислокациями в которой $\sim 30b$. Это расстояние было рассчитано как:

$$d_{dis} = b/\theta, \quad (4.5)$$

где θ – критический угол 2° . Таким образом, МУГ с углом разориентировки менее данного критического угла не вносят вклад в дислокационное и зернограничное упрочнения и расчет проводится по формуле 1.6 без учета ρ_{LABs} .

Вклад границ зерен в предел текучести может быть посчитан как

$$\sigma_{GB} = k_y d_{GB}^{-1/2}, \quad (4.6)$$

где d_{GB} – среднее расстояние между границами с углом разориентировки выше 2° . Это расстояние было рассчитано по данным EBSD анализа (таблицы 4.3 и 4.4) [50]. Следует отметить, что РКУП от 1 до 6 проходов приводит к вытягиванию исходных зерен и формированию ламельной структуры. В связи с этим параметр d_{GB} в формуле 3.9 учитывается как двойное среднее расстояние между границами [51]. Коэффициент $k_y \sim 0,11$ МПа \times м $^{1/2}$ был рассчитан на основе рисунка 4.4. Следует отметить, что такой подход исключает влияние изменения плотности дислокаций на коэффициент Холла-Петча [50,59,172,176-179]. Зависимость Холла-Петча для сплава 1561-ГО1 может быть записана как

$$\sigma_{0.2} = 117 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0.11 \times d_{GB}^{-1/2}. \quad (4.7)$$

Для сплава 1561-ГО2 зависимость Холла-Петча будет иметь аналогичный вид:

$$\sigma_{0.2} = 110 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0.11 \times d_{GB}^{-1/2}. \quad (4.8)$$

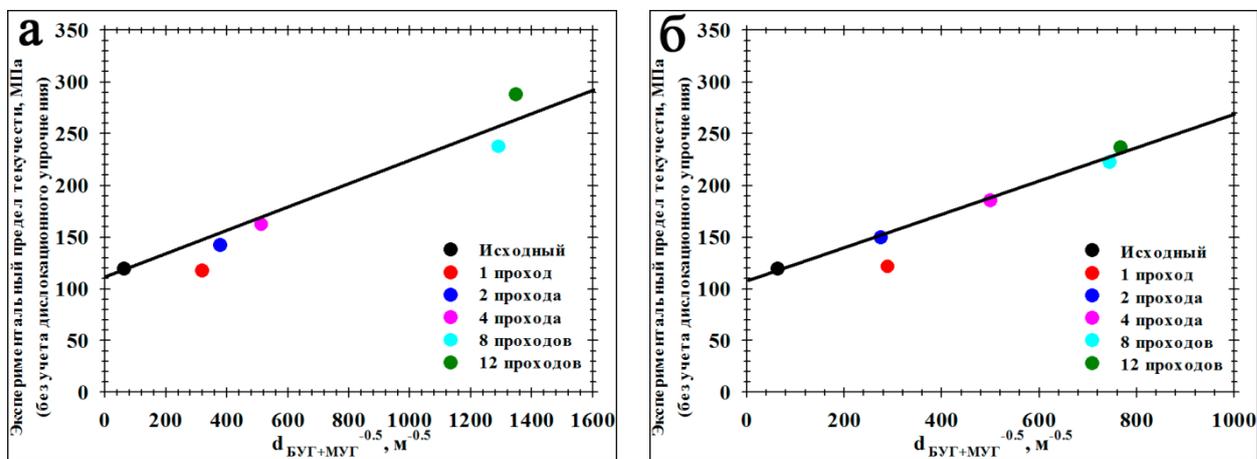


Рисунок 4.4 – Зависимость экспериментального предела текучести от расстояния между БУГ и МУГ в сплавах (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2. Параметр $d_{БУГ+МУГ}$ – среднее расстояние между БУГ и МУГ с разориентировкой $\geq 2^\circ$

Разница между экспериментальными значениями предела текучести и расчетными не превышает 19% для сплава 1561-ГО1 и 15% для сплава 1561-ГО2.

Таким образом, в сплаве 1561 увеличение предела текучести при РКУП при средней температуре происходит за счет формирования новых границ с разориентировкой $> 2^\circ$ и увеличения плотности дислокаций в отличие от алюминия [50] и Al-Mg сплавов [9-13], подвергнутых интенсивной пластической деформации при низких температурах, в которых прирост предела текучести осуществляется благодаря появлению новых границ с разориентировкой $\geq 2^\circ$. Холодная деформация в сплавах Al-Mg приводит к формированию МУГ с нерегулярной дислокационной структурой [180], которые вносят вклад в дислокационное и зернограничное упрочнения одновременно. По этой причине предел текучести сплава 1561, подвергнутого РКУП при 300°C , немного ниже, чем Al-Mg сплава, подвергнутого РКУП при температуре от 20 до 200°C , несмотря на содержание магния [3,6,9-13]. Холодная деформация Al-Mg сплавов [8,181] обеспечивает большее увеличение предела текучести, чем предсказывает традиционное уравнение Холла-Петча, за счет МУГ деформационного происхождения, которые играют важную роль в упрочнении. Теплая деформация обеспечивает умеренный прирост предела текучести, так как только БУГ и свободные решеточные дислокации вносят вклад в увеличение предела текучести. Однако пластичность таких сплавов в 2-3 раза выше, чем холоднодеформированных [3,6,9-13].

Следовательно, сплав системы Al-Mg-Mn-Zr, подвергнутый тепловой деформации сочетает баланс прочности и пластичности [182]. Оптимизация дисперсности может дополнительно повышать предел текучести при РКУП.

4.2 Механические свойства сплава 1570С после равноканального углового прессования

Инженерные кривые напряжение-деформация сплава 1570С представлены на рисунке 4.5. Значения предела текучести, предела прочности и удлинения до разрушения представлены в таблице 4.5. Форма кривой, тип осцилляций на кривой, их амплитуда и предел текучести сильно зависят от состояния материала. В исходном состоянии, а также после первого и второго проходов РКУП наблюдается интенсивное деформационное упрочнение и схожая параболическая форма кривых деформации. Повторяющиеся осцилляции являются проявлением эффекта Портевена-Ле Шателье, который возникает из-за деформационного старения в алюминиевых сплавах [167,175,183,184]. Амплитуда возрастает в два раза после первого прохода РКУП, сохраняется практически на одном уровне при степени деформации от 2 до 4 и затем возрастает с увеличением количества проходов (таблица 4.5). РКУП приводит к смещению начала появления осцилляций в сторону уменьшения степени деформации при растяжении [185-187]. При $\epsilon \geq 4$ появляется плато с осцилляциями, которое представляет из себя высокочастотные колебания между нижним и верхним пределами текучести [184,185,187]. Важно отметить, что величина амплитуды этих осцилляций в сплаве 1570С в 5 раз выше, чем в сплаве Al-7% Mg [176] и в сплаве 1561-ГО1, имеющем мелкие некогерентные частицы Al₆Mn.

Величина деформационного упрочнения при растяжении уменьшается с ростом числа проходов РКУП. Коэффициент деформационного упрочнения при растяжении, определяемый как отношение предела прочности к пределу текучести (таблица 4.5) уменьшается в 3,5 раза после 12 проходов РКУП. В результате, значение предела прочности исходного материала и при $\epsilon \geq 6$ остается примерно одинаковым. Кроме того, РКУП с малым числом проходов приводит к снижению предела прочности. Таким образом, РКУП приводит к 42%-процентному приросту предела текучести и не оказывает никакого положительного эффекта на предел прочности. Изменения значений пластичности сплава 1570С коррелируют с изменениями значений предела прочности (таблица 4.5) и не коррелируют с коэффициентом деформационного упрочнения, который считается важным для достижения высоких значений удлинения до разрушения [6,176,188,189]. Пластичность после 12 проходов РКУП была даже немного выше, чем в

исходном состоянии, несмотря на значительную разницу в коэффициенте деформационного упрочнения.

Таблица 4.5 – Механические свойства сплава 1570С

Состояние	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Коэффициент деформационного упрочнения	ПЛШ амплитуда, МПа	Пластичность, %
Исходное	245	415	1,7	12	23
РКУП 1 прохода	250	375	1,5	20	26
РКУП 2 прохода	265	380	1,43	18	19,5
РКУП 4 прохода	290	380	1,31	18	19
РКУП 6 проходов	315	425	1,35	22	18
РКУП 8 проходов	345	420	1,22	24	27
РКУП 12 проходов	350	420	1,2	26	27,5

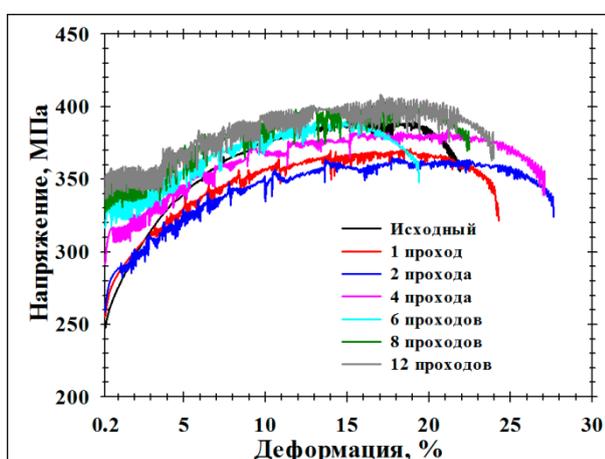


Рисунок 4.5 – Кривые растяжения сплава 1570С

4.2.1 Анализ механизмов упрочнения в сплаве 1570С

Равноканальное угловое прессование оказывает значительное влияние на структуру и механические свойства сплава 1570С. В этом разделе рассматриваются механизмы упрочнения для раскрытия взаимосвязи между структурой и пределом текучести. Вклад всех механизмов в упрочнение описывается формулой, аналогичной формуле 4.4:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0^{AlMgSc} + \sigma_{GB} + \sigma_d, \quad (4.9)$$

где значение σ_0^{AlMgSc} включает в себя предел текучести чистого алюминия, вклад твердорастворного упрочнения и дисперсионного упрочнения от частиц $Al_3(Sc,Zr)$.

Таблица 4.6 – Структурные параметры сплава 1570С

Состояние	Расстояние между границами, мкм*	Плотность дислокаций, m^{-2}	Средний диаметр частиц $Al_3(Sc,Zr)$, нм	Объемная доля частиц $Al_3(Sc,Zr)$, %
Исходное	5,5	1×10^{13}	4,5	0,1
РКУП 1 проход	1,5	4×10^{13}	4,5	0,1
РКУП 2 прохода	1,95	1×10^{14}	4,5	0,1
РКУП 4 прохода	0,75	7×10^{13}	4,5	0,1
РКУП 6 проходов	0,5	9.5×10^{13}	4,5	0,1
РКУП 8 проходов	0,51	6×10^{13}	4,5	0,1
РКУП 12 проходов	0,55	5×10^{13}	4,5	0,1

*Среднее расстояние между МУГ с углом разориентировки $\geq 2^\circ$

Напряжение трения кристаллической решетки (σ_0^{Al}) в чистом алюминии составляет ~10 МПа [37,50,59,171].

Твердорастворное упрочнение описывается согласно формуле 1.5. Так как частиц β -фазы (Mg_5Al_8) не было обнаружено, был сделан вывод, что весь магний (~5,4 вес.%) находится в твердом растворе. Также, сплав был легирован марганцем (~0,37 вес.%). Высокая скорость охлаждения с последующей низкотемпературной гомогенизацией привели к тому, что практически весь марганец сохранился в твердом растворе [54,59]. Кроме того, в сплаве присутствуют и другие примесные атомы. Таким образом, вклад твердорастворного упрочнения может быть описан как:

$$\sigma_{SS} = \sigma_{trace} + H_{Mg} C_{Mg}^n + H_{Mn} C_{Mn}^m, \quad (4.10)$$

где вклад примесных атомов σ_{trace} приблизительно равен 24 МПа [59], $H_{Mg} = 13.8$ МПа/(вес.% Mg) [172], $n = 1$ для Al-Mg сплавов [54,172], C_{Mg} - концентрация магния в

весовых процентах, $H_{Mn} = 18.35 \text{ МПа}/(\text{вес.}\% \text{ Mn})$ [59], $m = 0.9$ для Al-Mg сплавов [54,172], C_{Mn} - концентрация магния в весовых процентах.

В сплавах системы Al-Mg-Sc-Zr дисперсионный вклад связан с когерентными частицами $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. В работе [37] показано, что механизм взаимодействия дислокаций с частицами зависит от размеров этих частиц. При диаметре $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ частиц ~ 25 нм происходит переход с механизма перерезания на механизм огибания (механизм Орована) [37]. При большем значении диаметра частиц критическое напряжение для огибания частиц дислокациями меньше, чем для перерезания. При меньшем размере – происходит перерезание частиц дислокациями. В данном сплаве 1570С диаметр частиц $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ во всех состояниях составляет около 9 нм (таблица 4.6). Следовательно, взаимодействие идет по механизму перерезания частиц движущимися дислокациями:

$$\sigma_p = M \frac{\gamma^{1.5}}{b^2} \left(\frac{rf}{G} \right)^{0.5}, \quad (4.11)$$

где M – фактор Тейлора, G – модуль сдвига (25,4 ГПа), b – вектор Бюргерса (0,286 нм), f – объемная доля частиц (таблица 4.6), γ – энергия антифазной границы, r – радиус частиц (таблица 4.6). Фактор Тейлора был рассчитан согласно EBSD данным для растяжения вдоль оси деформации. Значение этого параметра варьируется от 2,8 до 3,16 (рисунки 3.10 и 3.11). Точное значение энергии антифазной границы трудно рассчитать. Обычно оно варьируется от 0,1 до 0,67 Дж/м² в зависимости от метода расчета [37]. В данном случае значение антифазной энергии было принято равным 0,185 Дж/м² как рекомендовано в работе [37].

Расчет вклада дислокационного упрочнения описывается формулой 1.6 и был детально рассмотрен в разделе для сплавов 1561-ГО1 и 1561-ГО2. Расчет этого вклада для сплава 1570С проведен аналогично с учетом структурных параметров, представленных в таблице 4.6.

Вклад границ зерен в предел текучести может быть посчитан по формуле 4.6. Среднее расстояние было рассчитано по данным EBSD анализа (таблицы 4.6) [50]. Следует отметить, что РКУП от 1 до 6 проходов приводит к вытягиванию исходных зерен и формированию ламельной структуры. В связи с этим параметр d_{GB} в формуле 3.9 учитывается как двойное среднее расстояние между границами [51]. Коэффициент $k_y \sim 0,11 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$ был рассчитан на основе рисунка 4.6. Следует отметить, что такой подход исключает влияние изменения плотности дислокаций на коэффициент Холла-Петча [50,59,172,176-179]. Зависимость Холла-Петча для сплава 1570С может быть записана как

$$\sigma_{0.2} = 155 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2}. \quad (3.15)$$

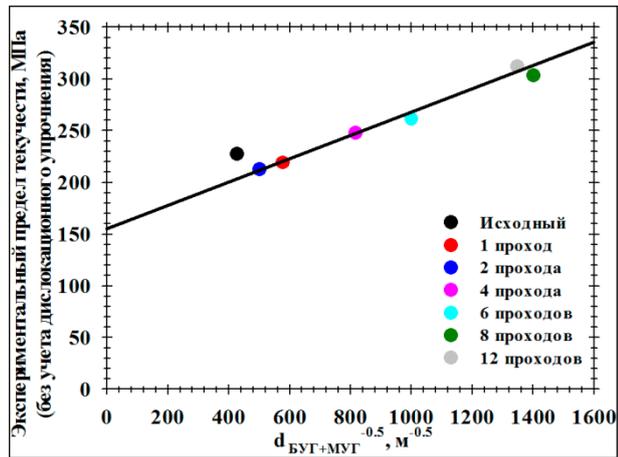


Рисунок 4.6 – Зависимость экспериментального предела текучести от расстояния между БУГ и МУГ в сплаве 1570С. Параметр $d_{HABs+LABs}$ – среднее расстояние между БУГ и МУГ с разориентировкой $\geq 2^\circ$

Разница между экспериментальными значениями предела текучести и расчетными не превышает 11% (рисунок 4.7). Из рисунка 4.7 видно, что на первых двух проходах РКУП прирост предела текучести происходит за счет вклада дислокационного упрочнения. При $\varepsilon \geq 4$ увеличение предела текучести осуществляется благодаря измельчению зерна. Дислокационное упрочнение играет важную, но не главную роль. Таким образом, формирование УМЗ структуры и повышение плотности дислокаций являются необходимыми условиями для получения высокопрочных сплавов Al-Mg-Sc-Zr.

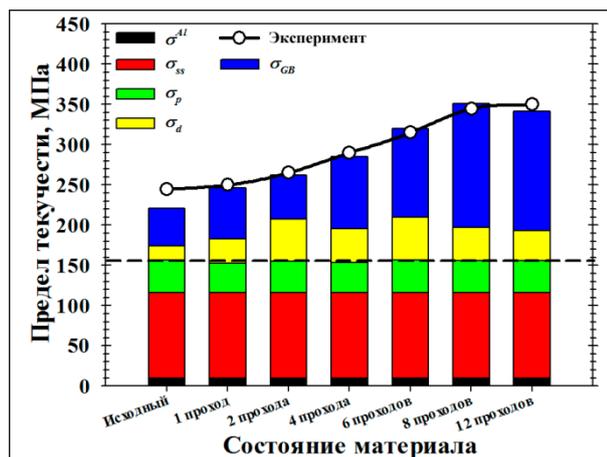


Рисунок 4.7 – Сравнение экспериментально полученного предела текучести и расчетного в сплаве 1570С. Горизонтальная пунктирная линия – неизменяемый параметр σ_0^{AlMgSc} , который не зависит от количества проходов РКУП

4.3 Выводы по главе

Было изучено влияние частиц второй фазы на механические свойства в алюминиевом сплаве 1561 в процессе РКУП до степени деформации ~ 12 при 300°C . Была изучена эволюция микроструктуры и механические свойства сплава 1570С, подвергнутого РКУП до степени деформации ~ 12 при 300°C . Проведен детальный анализ механизмов упрочнения.

1. Равноканальное угловое прессование при 300°C приводит к повышению прочности сплавов системы Al-Mg. В сплаве 1561, содержащем наноразмерные частицы Al_6Mn , предел текучести и предел прочности возрастают на 168% и 48%, соответственно, после 12 проходов. В сплаве 1561, содержащем крупные пластинчатые частицы Al_6Mn , предел текучести и предел прочности возрастают на 116% и 23%, соответственно, после 12 проходов. В сплаве 1570С равноканальное угловое прессование при 300°C приводит к приросту предела текучести почти в 1,5 раза, предел прочности практически не изменяется. Сплавы показали высокую пластичность.

2. Анализ механизмов упрочнения показал, что увеличение прочности сплавов 1561 и 1570С при равноканальном угловом прессовании при 300°C происходит за счет дислокационного и зернограничного упрочнений. Зернограничное упрочнение осуществляется границами с углом разориентировки от 2° и более. Дислокационное упрочнение оказывают свободные решеточные дислокации. Коэффициент Холла-Петча составил $\sim 0,11 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$.

ГЛАВА 5 СВАРКА ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg В КРУПНОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ

5.1 Микроструктура и механические свойства сварных соединений крупнозернистых листов сплава 1561, полученных методом сварки трением с перемешиванием

5.1.1 Микроструктура

5.1.1.1 Основной материал

Для изучения влияния сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сплава 1561 из слитка, подвергнутого низкотемпературной гомогенизации при 360°C в течение 6 часов, были вырезаны пластины толщиной 10 мм и подвергнуты изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия ~80%.

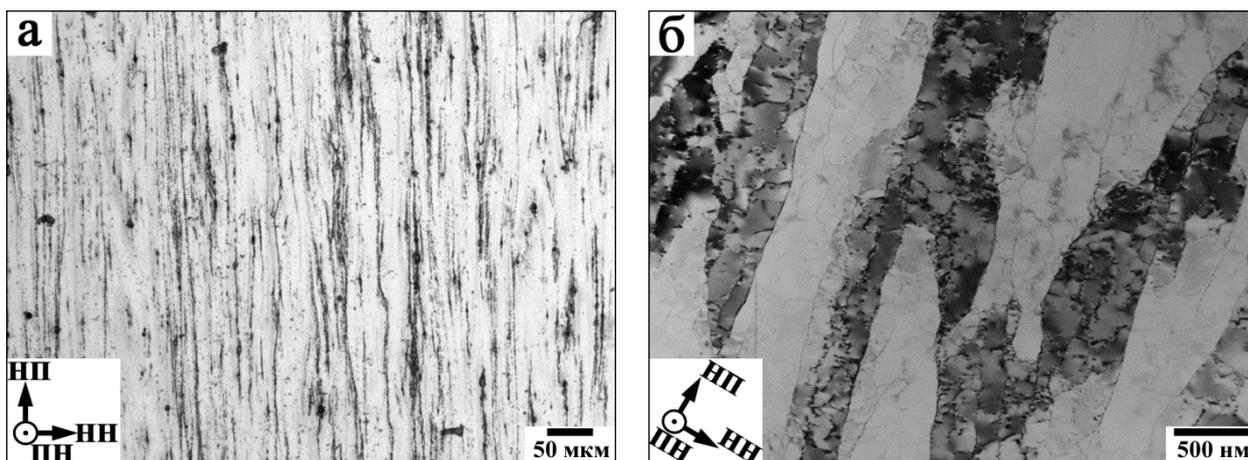


Рисунок 5.1 – (а) Микроструктура и (б) тонкая структура листов сплава 1561-ГО1, подвергнутого изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия ~80%.

NP – направление прокатки, NN – направление нормали, PN – поперечное направление

На рисунке 5.1 представлены изображения микроструктуры катаных листов сплава 1561-ГО1, полученные методами оптической металлографии и ПЭМ. В таблице 5.1 приведены основные микроструктурные характеристики. Большая суммарная степень обжатия сплава 1561-ГО1 в процессе прокатки привела к вытягиванию исходных зерен в направлении прокатки, что типично для Al-Mg сплавов [190,191]. Подобная микроструктура формируется в процессе геометрического сжатия исходных зерен при прокатке. Толщина зерен составила ~60 мкм (рисунок 5.1а, таблица 5.1). Субструктура

состоит из ламелей, вытянутых в направлении прокатки, средняя ширина которых около 260 нм (рисунок 5.1б, таблица 5.1). Плотность свободных решеточных дислокаций относительно небольшая $\sim 4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 5.1). В материале присутствуют равномерно распределенные некогерентные частицы фазы Al_6Mn со средним диаметром $\sim 25 \text{ нм}$ [126]. Их объемная доля составила $\sim 0,076\%$.

Таблица 5.1 – Микроструктурные характеристики катаного сплава 1561-ГО1 и зоны перемешивания

Состояние	Средний размер зерна, мкм	Размер кристаллитов, мкм	Плотность дислокаций, м^{-2}
Основной материал	60	0,26	4×10^{13}
Зона перемешивания	2,5	1,4	2×10^{13}

5.1.1.2 Сварной шов

Общий вид сварного соединения в поперечном сечении представлен на рисунке 5.3. Какие-либо видимые дефекты не обнаружены. Хорошо различима зона перемешивания с так называемыми «луковыми кольцами» (рисунок 5.3) [79,192,193]. Зона перемешивания имеет ассиметричное строение, что характерно для Al-Mg сплавов, подвергнутых СТП [126,194].

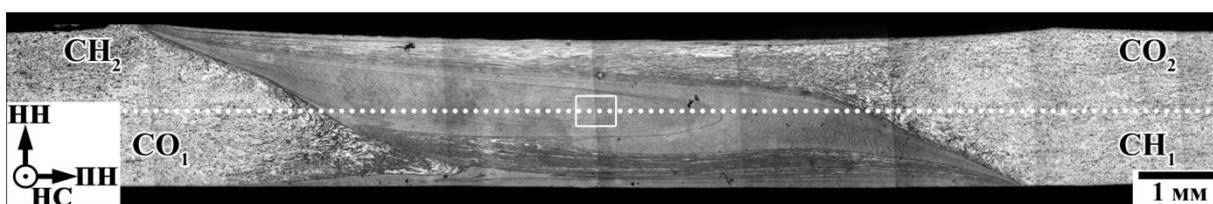


Рисунок 5.3 – Общий вид сварного соединения листов сплава 1561. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. $\text{CO}_1(\text{CO}_2)$ и $\text{CH}_1(\text{CH}_2)$ – сторона отвода и сторона набегания при первом (втором) проходе СТП. Белым прямоугольником выделена область, в которой проводился EBSD анализ и ПЭМ. Точечной линией обозначен профиль микротвердости, представленный на рисунке 4.5

В результате сварки трением с перемешиванием в зоне перемешивания формируется полностью рекристаллизованная структура, состоящая из равноосных зерен со средним размером $\sim 2,5 \text{ мкм}$ (рисунок 5.4а, таблица 5.1). Объемная доля БУГ достигает

приблизительно 78%. Плотность дислокаций относительно низкая – около $2 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Сварка трением с перемешиванием приводит к значительному росту частиц Al_6Mn . Они сохраняли форму, близкую к сферической. Их размер составил $\sim 67 \text{ нм}$, объемная доля – около 0,1%.

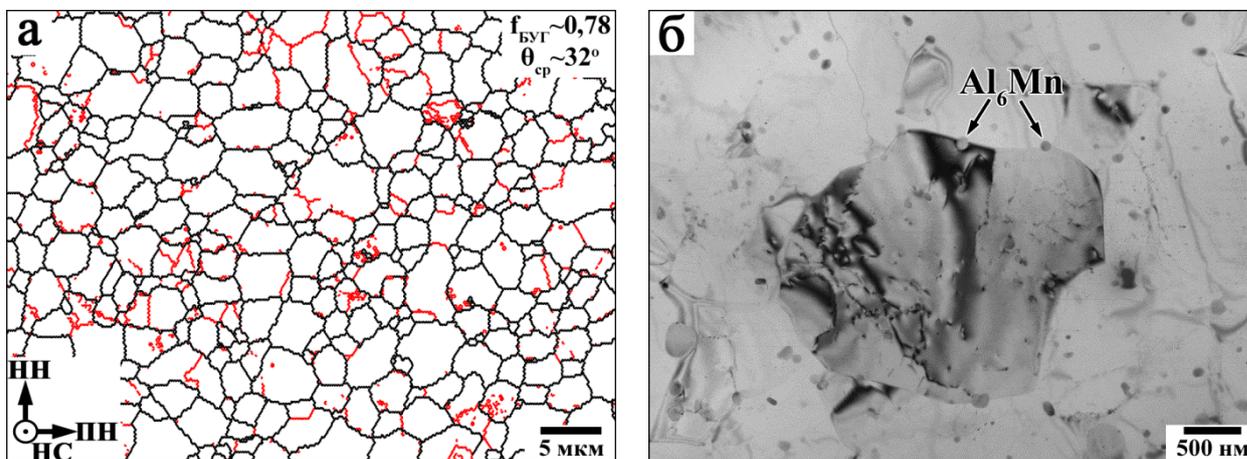


Рисунок 5.4 – (а) EBSD карта и (б,в) ПЭМ зоны перемешивания шва катаных листов 1561.

МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление

5.1.2 Механические свойства

5.1.2.1 Микротвердость

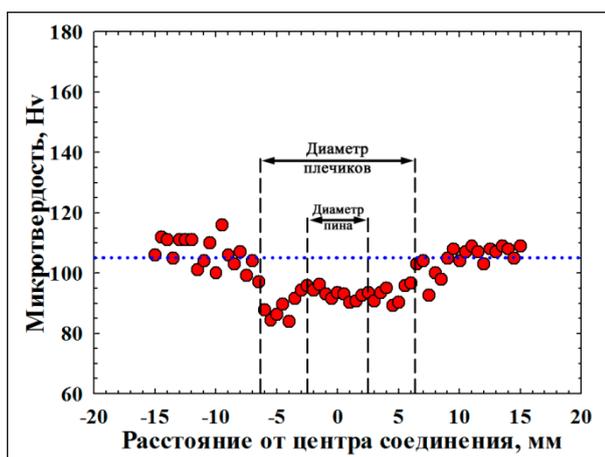


Рисунок 5.5 – Профиль микротвердости сварного соединения 1561 в поперечном сечении вдоль линии, обозначенной на рисунке 4.3

Профиль микротвердости сварного соединения в поперечном сечении представлен на рисунке 5.5. Ширина зоны перемешивания приблизительно соответствует

диаметру пина. Твердость сварного соединения по всему сечению приблизительно одинакова (~100 HV). Минимальная твердость наблюдается на краю плечиков.

5.1.2.2 Механическое поведение при растяжении

Результаты испытаний на растяжение основного материала и сварного соединения листов сплава 1561 представлены на рисунке 5.6 и в таблице 5.3.

Как видно из профиля микротвердости (рисунок 5.5), твердость сварного соединения по всему сечению приблизительно одинакова. Благодаря этому, в процессе испытаний на растяжение сварное соединение деформируется практически равномерно. Коэффициент прочности достигает 97% (таблица 5.3). Разрушение образцов происходит в зоне минимальной твердости (рисунок 5.5).

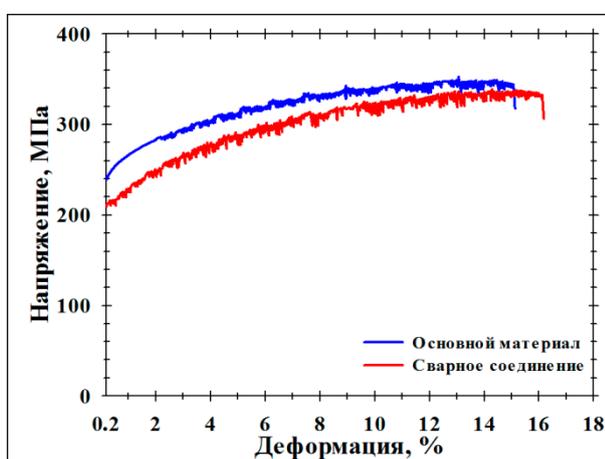


Рисунок 5.6 – Диаграммы растяжения основного материала и сварного соединения катаных листов сплава 1561.

Таблица 5.3 – Механические свойства основного материала и сварного соединения катаных листов сплава 1561

Состояние	Свойства при растяжении			Коэффициент прочности			Место разрушения
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %	$\sigma_{0,2}$	σ_B	δ	
Основной материал	240	350	15	88	97	100	Зона термического влияния
Сварное соединение	210	340	16				

5.1.3 Анализ термической стабильности микроструктуры сварного соединения

В материалах, содержащих дисперсные частицы, состояние для миграции границ зерен при рекристаллизации или роста зерна может быть описано следующим неравенством [53]:

$$P_z - P_d - P_b < 0, \quad (5.1)$$

где P_z – удельная тормозящая сила Зинера, P_d – удельная движущая сила, образованная дислокациями, и P_b – удельная движущая сила, образованная границами.

Удельная тормозящая сила Зинера, развиваемая некогерентными частицами Al_6Mn , описывается следующей формулой [53]:

$$P_z = 1.5F_v\gamma_b/r, \quad (5.2)$$

где F_v – объемная доля частиц Al_6Mn (~0,1%), γ_b – удельная энергия границ зерен (~0,5 Дж×м⁻² для БУГ в алюминиевых сплавах[53]), r – средний радиус частиц (~12,5 нм в основном материале и ~33,5 нм в зоне перемешивания). Таким образом, в основном материале и в зоне перемешивания удельная тормозящая сила Зинера составляет ~0,06 МПа и ~0,02 МПа, соответственно.

Удельная движущая сила, образованная свободными решеточными дислокациями, может быть рассчитана по следующей формуле [53]:

$$P_d = 0.5Gb^2\rho, \quad (5.3)$$

где G – модуль сдвига (~25,4 ГПа), b – вектор Бюргерса (0,286 нм), ρ – плотность дислокаций (~5,6×10¹³ м⁻² в основном материале и ~5×10¹³ м⁻² в зоне перемешивания). В результате, расчетная удельная движущая сила, образованная дислокациями, составляет ~0,06 МПа в основном материале и ~0,02 МПа в зоне перемешивания, соответственно.

Удельная движущая сила, образованная границами зерен, рассчитывается по формуле [53]:

$$P_b = 3\gamma_b/D, \quad (5.4)$$

где D – средний размер зерна (~18 мкм в основном материале и ~2,5 мкм в зоне перемешивания). Согласно расчетам, удельная движущая сила, образованная границами зерен, в основном материале и в зоне перемешивания составляет ~0,08 МПа и ~0,6 МПа, соответственно.

Из неравенства 5.1 видно, что общая удельная движущая сила в основном материале составляет ~0,08 МПа, а в зоне перемешивания – около 0,6 МПа. Низкие значения общей удельной движущей силы говорят об относительной термической

стабильности структуры сварного соединения. Причем, стабильность зоны перемешивания намного ниже, чем у основного материала. В процессе сварки трением с перемешиванием происходит сильно измельчение зерна и рост частиц Al_6Mn . Эти два фактора приводят к снижению термической стабильности структуры в зоне сварного соединения листов сплава 1561.

5.2 Микроструктура и механические свойства сварных соединений крупнозернистых листов сплава 1570С, полученных методом сварки трением с перемешиванием

5.2.1 Микроструктура

5.2.1.1 Основной материал

Для изучения влияния сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сплава 1570С из экструдированного слитка были вырезаны пластины толщиной 10 мм и подвергнуты изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$.

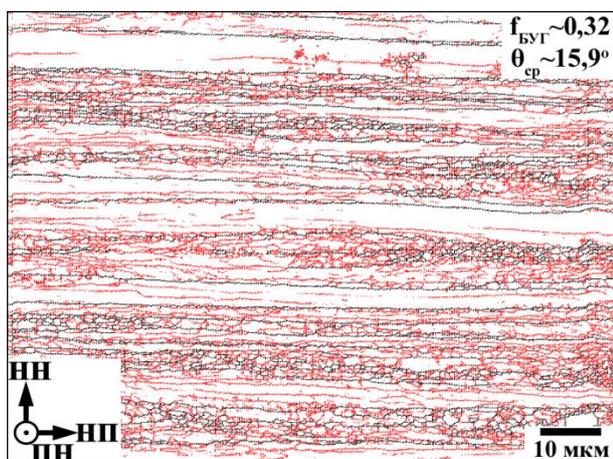


Рисунок 5.7 – (а) EBSD карта сплава 1570С, подвергнутого изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$. МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НП – направление прокатки, ПН – поперечное направление

На рисунке 5.7 представлена EBSD карта листов сплава 1570С, полученных изотермической прокаткой при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$. На рисунке 5.8 представлено изображение ПЭМ микроструктуры этих листов. Большая степень обжатия при изотермической прокатке привела к сильному вытягиванию структуры в

направлении прокатки. При этом толщина зерен составила около 3.1 мкм (рисунок 5.7а). Субструктура представляет собой равноосные кристаллиты со средним размером ~0,7 мкм (рисунок 5.8а, таблица 5.4). Доля малоугловых границ в материале достаточно высока и составляет ~68% (рисунок 5.7, таблица 5.4). Плотность свободных решеточных дислокаций относительно небольшая $\sim 4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 5.4). В материале наблюдаются равномерно распределенные частицы второй фазы со средним размером ~9 нм (рисунок 5.8в, таблица 5.5). Эти частицы обладают «кофейным» контрастом, что свидетельствует об их когерентности с матрицей, и были идентифицированы как частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. Анализ дифракционной картины показал, что эти частицы имеют ориентационное соотношение с алюминиевой матрицей $\{111\}_{\text{Al}} \parallel \{111\}_{\beta}$, $\langle 100 \rangle_{\text{Al}} \parallel \langle 100 \rangle_{\beta}$ (рисунок 5.8в). Также наблюдается маленькая доля сферических некогерентных частиц Al_6Mn со средним диаметром около 40 нм.

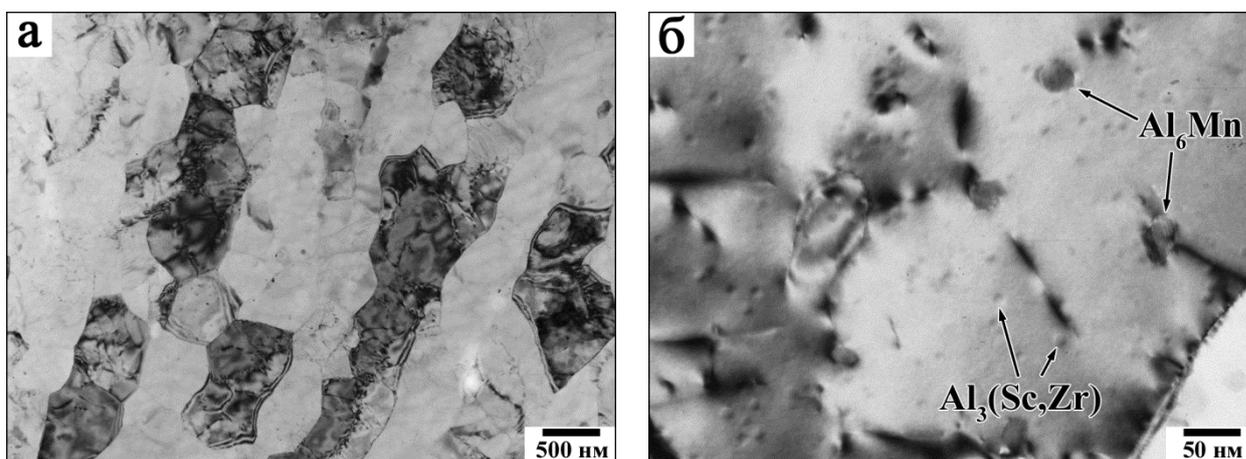


Рисунок 5.8 – ПЭМ изображение тонкой структуры сплава 1570С, полученного изотермической прокаткой при 300°С с суммарной степенью обжатия ~80%

5.2.1.2 Сварной шов

Общий вид сварного соединения в поперечном сечении представлен на рисунке 5.9. Непровар и прочие видимые дефекты отсутствуют. Это подтверждает пригодность использования СТП для получения бездефектных швов сплавов системы Al-Mg-Sc, как показано в других работах [127,129,195,196]. Хорошо различима зона перемешивания, в которой наблюдаются так называемые «луковые кольца» (рисунок 5.9) [79,192,194].

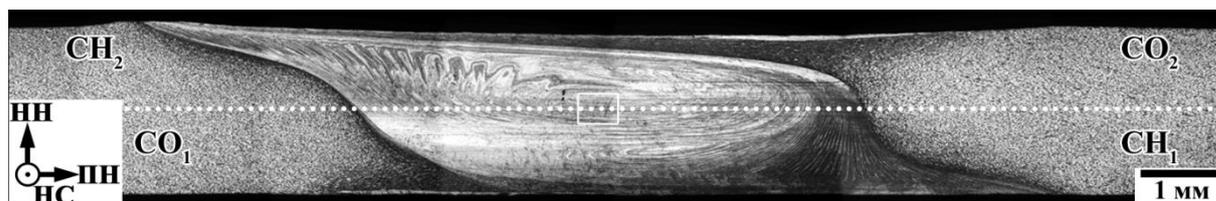


Рисунок 5.9 – Общий вид сварного соединения листов сплава 1570С. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. CO₁(CO₂) и CH₁(CH₂) – сторона отвода и сторона набегания при первом (втором) проходе СТП. Белым прямоугольником выделена область, в которой проводился EBSD анализ и ПЭМ. Точечной линией обозначен профиль микротвердости, представленный на рисунке 4.11

5.2.1.3 Микроструктура зоны перемешивания

На рисунке 5.10 показана микроструктура зоны перемешивания методами EBSD анализа и ПЭМ. В таблице 5.4 приведены основные микроструктурные данные.

Таблица 5.4 – Микроструктурные характеристики катаного сплава 1570С и зоны перемешивания

Состояние	Средний размер зерна, мкм	Размер кристаллитов, мкм	Плотность дислокаций, м ⁻²	Доля БУГ, %
Основной материал	3,1	0,7	4×10^{13}	32
Зона перемешивания	1,2	1,2	5×10^{13}	87

В результате СТП в зоне перемешивания формируется полностью рекристаллизованная структура, представленная равноосными зернами со средним размером около 1,2 мкм (рисунок 5.10а, таблица 5.4). Таким образом, в процессе СТП в материале происходит интенсивное зеренное измельчение. Это типично для сплавов системы Al-Mg-Sc при СТП [47,129,135,196,197]. Наблюдается небольшое количество малоугловых границ (рисунок 5.10а, таблица 5.4). Границы кристаллитов в ПЭМ имеют четкие контуры и контраст, что свидетельствует об отсутствии дальнедействующих полей напряжений (рисунок 5.10б).

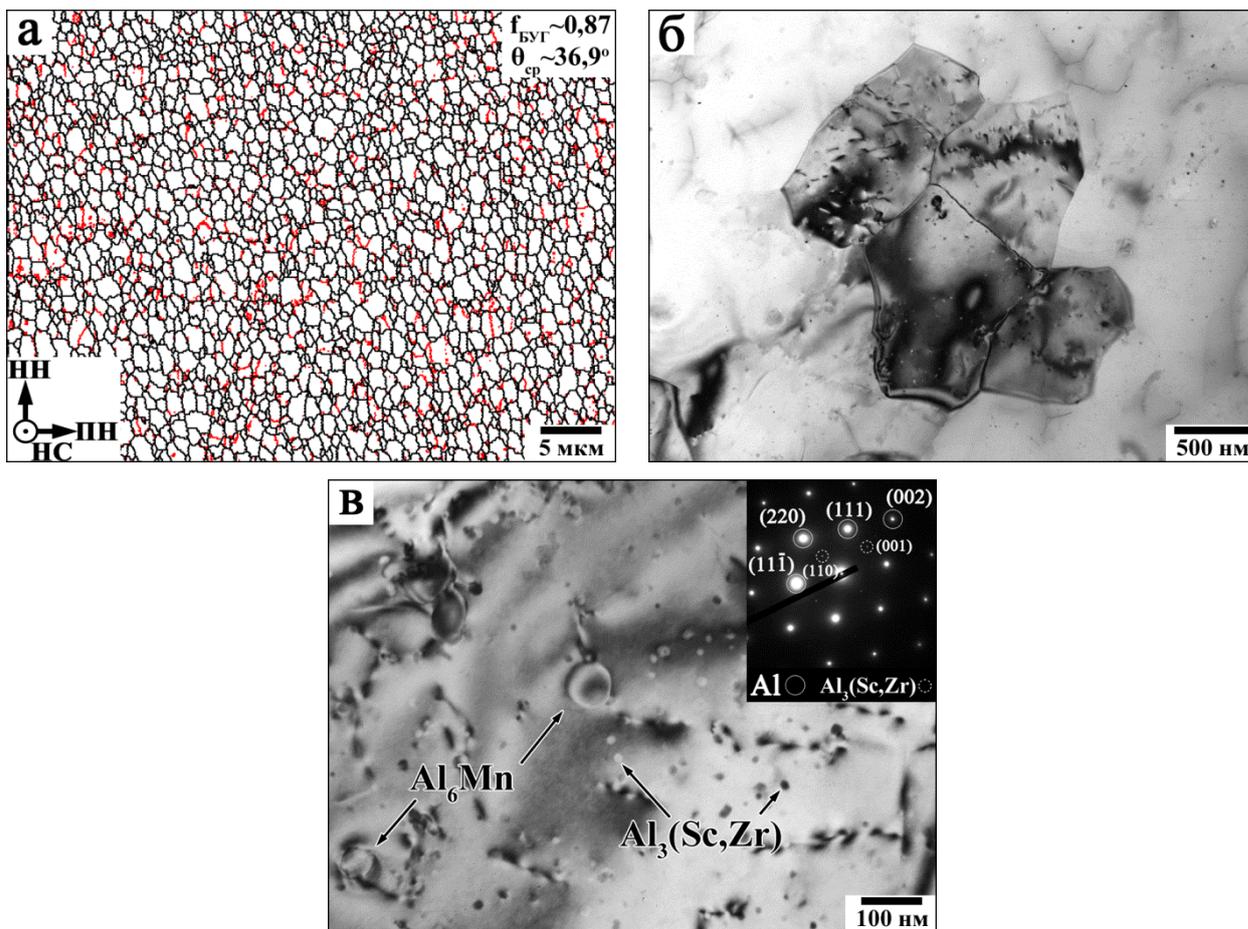


Рисунок 5.10 – (а) EBSD карта и (б,в) ПЭМ зоны перемешивания шва катаных листов 1570С. МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. В верхнем правом углу показана дифракционная картина, полученная с области, которая представлена на рисунке (в)

Таблица 5.5 – Влияние СТП на объемную долю и средний размер частиц фазы $Al_3(Sc,Zr)$

Состояние	Объемная доля, %	Средний диаметр, нм
Основной материал	0,1	9
Зона перемешивания	0,1	15

Частицы $Al_3(Sc,Zr)$ сохраняются в процессе СТП (рисунок 5.10в). Количественный анализ показал, что объемная доля частиц не изменяется, тогда как размер увеличивается с ~ 9 до ~ 15 нм (рисунок 5.10в, таблица 5.5). Однако эти частицы не достигают критического размера (~ 116 нм), чтобы потерять когерентность с матрицей [28]. Как показал анализ дифракционной картины, эти частицы сохраняют ориентационное соотношение с алюминиевой матрицей $\{111\}_{Al} \parallel \{111\}_{\beta} \langle 100 \rangle_{Al} \parallel \langle 100 \rangle_{\beta}$ (рисунок 5.10в), что подтверждает сохранение когерентной природы.

5.2.2 Механические свойства

5.2.2.1 Микротвердость

На рисунке 5.11 представлен профиль микротвердости сварного соединения. Обозначены диаметры пина и плечиков. Ширина зоны перемешивания приблизительно соответствует диаметру пина. Твердость сварного соединения по всему сечению приблизительно одинакова (~120 HV).

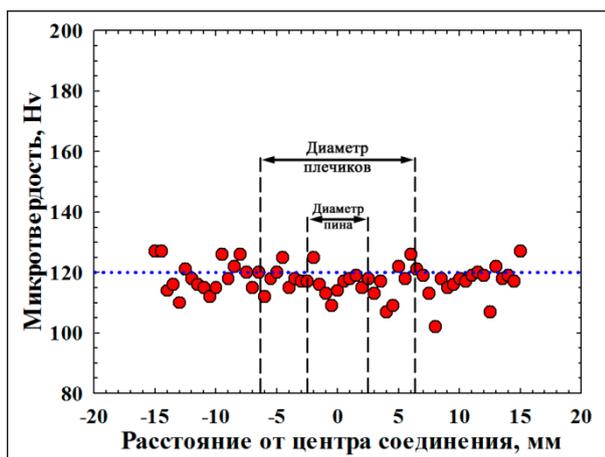


Рисунок 5.11 – Профиль микротвердости сварного соединения 1570С в поперечном сечении вдоль линии, обозначенной на рисунке 4.3

5.2.2.2 Механическое поведение при растяжении

На рисунке 5.12 представлены диаграммы растяжения основного материала и сварного соединения, включающего все микроструктурные зоны. Результаты испытаний на растяжения представлены в таблице 5.6.

На диаграммах растяжения видны повторяющиеся осцилляции, свидетельствующие о скачкообразном течении материала (рисунок 5.12). В алюминиевых сплавах это явление носит название эффекта Портевена-Ле Шателье, который возникает вследствие деформационного старения [63]. Амплитуда осцилляций мала относительно уровня основной кривой (рисунок 5.12), что говорит о типе В. Эти осцилляции соответствуют неравномерному появлению полос Людерса.

Прочностные свойства основного материала и сварного шва очень близки. Вследствие этого при растяжении не наблюдается неоднородного течения материала и локализации деформации в какой-либо зоне сварного соединения (рисунки 5.12). Таким образом, коэффициент прочности сварного соединения близок к 100% (таблица 5.6).

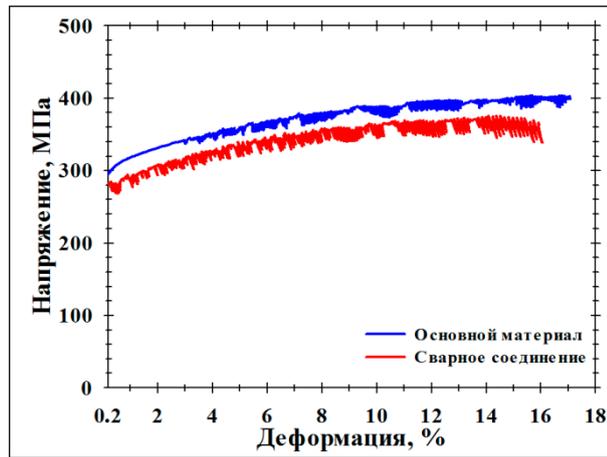


Рисунок 5.12 – Диаграммы растяжения основного материала и сварного соединения катаных листов сплава 1570С

Таблица 5.6 – Механические свойства основного материала и сварного соединения катаных листов сплава 1570С

Состояние	Свойства при растяжении			Коэффициент прочности			Место разрушения
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %	$\sigma_{0,2}$	σ_B	δ	
Основной материал	300	405	17	95	94	94	Зона перемешивания
Сварное соединение	285	380	16				

5.2.3 Анализ термической стабильности микроструктуры в зоне перемешивания

Термическая стабильность границ в материалах, содержащих дисперсные частицы, описывается неравенством 5.1.

Удельная тормозящая сила, развиваемая когерентными частицами $Al_3(Sc,Zr)$, может быть рассчитана по формуле 5.2. При объемной доле этих частиц $\sim 0,1\%$, среднем радиусе около 4,5 нм в основном материале и $\sim 7,5$ нм в зоне перемешивания и удельной энергии границ зерен $\sim 0,5$ Дж \times м $^{-2}$ эта сила составила $\sim 0,17$ МПа в основном материале и $\sim 0,1$ МПа в зоне перемешивания.

Удельная движущая сила, образованная свободными дислокациями, может быть рассчитана по формуле 5.3. В основном материале ($\sim 4 \times 10^{13}$ м $^{-2}$) и в зоне перемешивания ($\sim 5 \times 10^{13}$ м $^{-2}$) она составила $\sim 0,04$ МПа и $\sim 0,05$ МПа, соответственно.

Удельная движущая сила, создаваемая границами зерен, рассчитывается по формуле 5.4. При размере зерна $\sim 3,1$ мкм в основном материале и $\sim 1,2$ мкм в зоне перемешивания эта сила составила $\sim 0,5$ МПа и $\sim 1,25$ МПа, соответственно.

Из неравенства 5.1 видно, что общая удельная движущая сила в основном материале составляет $\sim 0,37$ МПа, тогда как в зоне перемешивания – около 1,2 МПа. Видно, что структура в сварном соединении листов сплава 1570С обладает низкой термической стабильностью. Следует отметить, что в зоне перемешивания стабильность структуры существенно ниже, чем в основном материале.

5.3 Выводы по главе

Были изучены микроструктура и механические свойства сварных соединений горячекатаных листов сплавов 1561 и 1570С, содержащих наноразмерные частицы Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$, соответственно.

1. Сварка трением с перемешиванием позволяет получать практически равнопрочное бездефектное сварное соединение. При этом коэффициент прочности сварного соединения близок к 100%.

2. В процессе сварки трением с перемешиванием формируется полностью рекристаллизованная равноосная структура с размером зерна $\sim 2,5$ мкм в сплаве 1561 и $\sim 1,2$ мкм в сплаве 1570С. Частицы фазы Al_6Mn увеличиваются в диаметре с ~ 25 до ~ 67 нм. Частицы фазы $Al_3(Sc,Zr)$ увеличиваются в диаметре с ~ 9 до ~ 15 нм, но сохраняют свою когерентность с матрицей. Объемные доли частиц не изменяются.

ГЛАВА 6 СВАРКА ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg В МЕЛКОЗЕРНИСТОМ И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИЯХ

6.1 Микроструктура и механические свойства сварных соединений мелкозернистых листов сплава 1561, полученных методом сварки трением с перемешиванием

6.1.1 Микроструктура

6.1.1.1 Основной материал

Для получения листов сплава 1561 с мелкозернистой структурой из слитка были вырезаны пластины размерам $180 \times 40 \times 180$ мм³ и подвергнуты равноканальному угловому прессованию на 12 проходов по маршруту В_{СЗ} при температуре $300 \pm 5^\circ\text{C}$. После прессования заготовки охлаждали в воде. Затем из них вырезали пластины толщиной 10 мм и подвергали изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$ для получения мелкозернистых листов. Направление экструзии, прессования и прокатки совпадали.

Микроструктура мелкозернистых листов сплава 1561 и соответствующие микроструктурные параметры представлены на рисунке 6.1 и в таблице 6.1.

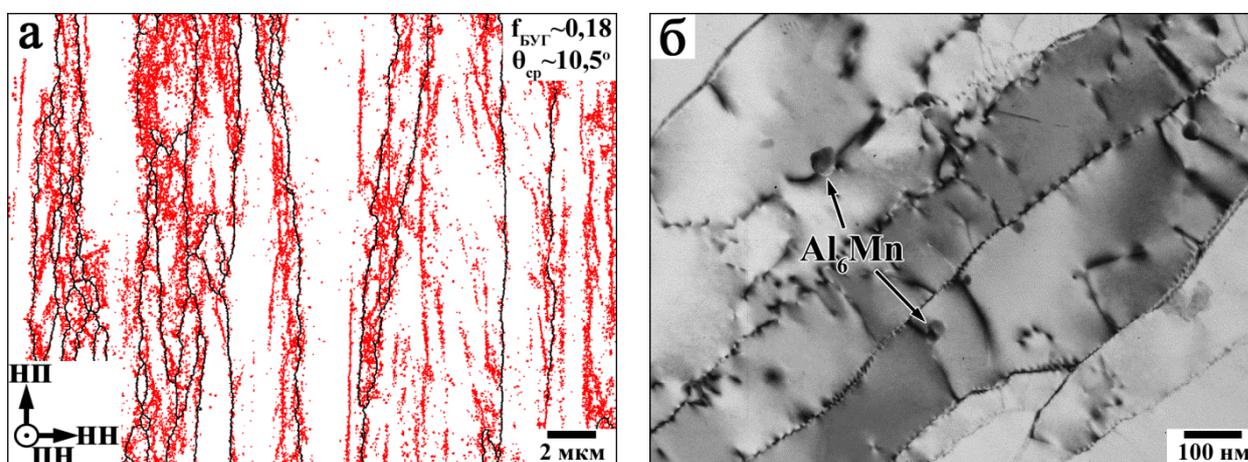


Рисунок 6.1 – (а) EBSD карта и (б) ПЭМ изображение микроструктуры мелкозернистых листов сплава 1561. МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НП – направление прокатки, ПН – поперечное направление

Микроструктура мелкозернистых листов сплава 1561 представлена зернами толщиной ~ 4 мкм, которые сильно вытянуты в направлении прокатки (рисунок 6.1а и таблица 6.1). Зерна содержат большое количество МУГ. Размер кристаллитов составляет

~0,3 мкм (таблица 6.1). Доля большеугловых границ составляет около 18%. Плотность дислокаций достигает $\sim 7 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 6.1). ПЭМ исследования показали наличие равномерно распределенных некогерентных дисперсоидов Al_6Mn со средним размером ~33 нм и объемной долей 0,089% (рисунок 6.1б).

Таблица 6.1 – Микроструктурные характеристики мелкозернистых листов сплава 1561 и зоны перемешивания

Состояние	Средний размер зерна, мкм	Размер кристаллитов, мкм	Плотность дислокаций, м^{-2}	Доля БУГ, %
Основной материал	4	0,3	7×10^{13}	18
Зона перемешивания	1,4	1,4	2×10^{13}	92

6.1.1.2 Сварной шов

Общий вид сварного соединения мелкозернистых листов сплава 1561 представлен на рисунке 6.2. Хорошо различима зона перемешивания, которая имеет ассиметричное строение, что характерно для сплавов системы Al-Mg [79,81]. Несплошностей и других дефектов не обнаружено.

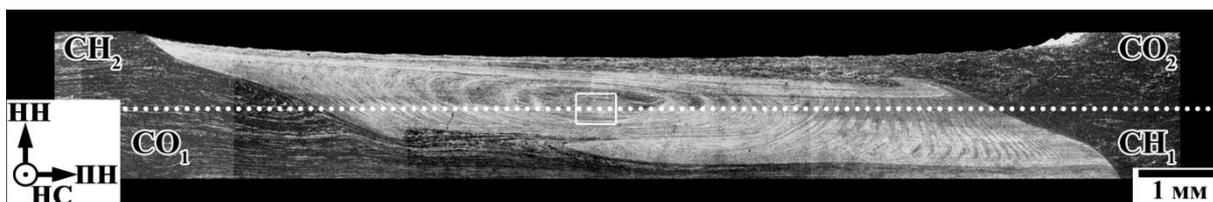


Рисунок 6.2 – Общий вид сварного соединения мелкозернистых листов сплава 1561. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. CO_1 (CO_2) и CH_1 (CH_2) – сторона отвода и сторона набегания при первом (втором) проходе СТП. Белым прямоугольником выделена область, в которой проводился EBSD анализ и ПЭМ. Точечной линией обозначен профиль микротвердости, представленный на рисунке 5.4

6.1.1.3 Микроструктура зоны перемешивания

Микроструктура в зоне перемешивания, сформированная в процессе сварки трением с перемешиванием, представлена на рисунке 6.3. Соответствующие микроструктурные характеристики представлены в таблице 6.1.

Таблица 6.2 – Влияние СТП на объемную долю и средний размер частиц фазы Al_6Mn

Состояние	Объемная доля, %	Средний диаметр, нм
Основной материал	0,089	33
Зона перемешивания	0,085	56

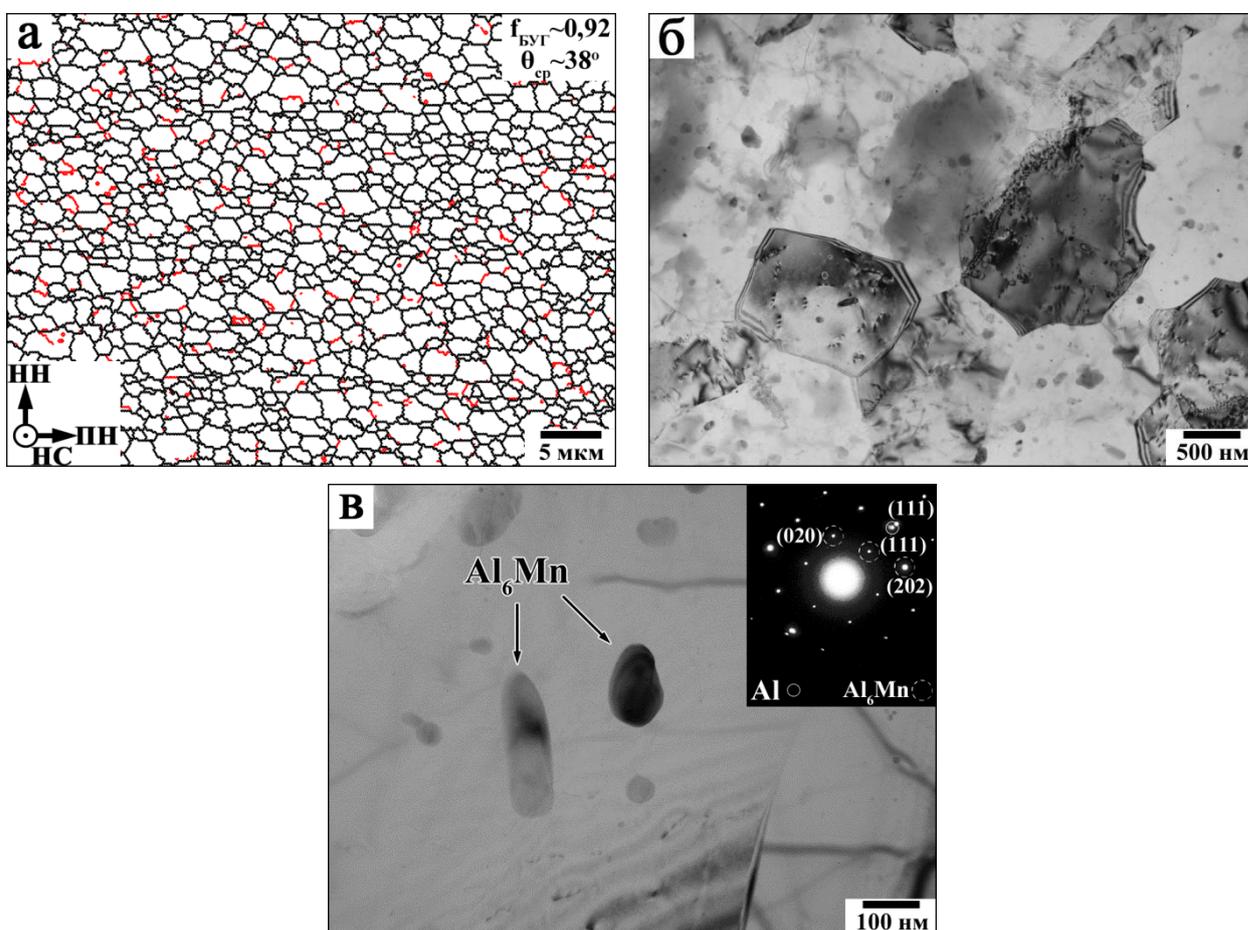


Рисунок 6.3 – (а) EBSD карта и (б,в) ПЭМ зоны перемешивания шва мелкозернистых листов 1561. МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. В верхнем правом углу показана дифракционная картина, полученная с области, которая представлена на рисунке (в)

Рекристаллизованная структура зоны перемешивания [47,129,198] состоит из равноосных зерен со средним около 1,4 мкм (рисунок 6.3 и таблица 6.1). Плотность дислокаций составляет $\sim 2 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 6.1). Средний размер кристаллитов по данным ПЭМ составляет около 1,4 мкм. Доля БУГ достигает 92%.

Исследования тонкой структуры с помощью ПЭМ показали, что объемная доля частиц Al_6Mn практически не изменилась, однако их средний размер увеличился до 56 нм (рисунок 6.3в).

6.1.2 Механические свойства

6.1.2.1 Микротвердость

На рисунке 6.4 представлен профиль микротвердости в поперечном сечении сварного соединения, обозначенного на рисунке 6.2. Также отмечены диаметры плечиков и пина. Как видно из рисунка 6.4, микротвердость сварного соединения немного меньше значений микротвердости основного материала.

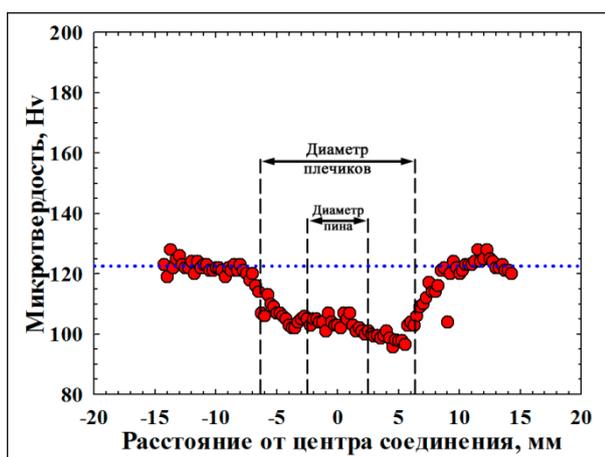


Рисунок 6.4 – Профиль микротвердости сварного соединения мелкозернистых листов сплава 1561 в поперечном сечении вдоль линии, обозначенной на рисунке 6.2. Синей точечной линией обозначено значение микротвердости основного материала

6.1.2.2 Свойства при растяжении

Деформационные кривые образцов основного материала и сварных соединений мелкозернистых листов сплава 1561, вырезанных в поперечном направлении и включающие все зоны сварного соединения, представлены на рисунке 6.5. Результаты испытаний на растяжение представлены в таблице 6.3.

На представленных кривых наблюдаются повторяющиеся осцилляции (рисунок 6.5). В алюминиевых сплавах данное явление известно как эффект Портевена- Ле Шателье, проявляющийся при динамическом деформационном старении [167]. Данный тип осцилляций называется тип Б, так как их амплитуда мала относительно общего уровня кривой (рисунок 6.5) [167]. Кроме того, при сварке трением с перемешиванием происходит значительное уменьшение степени деформации, при которой проявляется ПЛШ эффект (рисунок 6.5).

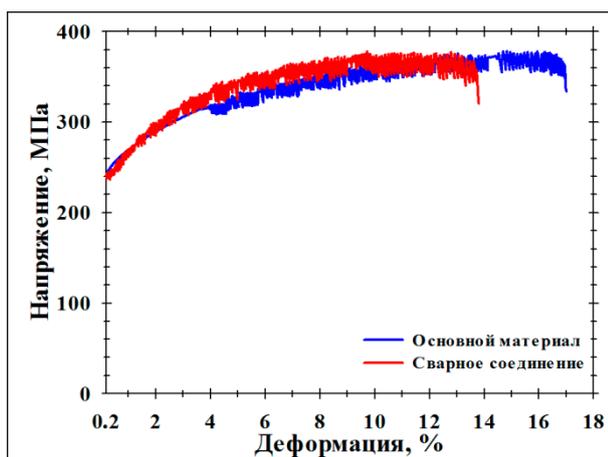


Рисунок 6.5 – Диаграммы растяжения основного материала и сварного соединения мелкозернистых листов сплава 1561

Таблица 6.3 – Механические свойства основного материала и сварного соединения мелкозернистых листов сплава 1561

Состояние	Свойства при растяжении			Коэффициент прочности			Место разрушения
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %	$\sigma_{0,2}$	σ_B	δ	
Основной материал	245	380	17	98	98	82	Зона перемешивания
Сварное соединение	240	375	14				

Испытания на растяжения показали, что прочность сварного соединения практически равна прочности основного материала. Коэффициент прочности по пределу прочности составил 98% (таблица 6.3). Это немного расходится с результатами измерения

профиля микротвердости, где зона перемешивания показала несколько меньшую твердость, чем основной материал (рисунок 6.4). Разрушение сварного соединения произошло в зоне перемешивания.

6.2 Микроструктура и механические свойства сварных соединений ультрамелкозернистых листов сплава 1570С, полученных методом сварки трением с перемешиванием

6.2.1 Микроструктура

6.2.1.1 Основной материал

Для изучения влияния сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сплава 1570С с ультрамелкозернистой структурой из экструдированного слитка были вырезаны пластины размерам $180 \times 40 \times 180 \text{ мм}^3$, которые подвергли равноканальному угловому прессованию по маршруту V_{CZ} при температуре $300 \pm 5^\circ\text{C}$. Для формирования полностью рекристаллизованной структуры заготовки прессовали на 12 проходов. После прессования заготовки охлаждали в воде. Затем из них вырезали пластины толщиной 10 мм и подвергали изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$ для получения ультрамелкозернистых листов. Направление экструзии, прессования и прокатки совпадали.

Микроструктура ультрамелкозернистых листов сплава 1570С представлена на рисунке 6.6. Соответствующие микроструктурные характеристики представлены в таблице 6.4.

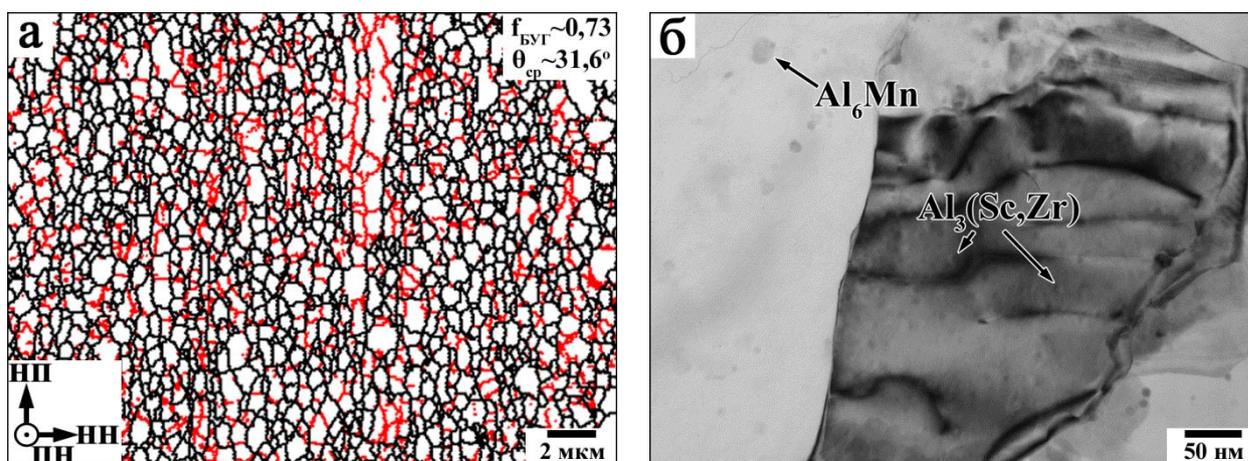


Рисунок 6.6 – (а) EBSD карта и (б) ПЭМ изображение микроструктуры УМЗ листов сплава 1570С. МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НП – направление прокатки, ПН – поперечное направление

Микроструктура УМЗ листов состоит из зерен длиной $\sim 0,7$ мкм и толщиной $\sim 0,5$ мкм, которые слегка вытянуты в направлении прокатки (рисунок 6.6а и таблица 6.4). Зерна содержат небольшое количество МУГ. Размер кристаллитов составляет $\sim 0,5$ мкм (таблица 6.4). Доля большеугловых границ составляет около 74%. Плотность дислокаций достигает $\sim 9 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 6.4). ПЭМ исследования показали наличие равномерно распределенных дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ (рисунок 6.6б). Данные частицы обладают «кофейным» контрастом, что свидетельствует об их когерентности с матрицей (рисунок 6.6б) [199]. Кроме того, наблюдается небольшая доля крупных (~ 25 нм) сферических некогерентных частиц фазы Al_6Mn (рисунок 6.6б).

Таблица 6.4 – Микроструктурные характеристики ультрамелкозернистых листов сплава 1570С и зоны перемешивания

Состояние	Средний размер зерна, мкм	Размер кристаллитов, мкм	Плотность дислокаций, м^{-2}	Доля БУГ, %
Основной материал	0,7/0,5	0,5	9×10^{13}	74
Зона перемешивания	0,9	0,5	5×10^{13}	77

6.2.1.2 Сварной шов

На рисунке 6.7 представлен общий вид сварного соединения в поперечном сечении. Хорошо различима асимметричная зона перемешивания, что является характерным для сплавов системы Al-Mg-Sc, подвергнутых сварке трением с перемешиванием [129,198]. Следует отметить, что в центре зоны перемешивания присутствует зигзагообразная линия (отмечен стрелкой на рисунке 6.7) – дефект, происхождение которого и его влияние на свойства будет рассмотрено ниже.

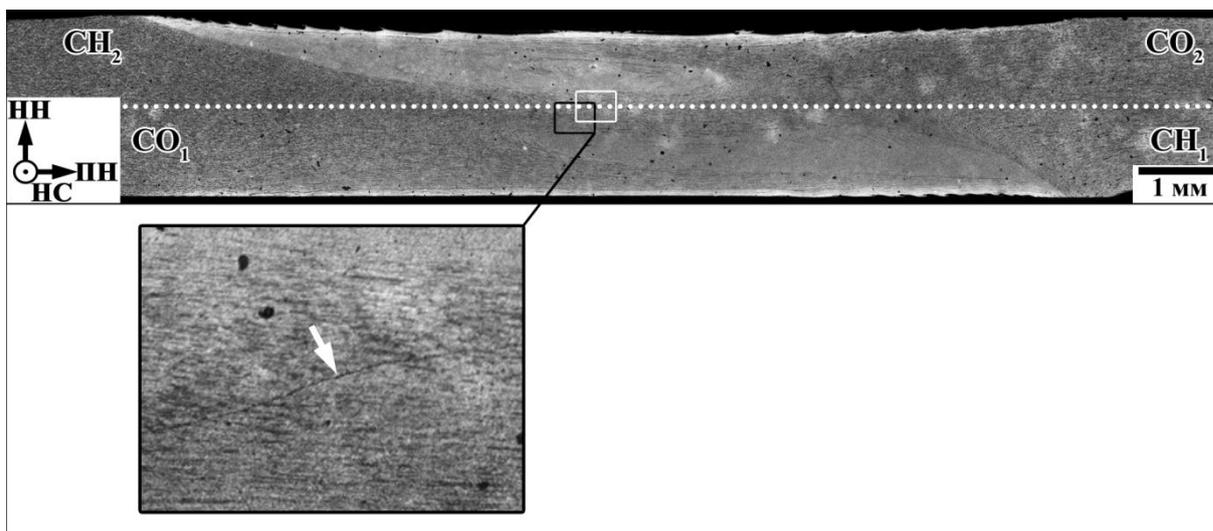


Рисунок 6.7 – Общий вид сварного соединения УМЗ листов сплава 1570С. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. $CO_1(CO_2)$ и $CH_1(CH_2)$ – сторона отвода и сторона набегания при первом (втором) проходе СТП. Белым прямоугольником выделена область, в которой проводился EBSD анализ и ПЭМ. Точечной линией обозначен профиль микротвердости, представленный на рисунке 6.9

6.2.1.3 Микроструктура зоны перемешивания

Микроструктура, сформированная в зоне перемешивания в результате сварки трением с перемешиванием, и соответствующие ей микроструктурные характеристики представлены на рисунке 6.8 и в таблице 6.4.

СТП не приводит к значительным изменениям в материале. Полученная рекристаллизованная структура [47,129,198] состоит из равноосных зерен со средним размером около 0,9 мкм (рисунок 6.8 и таблица 6.4). Плотность дислокаций составляет $\sim 5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 6.4). Средний размер кристаллитов по данным ПЭМ составляет около 0,5 мкм. Доля БУГ достигает 77%.

ПЭМ исследования показали отсутствие серьезных изменений в размерах и объемной доле частиц $Al_3(Sc,Zr)$ (рисунок 6.8, таблица 6.5). Практически все частицы обладают «кофейным» контрастом (выделенная область на рисунке 6.8в). Кроме того, анализ картины дифракции показывает о наличии ориентационного соотношения с алюминиевой матрицей $\{111\}_{Al} \parallel \{111\}_{\beta} <100>_{Al} \parallel <100>_{\beta}$ (рисунок 6.8в), что подтверждает сохранение когерентной природы этих частиц.

Таблица 6.5 – Влияние СТП на объемную долю и средний размер частиц фазы $Al_3(Sc,Zr)$

Состояние	Объемная доля, %	Средний диаметр, нм
Основной материал	0,1	9
Зона перемешивания	0,1	12

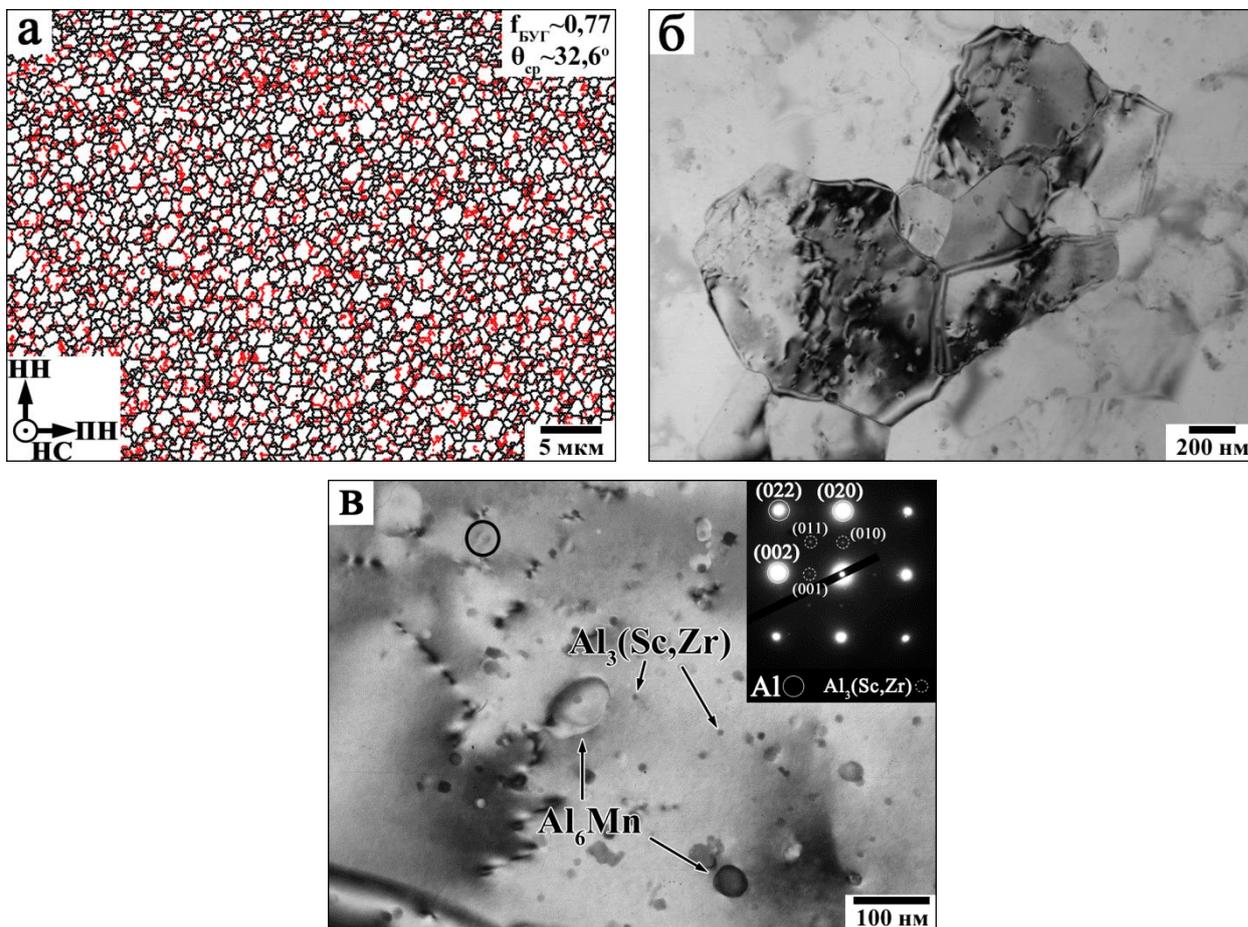


Рисунок 6.8 – (а) EBSD карта и (б,в) ПЭМ зоны перемешивания шва УМЗ листов 1570С.

МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление. В верхнем правом углу показана дифракционная картина, полученная с области, которая представлена на рисунке (в)

6.2.2 Механические свойства

6.2.2.1 Микротвердость

Результаты измерения профиля микротвердости в поперечном сечении сварного соединения, который указан на рисунке 6.7, представлены на рисунке 6.9. Также отмечены диаметры плечиков и пина. Из профиля микротвердости видно, что в области воздействия сварочного инструмента твердость материала немного понижается (рисунок 6.9).

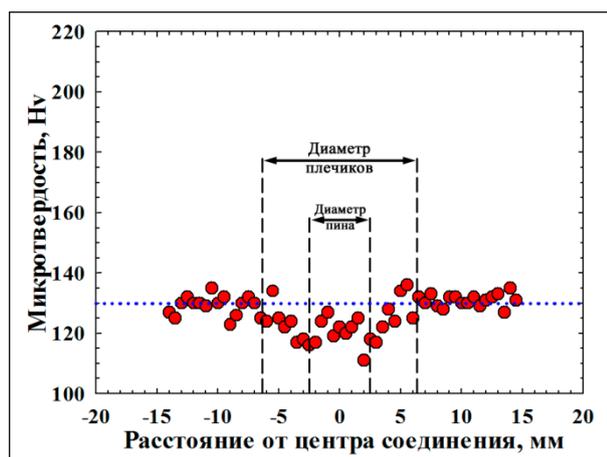


Рисунок 6.9 – Профиль микротвердости сварного соединения УМЗ листов сплава 1570С в поперечном сечении вдоль линии, обозначенной на рисунке 6.7. Синей точечной линией обозначено значение микротвердости основного материала

6.2.2.2 Свойства при растяжении

На рисунке 6.10 показаны деформационные кривые образцов основного материала и сварных соединений, вырезанных в поперечном направлении и включающие все зоны сварного соединения. Результаты испытаний на растяжение представлены в таблице 6.3. На рисунке 6.11 показан разрушенный образец после испытаний на растяжение.

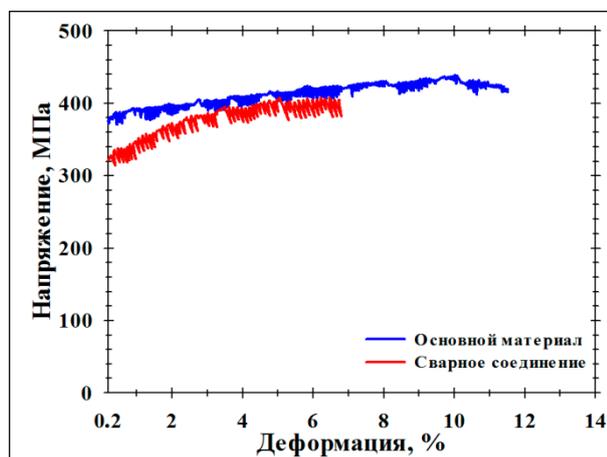


Рисунок 6.10 – Диаграммы растяжения основного материала и сварного соединения УМЗ листов сплава 1570С

На кривых видны повторяющиеся осцилляции (рисунок 6.10). В алюминиевых сплавах данное явление известно как эффект Портевена- Ле Шателье, проявляющийся при динамическом деформационном старении [167]. Амплитуда осцилляций мала относительно общего уровня кривой (рисунок 6.10), что соответствует типу Б, который

проявляется при возникновении полос Людерса [167]. Видно, что сварка трением с перемешиванием значительно уменьшает степень деформации, при которой проявляется ПЛШ эффект, вплоть до точки условного предела текучести (рисунок 6.10).

Таблица 6.6 – Механические свойства основного материала и сварного соединения УМЗ листов сплава 1570С

Состояние	Свойства при растяжении			Коэффициент прочности			Место разрушения
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение, %	$\sigma_{0,2}$	σ_B	δ	
Основной материал	375	440	11,5	85	92	61	Зона перемешивания (дефект)
Сварное соединение	320	405	7				

Результаты статических механических испытаний показали, что прочность сварного соединения немного уступает прочности основного материала. Коэффициент прочности сварного соединения по пределу прочности составил ~92% (таблица 6.6). Это хорошо коррелирует с результатами измерения профиля микротвердости (рисунок 6.9) и, возможно, связано с процессами рекристаллизации, происходящие при СТП. Другими словами, увеличение размера зерна и уменьшение плотности дислокаций в результате сварки трением с перемешиванием привели к снижению прочности сварного соединения (таблица 6.6).



Рисунок 6.11 – Поперечное сечение разрушенного образца сварного соединения УМЗ листов сплава 1570С

Как и ожидалось, сварное соединение разрушилось в зоне перемешивания. Однако следует отметить, что распространение трещины происходило по зигзагообразной линии дефекта (рисунок 6.11). Такой дефект иногда наблюдается при сварке трением с перемешиванием стыковых швов и связан с цепочками оксидов, находящихся на

стыковых поверхностях соединяемых пластин [200-205]. Считается, что при относительно низкой температуре СТП исходный слой на поверхностях соединяемых пластин может быть не полностью разрушен, а перемешивание материалов происходит недостаточно эффективно [201]. В результате этого, трещина может сравнительно легко зародиться на зигзагообразном дефекте и распространяться вдоль нее [201-203]. Это может приводить к уменьшению пластичности [204] и ухудшению усталостных свойств [202]. Для устранения подобного дефекта рекомендуют повышать температуру сварки. Однако, в данном случае этот способ неприменим, так как повышение температуры СТП приводит к укрупнению зерна и снижению плотности дислокаций, что отрицательным образом сказывается на прочностных свойствах сварного соединения. Таким образом, наиболее перспективным способом является изменение дизайна инструмента для устранения зигзагообразного дефекта.

6.3 Выводы по главе

Были изучены микроструктура и механические свойства сварных соединений мелкозернистых листов сплава 1561 и ультрамелкозернистых листов сплава 1570С, полученные равноканальным угловым прессованием при 300°С 12 проходов и изотермической прокаткой при 300°С с суммарной степенью обжатия 80%.

1. Сварка трением с перемешиванием является эффективным методом получения неразъемных сварных соединений с сохранением ультрамелкозернистой структуры. В зоне перемешивания формируется равноосная структура со средним размером зерна ~1,4 мкм в сплаве 1561 и ~0,9 мкм в сплаве 1570С. Объемная доля частиц не изменяется, однако, в сплаве 1561 размер частиц Al_6Mn увеличивается с ~33 нм до ~56 нм, а в сплаве 1570С размер частиц $Al_3(Sc,Zr)$ увеличивается с 9 до 12 нм. Когерентность между частицами $Al_3(Sc,Zr)$ и матрицей сохраняется.

2. Коэффициент прочности сварного соединения составил 98% в случае сплава 1561 и 92% в случае сплава 1570С. Снижение прочности материала в зоне перемешивания связано со снижением плотности дислокаций при рекристаллизации, происходящей во время СТП.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Равноканальное угловое прессование сплавов 1561 и 1570С при температуре $\sim 300^\circ\text{C}$ по маршруту В_С до степени деформации ~ 12 приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры со средним размером зерна около 0,6-0,8 мкм по механизму непрерывной динамической рекристаллизации. Образование взаимно пересекающихся микрополос деформации в зернах, принадлежащих к стабильным ориентировкам α - и β -волокон, обеспечивает формирование объемной сетки малоугловых границ зерен на начальном этапе рекристаллизации. Наличие в сплаве наночастиц с некогерентными границами фазы Al_6Mn и когерентными границами фазы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ способствует стабилизации новых границ зерен в процессе деформации и отжига между проходами РКУП.

2. Увеличение прочности сплавов 1561 и 1570С при равноканальном угловом прессовании при 300°C происходит за счет сочетания дислокационного и структурного упрочнений. Структурное упрочнение осуществляется границами с углом разориентировки от 2° и более, а вклад в дислокационное упрочнение – свободными решеточными дислокациями. Для сплава 1561 было получено следующее модифицированное уравнение Холла-Петча, описывающее структурное упрочнение:

$$\sigma_{0,2} = 117 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2},$$

а для сплава 1570С:

$$\sigma_{0,2} = 155 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2}.$$

3. Сварка трением с перемешиванием крупнозернистых листов сплавов 1561 и 1570С позволяет получать практически равнопрочное бездефектное сварное соединение. В процессе сварки трением с перемешиванием формируется полностью рекристаллизованная равноосная структура с размером зерна $\sim 2,5$ мкм в сплаве 1561 и $\sim 1,2$ мкм в сплаве 1570С. Частицы фазы Al_6Mn увеличиваются в диаметре с ~ 25 до ~ 67 нм. Частицы фазы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ увеличиваются в диаметре с ~ 9 до ~ 15 нм, но сохраняют свою когерентность с матрицей. Объемные доли частиц не изменяются. При этом коэффициент прочности сварного соединения листов сплава 1561 достигает 97%, а 1570С – 94%.

4. Сварка трением с перемешиванием обеспечивает получение сварного соединения с коэффициентом прочности 98% для листов сплава 1561 с мелкозернистой структурой и 92% для листов сплава 1570С с ультрамелкозернистой структурой. В зоне перемешивания формируется равноосная структура со средним размером зерна $\sim 1,4$ мкм в сплаве 1561 и $\sim 0,9$ мкм в сплаве 1570С. Объемная доля частиц не изменяется, однако, в

сплаве 1561 размер частиц Al_6Mn увеличивается с ~ 33 нм до ~ 56 нм, а в сплаве 1570С размер частиц $Al_3(Sc,Zr)$ увеличивается с ~ 9 до ~ 12 нм. Когерентность между частицами $Al_3(Sc,Zr)$ и матрицей сохраняется. Снижение прочности материала в зоне перемешивания связано со снижением плотности дислокаций при рекристаллизации, происходящей во время сварки.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Nikulin I. Effect of second phase particles on grain refinement during ECAP of an Al-Mg-Mn alloy / I. Nikulin, A. Kipelova, S. Malopheyev, R. Kaibyshev // *Acta Materialia* – 2012 – V. 60 – P. 487-497.
2. Malopheyev S. Superplasticity of friction-stir welded Al-Mg-Sc sheets with ultrafine-grained microstructure / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering A* – 2016 – V. 649 – P. 85-92.
3. Malopheyev S. Friction-stir welding of ultra-fine grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering A* – 2015 – V. 624 – P. 132-139.
4. Malopheyev S. Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains / S. Malopheyev, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering A* – 2014 – V. 620 – P. 246-252.
5. Malopheyev S. Friction-stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering A* – 2014 – V. 600 – P.159-170.
6. Малофеев С.С. Структура и механические свойства сварных швов сплава 1570С, полученных сваркой трением с перемешиванием / Малофеев С.С., Кулицкий В.А. // *Металлы* – 2012 – №5 – С.94-99.
7. Malopheyev S. Mechanical properties and structure of friction stir welds of rolled Zr-modified AA5083 alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev // *AIP Conference Proceedings* – 2016 – V. 1783 – P. 1-4.
8. Malopheyev S. Superplastic behavior of friction-stir welded joints of an Al-Mg-Sc alloy with ultrafine-grained microstructure / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // *Material Science Forum* – 2016 – V. 838-839 – P. 338-343.
9. Kaibyshev R. Mechanisms of dynamic recrystallization in aluminum alloys / R. Kaibyshev, S. Malopheyev // *Material Science Forum* – 2014 – V. 794-796 – P. 784-789.
10. Kaibyshev R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP / R. Kaibyshev, S. Malopheyev, V. Kulitskiy, M. Gazizov // *Advanced Materials Research* – 2014 – V. 922 – P. 783-786.
11. Malopheyev S. Friction stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy with ultra-fined grained structure / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // *Material Science Forum* – 2014 – V.794-796 – P. 365-370.
12. Kaibyshev R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP /

R. Kaibyshev, S. Malopheyev, V. Kulitskiy, M. Gazizov // Material Science Forum – 2014 – V. 783-786 – P. 2641-2646.

13. Malopheyev S. Effect of strain hardening on the joint efficiency of an Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to friction stir welding / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Materials Research –2014 – V. 922 – P. 463-468.

14. Kipelova A. Development of ultra-fine grained structure in an Al-5.4%Mg-0.5%Mn alloy processed by ECAP / A. Kipelova, I. Nikulin, S. Malopheyev, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2011 – V. 667-669 – P. 487-492.

15. Malopheyev S. Mechanical properties of an Al-5.4%Mg-0.5%Mn-0.1%Zr alloy subjected to ECAP and rolling / S. Malopheyev, A. Kipelova, I. Nikulin, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2011 – V. 667-669 – P. 815-820.

Патент:

Способ деформационно-термической обработки алюминиево-магниевых сплавов: пат. 2566107 Рос. Федерация: МПК⁵¹ С1 / Р.О. Кайбышев, И.А. Никулин, С.С. Малофеев; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»). – № 2014135952/02; заявл. 04.09.2014; опубл. 20.10.2015, Бюл. № 29. – 6 с.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Polmear, I. Light alloys. From traditional alloys to nanocrystals / I. Polmear // Elsevier, 2006. – 421 p.
2. Колачев Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. 3-е изд., перераб. и доп. / Б.А. Колачев – М.: «МИСиС», 1999. – 416 с.
3. Sabirov, I. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development / I. Sabirov, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev // Mater. Sci. Eng. A – 2013. – Vol. 560. – P. 1-24.
4. Davis, J.R. Aluminum and aluminum alloys / Davis, J.R. // Materials Park, OH, ASM International; 1993. – 784 p.
5. Brandes, E.A. Smithells Light Metals Handbook / E.A. Brandes, G.B. Brook (Eds.) // Butterworth Heinemann, 1998. – 194 p.
6. Valiev, R.Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R.Z. Valiev, T.G. Langdon // Prog. Mater. Sci. – 2006. – Vol. 51. – P. 881-981.
7. Hayes, J.S. Effect of grain size on tensile behaviour of a submicron grained Al–3 wt-%Mg alloy produced by severe deformation / J.S. Hayes, R. Keyte, P.B. Prangnell // Mater. Sci. Technol. – 2000. – Vol. 16. – P. 1259–1263.
8. Valiev, R.Z. On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation / R.Z. Valiev, N.A. Enikeev, M.Yu. Murashkin, V.U. Kazykhanov, X. Sauvage // Scripta Mater. – 2010. – Vol. 63. – P. 949–952.
9. Park, K.-T. Microstructures developed by compressive deformation of coarse grained and ultrafine grained 5083 Al alloys at 77 K and 298 K / K.-T. Park, J.H. Park, Y.Sh. Lee, W.J. Nam // Mater. Sci. Eng. A – 2005. – Vol. 408. – P. 102–109.
10. Tsai, T.L. Microstructure and tensile properties of a commercial 5052 aluminum alloy processed by equal channel angular extrusion / T.L. Tsai, P.L. Sun, P.W. Kao, C.P. Chang // Mater. Sci. Eng. A – 2003. – Vol. 342. – P. 144–151.
11. Munoz-Morris, M.A. Mechanical behaviour of dilute Al–Mg alloy processed by equal channel angular pressing / M.A. Munoz-Morris, C. Garsia Oca, D.G. Morris // Scripta Mater. – 2003. – Vol. 48. – P. 213–218.
12. Kapoor, R. Deformation behavior of an ultrafine-grained Al–Mg alloy produced by equal-channel angular pressing / R. Kapoor, J.K. Chakravartty // Acta Mater. – 2007. – Vol. 55. – P. 5408–5418.

13. Gubicza, J. Microstructure and strength of severely deformed fcc metals / J. Gubicza, N.Q. Chinh, T. Csanadi, T.G. Langdon, T. Ungar // *Mater. Sci. Eng. A* – 2007. – Vol. 462. – P. 86–90.
14. Huang, Y. The formation of nanograin structures and accelerated room-temperature theta precipitation in a severely deformed Al–4 wt.% Cu alloy / Y. Huang, J.D. Robson, P.B. Prangnell // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58. – P. 1643–1657.
15. Jazaeri, H. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: I – the deformed state / H. Jazaeri, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 3239–3250.
16. Apps P.J. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminium alloys to ultra-high strains / P.J. Apps, M. Berta, P.B. Prangnell // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 499–511.
17. Ning, J.L. Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al–Mg–Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature / J.L. Ning, D.M. Jiang // *Mater. Sci. Eng. A* – 2007. – Vol. 452–453. – P. 552–557.
18. Wang, Z.C. Microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al–Mg–Li alloys / Z.C. Wang, P.B. Prangnell // *Mater. Sci. Eng. A* – 2002. – Vol. 328. – P. 87–97.
19. Hasegawa, H. Thermal stability of ultrafine-grained aluminum in the presence of Mg and Zr additions / H. Hasegawa, S. Komura, A. Utsunomiya, Z. Horita, M. Furukawa, T.G. Langdon // *Mater. Sci. Eng. A* – 1999. – Vol. 265. – P. 188–196.
20. Kumar, S. Effect of zirconium and magnesium additions on properties of Al–Li based alloy / S. Kumar, H.B. McShane, T. Sheppard // *Mater. Sci. Technol.* – 1994. – Vol. 10. – P. 162–172.
21. Ocenasek, V. Resistance to recrystallization due to Sc and Zr addition to Al–Mg alloys / V. Ocenasek, M. Slamova, // *Mater. Character.* – 2001. – Vol. 47. – P. 157–162.
22. Lefebvre, W. Tracking the path of dislocations across ordered Al₃Zr nano-precipitates in three dimensions, W. Lefebvre, N. Masquelier, J. Houard, R. Patte, H. Zapolsky // *Scripta Mater.* – 2014. – Vol. 70. – P. 43–46.
23. Knipling, K.E. Precipitation evolution in Al–0.1Sc, Al–0.1Zr and Al–0.1Sc–0.1Zr (at.%) alloys during isochronal aging / K.E. Knipling, R.A. Karnesky, C.P. Lee, D.C. Dunand, D.N. Seidman, // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58. – P. 5184–5195.
24. Knipling, K.E. Precipitation evolution in Al–Zr and Al–Zr–Ti alloys during aging at 450–600 °C / K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 1182–1195.

25. Knipling, K.E. Precipitation evolution in Al–Zr and Al–Zr–Ti alloys during isothermal aging at 375–425 °C / K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 114–127.
26. Riddle, Y.W. A study of coarsening, recrystallization, and morphology of microstructure in Al–Sc–(Zr)–(Mg) alloys / Y.W. Riddle, T.H. Sanders. *Metal. Mater. Trans. A* – 2004. – Vol. 35. – P. 341–350.
27. Mondolfo, L.F. *Aluminum alloys: structure and properties* / L.F. Mondolfo // London, Butterworths; 1976. – 971 p.
28. Røyset, J. Scandium in aluminium alloys / J. Røyset, N. Ryum // *Int. Mater. Rev.* – 2005. – Vol. 50. – P. 19–44.
29. Nieh, T.G. High strain rate superplasticity in a continuously recrystallized Al–6%Mg–0.3%Sc alloy / T.G. Nieh, L.M. Hsiung, J. Wadsworth, R. Kaibyshev // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – P. 2789–2800.
30. Sitdikov, O. Microstructure behavior of Al–Mg–Sc alloy processed by ECAP at elevated temperature / O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki, Y. Watanabe // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 821–834.
31. Kaibyshev, R. High strain rate superplasticity in an Al–Mg–Sc–Zr alloy subjected to simple thermomechanical processing / R. Kaibyshev, E. Avtokratova, A. Apollonov, R. Davies // *Scripta Mater.* – 2006. – Vol. 54. – P. 2119–2124.
32. Елагин, В.И. История, успехи и проблемы легирования алюминиевых сплавов переходными металлами / В.И. Елагин // *Технология легких сплавов.* – 2004. – № 3. – С. 6–29.
33. Kaibyshev, R. Strategy for achieving high strength in Al–Mg–Sc alloys by intense plastic straining / R. Kaibyshev, A. Mogucheva, A. Dubyna // *Mater. Sci. Forum* – 2012. – Vol. 55. – P. 706–709.
34. Елагин, В.И. Алюминиевые сплавы, легированные скандием / В.И. Елагин, В.В. Захаров, Т.Д. Ростова // *Металловед. и термич. обраб. металлов.* – 1992. – № 1. – С. 24–28.
35. Filatov, Yu.A. New Al–Mg–Sc alloys / Yu.A. Filatov, V.I. Yelagin, V.V. Zakharov // *Mater. Sci. Eng. A* – 2000. – Vol. 280. – P. 97–101.
36. Van Dalen, M.E. Creep- and coarsening properties of Al–0.06 at.% Sc–0.06 at.% Ti at 300–450 °C / M.E. Van Dalen, D.N. Seidman, D.C. Dunand // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 4369–4377.
37. Kendig, K.L. Strengthening mechanisms of an Al–Mg–Sc–Zr alloy / K.L. Kendig, D.B. Miracle // *Acta Mater.* – 2002. – Vol. 50. – P. 4165–4175.

38. Fuller, C.B. Temporal evolution of the nanostructure of Al(Sc,Zr) alloys: Part I – Chemical compositions of $Al_3(Sc_{1-x}Zr_x)$ precipitates / C.B. Fuller, J.L. Murray, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 5401–5413.
39. Дриц, М.Е. Структура и свойства сплавов Al-Sc и Al-Mg-Sc / М.Е. Дриц, Л.С. Торопова, Ю.Г. Быков, В.И. Елагин, Ю.А. Филатов // *Металлургия и металловедение цветных сплавов.* – 1982. – С. 213-223.
40. Yin, Z. Effect of minor Sc and Zr on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg based alloys / Z. Yin, Q. Pan, Y. Zhang, F. Jiang // *Mater. Sci. Eng. A* – 2000. – Vol. 280. – P. 151-155.
41. Fonda, R.W. Microstructure, mechanical properties, and corrosion of friction stir welded Al 5456 / R.W. Fonda, P.S. Pao, H.N. Jones, C.R. Feng, B.J. Connolly, A.J. Davenport // *Mater. Sci. Eng. A* – 2009. – Vol. 519. – P. 1–8.
42. Marquis, E.A. Coarsening kinetics of nanoscale Al_3Sc precipitates in an Al–Mg–Sc alloy / E.A. Marquis, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 4259–4268.
43. Fuller, C.B. Temporal evolution of the nanostructure of Al(Sc,Zr) alloys: Part II-coarsening of $Al_3(Sc_{1-x}Zr_x)$ precipitates / C.B. Fuller, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 5415–5428.
44. Deschamps, A. In situ small-angle scattering study of the precipitation kinetics in an Al–Zr–Sc alloy / A. Deschamps, L. Lae, P. Guyot // *Acta Mater.* – 2007. – Vol. 55. – P. 2775–2783.
45. Tolley, A. Segregation in $Al_3(Sc,Zr)$ precipitates in Al–Sc–Zr alloys / A. Tolley, V. Radmilovic, U. Dahmen // *Scripta Mater.* – 2005. – Vol. 52. – P. 621–625.
46. Vo, N.Q. Atom probe tomographic study of a friction-stir-processed Al–Mg–Sc alloy / N.Q. Vo, D.C. Dunand, D.N. Seidman // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 7078–7089.
47. Sauvage, X. Precipitate stability and recrystallisation in the weld nuggets of friction stir welded Al–Mg–Si and Al–Mg–Sc alloys / X. Sauvage, A. Dede, A. Cabello Munoz, B. Huneau // *Mater. Sci. Eng. A* – 2008. – Vol. 491. – P. 364–371.
48. Hu, R. Biological Activity and Antibacterial Property of Nano-structured TiO_2 Coating Incorporated with Cu Prepared by Micro-arc Oxidation / R. Hu, T. Ogura, H. Tezuka, T. Sato, Q. Liu // *J. Mater. Sci. Technol.* – 2010. – Vol. 26. – P. 237–244.
49. Kaibyshev, R. Superplastic behavior of an Al–Mg alloy at elevated temperatures / R. Kaibyshev, F. Musin, D.R. Lesuer, T.G. Nieh. *Mater. Sci. Eng. A* – 2003. – Vol. 342. – P. 169–177.

50. Kamikawa, N. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed / N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen // *Acta Mater.* – 2009. – Vol. 57. – P. 4198–4208.
51. Zhang, X. Microstructure and strengthening mechanisms in cold-drawn pearlitic steel wire / X. Zhang, A. Godfrey, X. Huang, N. Hansen, Q. Liu // *Acta Mater.* – 2011. – Vol. 59. – P. 3422–3430.
52. Brown, L.M. Strengthening Methods in Crystals / L.M. Brown, R.K. Ham, in: A. Kelly, R.B. Nicholson (Eds.) // Elsevier, New York, 1971, pp. 9–133.
53. Humphreys, F.J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F.J. Humphreys, M. Hatherly // Elsevier, Oxford, 2005. – 498 p.
54. Ryen, Ø. Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys / Ø. Ryen, O. Nijs, E. Sjolander, B. Holmedal, H.-E. Ekstrom, E. Nes // *Metall. Mater. Trans. A* – 2006. – Vol. 37. – P. 1999–2006.
55. Haasen, P. Physical Metallurgy / P. Haasen, R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.) // Vol. 3, Elsevier Science B.V., The Netherlands, 1996. – P. 2009–2073.
56. Valiev, R.Z. The art and science of tailoring materials by nanostructuring for advanced properties using SPD techniques / R.Z. Valiev, T.G. Langdon // *Adv. Eng. Mater.* – 2010. – Vol. 12. – P. 677–691.
57. Gazder, A.A. An EBSD investigation of interstitial-free steel subjected to equal channel angular extrusion, A.A. Gazder, W. Cao, Ch.H.J. Davies, E.V. Pereloma // *Mater. Sci. Eng. A* – 2008. – Vol. 497. – P. 341–352.
58. Shashkov, I.V. Multiscale study of acoustic emission during smooth and jerky flow in an AlMg alloy / I.V. Shashkov, M.A. Lebyodkin, T.A. Lebedkina // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 6842–6850.
59. Huskins, E.L. Strengthening mechanisms in an Al–Mg alloy / E.L. Huskins, B. Cao, K.T. Ramesh // *Mater. Sci. Eng. A* – 2010. – Vol. 527. – P. 1292–1298.
60. Hall, E.O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results / E.O. Hall // *Proc. Phys. Soc. B* – 1951. – Vol. 64. – P. 747–753.
61. Petch, N.J. The cleavage strength of polycrystals / N.J. Petch, *J. Iron. Steel Inst.* – 1953. – Vol. 174. – P. 25–28.
62. Langdon, T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement / T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 2013. – Vol. 61. – P. 7035–7059.

63. Han, B.Q. Mechanical properties of an ultrafine-grained Al-7.5 Pct Mg alloy / B.Q. Han, F.A. Mohamed, Z. Lee, S.R. Nutt, E.J. Lavernia // *Metall. Mater. Trans. A* – 2003. – Vol. 34. – P. 603–613.
64. Tellkamp, V.L. Mechanical behavior and microstructure of a thermally stable bulk nanostructured Al alloy / V.L. Tellkamp, E.J. Lavernia, A. Melmed // *Metall. Mater. Trans. A* – 2001. – Vol. 32. – P. 2335–2343.
65. Hansen, N. Hall–Petch relation and boundary strengthening / N. Hansen // *Scripta Mater.* – 2004. – Vol. 51. – P. 801–806.
66. Bridgman, P.W. On torsion combined with compression / P.W. Bridgman // *J. Appl. Phys.* – 1943. – Vol. 14. – P. 273–283.
67. Bridgman, P.W. The effect of hydrostatic pressure on plastic flow under shearing stress / P.W. Bridgman // *J. Appl. Phys.* – 1946. – Vol. 17. – P. 692–697.
68. Estrin, Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science / Y. Estrin, A. Vinogradov // *Acta Mater.* – 2013. – Vol. 61. – P. 782–817.
69. Valiev, R.Z. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation / R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu // *J. Minerals* – 2006. – Vol. 58. – P. 33–39.
70. Segal, V.M. Materials processing by simple shear / V.M. Segal // *Mater. Sci. Eng. A* – 1995. – Vol. 197. – P. 157–164.
71. Iwahashi, Y. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials / Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // *Scripta Mater.* – 1996. – Vol. 35. – P. 143–146.
72. Nakashima, K. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing / K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – P. 1589–1599.
73. Furukawa, M. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing / M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Mater. Sci. Eng. A* – 1998. – Vol. 257. – P. 328–332.
74. Furukawa, M. Factors influencing the shearing patterns in equal-channel angular pressing / M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Mater. Sci. Eng. A* – 2002. – Vol. 332. – P. 97–109.
75. Iwahashi, Y. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 1997. – Vol. 45. – P. 4733–4741.

76. Iwahashi, Y. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – P. 3317–3331.
77. Oh-Ishi, K. Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing / K. Oh-Ishi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. G. Langdon // *Metall. Mater. Trans. A* – 1998. – Vol. 29. – P. 2011–2013.
78. Wongsan-Ngam, J. The development of hardness homogeneity in a Cu–Zr alloy processed by equal-channel angular pressing / J. Wongsan-Ngam, M. Kawasaki, T.G. Langdon // *Mater. Sci. Eng. A* – 2012. – Vol. 556. – P. 526–532.
79. Threadgill, P.L. Friction stir welding of aluminium alloys / P.L. Threadgill, A.J. Leonard, H.R. Shercliff, P.J. Withers // *Inter. Mater. Rev.* – 2009. – Vol. 54. – P. 49–93.
80. Nandan, R. Recent advances in friction-stir welding – Process, weldment structure and properties / R. Nandan, T. DebRoy, H.K.D.H. Bhadeshia // *Prog. Mater. Sci.* – 2008. – Vol. 53. – P. 980-1023.
81. Mishra, R.S. Friction stir welding and processing // R.S. Mishra, Z.Y. Ma // *Materials Science and Engineering R* – 2005. – Vol. 50. – P. 1–78.
82. Rhodes, C.G. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum / C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, R.A. Spurling, C.C. Bampton // *Scripta Mater.* – 1997. – Vol. 36. – P. 69–75.
83. Liu, G. Microstructural aspects of the friction-stir welding of 6061-T6 aluminum / G. Liu, L.E. Murr, C.S. Niou, J.C. McClure, F.R. Vega // *Scripta Mater.* – 1997. – Vol. 37. – P. 355–361.
84. Jata, K.V. Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys / K.V. Jata, S.L. Semiatin // *Scripta Mater.* – 2000. – Vol. 43. – P. 743–749.
85. Benavides, S. Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum / S. Benavides, Y. Li, L.E. Murr, D. Brown, J.C. McClure // *Scripta Mater.* – 1999. – Vol. 41. – P. 809–815.
86. Tang, W. Heat Input and Temperature Distribution in Friction Stir Welding / W. Tang, X. Guo, J. C. McClure, L. E. Murr // *J. Mater. Process. Manuf. Sci.* – 1999. – Vol. 7. – P. 163–172.
87. Mahoney, M.W. Properties of friction-stir-welded 7075 T651 / M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel // *Metall. Mater. Trans. A* – 1998. – Vol. 29. – P. 1955–1964.

88. Reynolds, A.P. Processing-property correlation in friction stir welds / A.P. Reynolds, W.D. Lockwood, T.U. Seidel // *Mater. Sci. Forum* – 2000. – Vol. 331–337. – P. 1719–1724.
89. Murr, L.E. Intercalation vortices and related microstructural features in the friction-stir welding of dissimilar metals / L.E. Murr, Y. Li, R.D. Flores, E.A. Trillo // *Mater. Res. Innovat.* – 1998. – Vol. 2. – P. 150–163.
90. Li, Y. Friction-stir welding of aluminum alloy 2024 to silver / Y. Li, E.A. Trillo, L.E. Murr // *J. Mater. Sci. Lett.* – 2000. – Vol. 19. – P. 1047–1051.
91. Li, Y. Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum / Y. Li, L.E. Murr, J.C. McClure // *Mater. Sci. Eng. A* – 1999. – Vol. 271. – P. 213–223.
92. Sato, Y.S. Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enmoto, S. Jogan // *Metall. Mater. Trans. A* – 1999. – Vol. 30. – P. 2429–2437.
93. Heinz, B. Characterization of a friction-stir-welded aluminum alloy 6013 / B. Heinz, B. Skrotzki // *Metall. Mater. Trans. B* – 2002. – Vol. 33. – P. 489–498.
94. Jata, K.V. Friction-stir welding effects on microstructure and fatigue of aluminum alloy 7050-T7451 / K.V. Jata, K.K. Sankaran, J.J. Ruschau // *Metall. Mater. Trans. A* – 2000. – Vol. 31. – P. 2181–2192.
95. Su, J.Q. A new route to bulk nanocrystalline materials / J.Q. Su, T.W. Nelson, C.J. Sterling // *J. Mater. Res.* – 2003. – Vol. 18. – P. 1757–1760.
96. Kwon, Y.J. Friction stir process as a new manufacturing technique of ultrafine grained aluminum alloy / Y.J. Kwon, N. Saito, I. Shigematsu // *J. Mater. Sci. Lett.* – 2002. – Vol. 21. – P. 1473–1476.
97. Kwon, Y.J. Production of Ultra-Fine Grained Aluminum Alloy using Friction Stir Process / Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito // *Mater. Trans.* – 2003. – Vol. 44. – P. 1343–1350.
98. Kwon, Y.J. Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process / Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito // *Scripta Mater.* – 2003. – Vol. 49. – P. 785–789.
99. Bowen, A.W. Texture development in high strength aluminium alloys / A.W. Bowen // *Mater. Sci. Technol.* – 1990. – Vol. 6. – P. 1058–1071.
100. Hirsch, J. Overview no. 76: Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals—I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys / J. Hirsch, K. Lucke // *Acta Metall.* – 1998. – Vol. 36. – P. 2863–2882.

101. Lucke, K. Proceedings of the Third International Conference on Aluminum Alloys / K. Lucke, O. Engler, L. Arnberg (Eds.) // Norwegian Institute of Technology, Trondheim, Norway, 1992. – 439 p.
102. Doherty, R.D. Current issues in recrystallization: a review / R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D.J. Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett // Mater. Sci. Eng. A – 1997. – Vol. 238. – P. 219–274.
103. Gourder, S. Recrystallization during hot deformation of aluminium / S. Gourder, E.V. Konopleva, H.J. McQueen, F. Montheillet // Mater. Sci. Forum – 1996. – Vol. 217–222. – P. 441–446.
104. McQueen, H.J. Classification and determination of restoration mechanisms in the hot working of Al alloys / H.J. McQueen, E. Evangelista, M.E. Kassner // Z. Metallkd. – 1991. – Vol. 82. – P. 336–345.
105. Bricknell, R.H. Superplasticity in the commercial Al-Zn-Mg alloy BA 708 / R.H. Bricknell, J.W. Edington // Metall. Trans. A – 1976. – Vol. 22. – P. 153–155.
106. Hales, S.J. Microstructural evolution by continuous recrystallization in a superplastic Al-Mg alloy / S.J. Hales, T.R. McNelley // Acta Metall. – 1988. – Vol. 36, – P. 1229–1239.
107. Liu, Q. On deformation-induced continuous recrystallization in a superplastic Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy / Q. Liu, X. Huang, M. Yao, J. Yang // Acta Metall. Mater. – 1992. – Vol. 40. – P. 1753–1762.
108. Matsuki, K. Microstructural evolution during initial stage of high strain rate superplastic deformation in powder metallurgical 7475 Al-0.7Zr alloy / K. Matsuki, T. Iwaki, M. Tokizawa, Y. Murakami // Mater. Sci. Technol. – 1991. – Vol. 7. – P. 513–519.
109. Gudmundsson, H. Mechanisms of continuous recrystallization in an Al-Zr-Si alloy / H. Gudmundsson // D. Brooks, J.A. Wert // Acta Metall. Mater. – 1991. – Vol. 39. – P. 19–35.
110. Ameyama, K. Change of microduplex structure and its refinement by hot compressive deformation in ($\alpha + \gamma$) two-phase stainless steel / K. Ameyama, H. Matsuoka, A. Miyazaki, M. Tokizane // J. Jpn. Inst. Met. – 1989. – Vol. 53. – P. 991–997.
111. Huang, X. Subgrain growth and misorientation of the α matrix in an ($\alpha + \gamma$) microduplex stainless steel / X. Huang, K. Tsuzaki, T. Maki // Acta Metall. Mater. – 1995. – Vol. 43. – P. 3375–3384.
112. Tsuzaki, K. Mechanism of dynamic continuous recrystallization during superplastic deformation in a microduplex stainless steel / K. Tsuzaki, X. Huang, T. Maki // Acta Mater. – 1996. – Vol. 44. – P. 4491–4499.

113. Su, J.-Q. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium / J.-Q. Su, T.W. Nelson, R.S. Mishra, M.W. Mahoney // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 713–729.
114. Mahoney, M. Friction Stir Welding and Processing / K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, D.P. Field (Eds.) // TMS, Warrendale, PA, USA, 2001. – P. 183.
115. Sato, Y.S. Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enmoto, S. Jogan, T. Hashimoto // *Metall. Mater. Trans. A* – 1999. – Vol. 30. – P. 3125–3130.
116. Sato, Y.S. Microtexture in the friction-stir weld of an aluminum alloy / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enmoto, S. Jogan, T. Hashimoto // *Metall. Mater. Trans. A* – 2001. – Vol. 32. – P. 941–948.
117. Zhang, D.L. The quench sensitivity of cast Al–7 wt.%Si–0.4 wt.%Mg alloy / D.L. Zhang, L. Zheng // *Metall. Mater. Trans. A* – 1996. – Vol. 27. – P. 3983–3991.
118. Bratland, D.H. Overview No. 124 Modelling of precipitation reactions in industrial processing / D.H. Bratland, O. Grong, H. Shercliff, O.R. Myhr, S. Tjøtta // *Acta Mater.* – 1997. – Vol. 45. – P. 1–22.
119. Sato, Y.S. Microstructural factors governing hardness in friction-stir welds of solid-solution-hardened Al alloys / Y.S. Sato, S.H.C. Park, H. Kokawa // *Metall. Mater. Trans. A* – 2001. – Vol. 32. – P. 3023–3042.
120. Svensson, L.E. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded aluminium alloys with special reference to AA 5083 and AA 6082 / L.E. Svensson, L. Karlsson, H. Larsson, B. Karlsson, M. Fazzini, J. Karlsson // *Sci. Technol. Weld. Join.* – 2000. – Vol. 5. – P. 285–296.
121. Pao, P.S. Corrosion–fatigue crack growth in friction stir welded Al 7050 / P.S. Pao, S.J. Gill, C.R. Feng, K.K. Sankaran // *Scripta Mater.* – 2001. – Vol. 45. – P. 605–612.
122. Denquin, A. Influence of the initial ageing condition on microstructure and properties of a friction stir welded 6056 alloy / A. Denquin, D. Allehaux, M.H. Campagnac, G. Lapasset // *Mater. Sci. Forum* – 2002. – Vol. 3. – P. 1199–1204.
123. Liu, H.J. Tensile properties and fracture locations of friction-stir-welded joints of 2017-T351 aluminum alloy / H.J. Liu, H. Fujii, M. Maeda, K. Nogi // *J. Mater. Process. Technol.* – 2003. – Vol. 142. – P. 692–696.
124. Hirata, T. Influence of friction stir welding parameters on grain size and formability in 5083 aluminum alloy / T. Hirata, T. Oguri, H. Hagino, T. Tanaka, S.W. Chung, Y. Takigawa, K. Higashi // *Mater. Sci. Eng. A* – 2007. – Vol. 456. – P. 344–349.

125. Attallah, M.M. Influence of base metal microstructure on microstructural development in aluminium based alloy friction stir welds / M.M. Attallah, C.L. Davis, M. Strangwood // *Sci. Technol. Weld. Join.* – 2007. – Vol. 12. – P. 361–369.
126. Peel, M. Microstructure, mechanical properties and residual stresses as a function of welding speed in aluminium AA5083 friction stir welds / M. Peel, A. Steuwer, M. Preuss, P.J. Withers // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 4791–4801.
127. Hao, H.L. Effect of welding parameters on microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al–Mg–Er alloy / H.L. Hao, D.R. Ni, H. Huang, D. Wang, B.L. Xiao, Z.R. Nie, Z.Y. Ma // *Mater. Sci. Eng. A* – 2013. – Vol. 559. – P. 889–896.
128. Kapoor, R. Influence of fraction of high angle boundaries on the mechanical behavior of an ultrafine grained Al–Mg alloy / R. Kapoor, N. Kumar, R.S. Mishra, C.S. Huskamp, K.K. Sankaran // *Mater. Sci. Eng. A* – 2010. – Vol. 527. – P. 5246–5254.
129. Cobello Munoz, A. Comparison of TIG welded and friction stir welded Al–4.5Mg–0.26Sc alloy / A. Cobello Munoz, G. Ruckert, B. Huneau, X. Sauvage, S. Marya // *J. Mater. Process. Technol.* – 2008. – Vol. 197. – P. 337–343.
130. Грудев, А.П. Теория прокатки: Учебник для вузов / А.П. Грудев – М.: Металлургия, 1988. – 240 с.
131. Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков – М.: Металлургия, 1976. – 270 с.
132. Хирш, Н. Электронная микроскопия тонких кристаллов / Н. Хирш – М.: Мир, 1968. – 574 с.
133. Jia, Z. Effect of homogenization and alloying elements on recrystallization resistance of Al–Zr–Mn alloys / Z. Jia, G. Hu, B. Forbord, J.K. Solberg // *Mater. Sci. Eng. A* – 2007. – Vol. 444. – P. 284–290.
134. Sitdikov, O. Grain refinement in a commercial Al–Mg–Sc alloy under hot ECAP conditions / O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // *Mater. Sci. Eng. A* – 2007. – Vol. 444. – P. 18–30.
135. Kaibyshev, R. Continuous dynamic recrystallization in an Al–Li–Mg–Sc alloy during equal-channel angular extrusion / R. Kaibyshev, K. Shipilova, F. Musin, Y. Motohashi // *Mater. Sci. Eng. A* – 2005. – Vol. 396. – P. 341–351.
136. Murr, E.L. Interfacial phenomena in metals and alloys. Reading / E.L. Murr // MA: Addison-Wesley, 1975. – 673 p.
137. Rios, P.R. Abnormal grain growth development from uniform grain size distributions / P.R. Rios // *Acta Mater* – 1997. – Vol. 45. – P. 1785–1789.

138. Rios, P.R. Abnormal grain growth development from uniform grain size distributions in the presence of stable particles / P.R. Rios // *Scripta Mater* – 1998. – Vol. 39. – P. 1725–1730.
139. Humphreys, F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—II. The effect of second-phase particles / F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 1997. – Vol. 45. – P. 5031–5039.
140. Belyakov, A. Grain refinement in copper under large strain deformation / A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, K. Tsuzaki // *Phil. Mag. A* – 2001. – Vol. 81. – P. 2629–2643.
141. Humphreys, F.J. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation / F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // *Phil. Trans. R Soc. Lond. A* – 1999. – Vol. 357. – P. 1663–1681.
142. Ferry, M. Microstructural evolution in a fine-grained Al–0.3 wt.% Sc alloy produced by severe plastic deformation / M. Ferry, N. Burhan // *Scripta Mater.* – 2007. – Vol. 56. – P. 525–528.
143. Ferry, M. Continuous and discontinuous grain coarsening in a fine-grained particle-containing Al–Sc alloy / M. Ferry, N.E. Hamilton, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 1097–1109.
144. Sitdikov, O. Dislocation glide and dynamic recrystallization in LiF single crystals / O. Sitdikov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng. A* – 2002. – Vol. 328. – P. 147–155.
145. Biberger, M. Subgrain boundary migration during creep of lif: I. Recombination of subgrain boundaries / M. Biberger, W. Blum // *Phil. Mag. A* – 1992. – Vol. 65. – P. 757–770.
146. Beyerlein, I.J. Texture evolution in equal-channel angular extrusion / I.J. Beyerlein, L.S.Toth // *Prog. Mater. Sci.* – 2009. – Vol. 54. – P. 427–510.
147. Ovid'ko, I. Formation of nanoscopic grains due to dislocation pile-up transformations in deformed ultrafine-grained materials / I.Ovid'ko, N.V. Skiba // *Rev. Adv. Mater. Sci.* – 2013. – Vol. 35. – P. 96–103.
148. Winther, G. Dense dislocation walls and microbands aligned with slip planes— theoretical considerations / G. Winther, D.J. Jensen, N. Hansen // *Acta Mater.* – 1997. – Vol. 45. – P. 5059–5075.
149. Hong, Ch. Dislocation content of geometrically necessary boundaries aligned with slip planes in rolled aluminium / Ch. Hong, X. Huang, G. Winther // *Phil. Mag.* – 2013. – Vol. 93. – P. 3118–3141.
150. Huang, X. Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence / X. Huang, G.Winther // *Phil. Mag.* – 2007. – Vol. 87. – P. 5189–5214.

151. Huang, X. Dislocation structures. Part II. Slip system dependence / X. Huang, G. Winther // *Phil. Mag.* – 2007. – Vol. 87. – P. 5215–5235.
152. Mackenzie, J.K. Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes / J.K. Mackenzie // *Biometrika* – 1958. – Vol. 45 – P. 229–240.
153. Gazizov, M. The effect of second-phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al–Cu–Mg–Ag alloy // M. Gazizov, S. Malopheyev, R. Kaibyshev // *J. Mater. Sci.* – 2015. – Vol. 50. – P. 990–1005.
154. Hirsch, P.B. *Electron Microscopy of Thin Crystals* / P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M.J. Whelan // 2nd ed., Krieger, New York, 1977. – 93 p.
155. Sakai, T. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions / T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas // *Prog. Mater. Sci.* – 2014. – Vol. 60. – P. 130–207.
156. Mazurina, I. Grain refinement in aluminum alloy 2219 during ECAP at 250 °C / I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng. A* – 2008. – Vol. 473. – P. 297–305.
157. Mazurina, I. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in aluminum alloy 2219 during hot ECAP / I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng. A* – 2008. – Vol. 486. – P. 662–671.
158. Gourdet, S. A model of continuous dynamic recrystallization / S. Gourdet, F. Montheillet // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 2685–2699.
159. Ponge, D. Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior / D. Ponge, G. Gottstein // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46 – P. 69–80.
160. Bobylev, S.V. Stress-driven migration of deformation-distorted grain boundaries in nanomaterials / S.V. Bobylev, I.A. Ovid'ko // *Acta Mater.* – 2015. – Vol. 88. – P. 260–270.
161. Hurley, P.J. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy / P.J. Hurley, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 1087–1102.
162. Hughes, D.A. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations / D.A. Hughes, N. Hansen, D.J. Bammann // *Scripta Mater.* – 2003. – Vol. 48. – P. 147–153.
163. Xue, Q. Mechanisms for initial grain refinement in OFHC copper during equal channel angular pressing / Q. Xue, I.J. Beyerlein, D.J. Alexander and G.T. Gray III // *Acta Mater.* – 2007. – Vol. 55. – P. 655–668.

164. Bobylev, S.V. Cooperative grain boundary sliding and nanograin nucleation process in nanocrystalline, ultrafine-grained, and polycrystalline solids / S. V. Bobylev, N.F. Morozov, I.A. Ovid'ko // *Phys. Rev. B* – 2011. – Vol. 84. – 094103.
165. Kaibyshev, R. The role of grain boundary sliding in microstructural evolution during superplastic deformation of a 7055 aluminum alloy / R. Kaibyshev, A. Goloborodko, F. Musin, I. Nikulin, T.Sakai // *Mater. Trans.* – 2002. – Vol. 43. – P. 2408–2414.
166. Lebyodkin, M.A. On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow: Statistical analysis / M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, V.S. Gornakov, T.A. Lebedkina, I.V. Shashkov // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 3729–3740.
167. Halim, H. The Portevin–Le Chatelier (PLC) effect and shear band formation in an AA5754 alloy / H. Halim, D.S. Wilkinson, M. Niewczas // *Acta Mater.* – 2007. – Vol. 55. – P. 4151–4060.
168. Brechet, Y. On the influence of precipitation on the Portevin-Le Chatelier effect / Y. Brechet, Y. Estrin // *Acta Metall. Mater.* – 1995. – Vol. 43. – P. 955–963.
169. Robinson, J.M. Microstructural and mechanical influences on dynamic strain ageing phenomena / J.M. Robinson, M.P. Shaw // *Int. Mater. Rev.* – 1994. – Vol. 39 – P. 113–121.
170. Kang, J. Effect of Mg content on Portevin–Le Chatelier band strain in Al–Mg sheet alloys / J. Kang, R.K. Mishra, D.S. Wilkinson, O.S. Hopperstad // *Philos. Mag. Lett.* – 2012. – Vol. 92. – P. 647–655.
171. Mukai, T. Influence of the magnesium concentration on the relationship between fracture mechanism and strain rate in high purity Al–Mg alloys / T. Mukai, K. Higashi, S. Tanimura // *Mater. Sci. Eng. A* – 1994. – Vol. 176. – P. 181–189.
172. Harrell, T.J. Microstructure and strengthening mechanisms in an ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy produced by powder metallurgy / T.J. Harrell, T.D. Topping, H. Wen, T. Hu, J.M. Schoenung, E.J. Lavernia // *Metall. Mater. Trans. A* – 2014. – Vol. 45. – P. 6329–6343.
173. Kato, M. Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals / M. Kato // *Mater. Trans.* – 2014. – Vol. 55. – P. 19-24.
174. Bata, V. An alternative physical explanation of the Hall–Petch relation / V. Bata, E. V. Pereloma // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 657–665.
175. Wagenhofer, M. Influences of strain rate and grain size on yield and serrated flow in commercial Al–Mg alloy 5086 / M. Wagenhofer, M. Ann Erickson-Natishan, R. W. Armstrong, F. J. Zerilli // *Scripta Mater.* – 1999. – Vol. 41. – P. 1177–1184.

176. Zha, M. Microstructure evolution and mechanical behavior of a binary Al–7Mg alloy processed by equal-channel angular pressing / M. Zha, Y. Li, R. H. Mathiesen, R. Bjorge, H.J. Roven // *Acta Mater.* – 2015. – Vol. 84. – P. 42–54.
177. Yanushkevich, Z. Structural strengthening of an austenitic stainless steel subjected to warm-to-hot working / Z. Yanushkevich, A. Mogucheva, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // *Mater. Charact.* – 2011. – Vol. 62. – P. 432–437.
178. Kusakin, P. Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel during cold rolling / P. Kusakin, A. Belyakov, Ch. Haase, R. Kaibyshev, D.A. Molodov // *Mater. Sci. Eng. A* – 2014. – Vol. 617. – P. 52–60.
179. Mishnev, R. Deformation microstructures, strengthening mechanisms, and electrical conductivity in a Cu–Cr–Zr alloy / R. Mishnev, I. Shakhova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng. A* – 2015. – Vol. 629. – P. 29–40.
180. Morris, D.G. Microstructure of severely deformed Al–3Mg and its evolution during annealing / D.G. Morris, M.A. Munoz-Morris // *Acta Mater.* – 2002. – Vol. 50. – P. 4047–4060.
181. Liddicoat, P.V. Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys / P.V. Liddicoat, X.-Z. Liao, Y. Zhao, Y. Zhu, M.Y. Murashkin, E.J. Lavernia, R.Z. Valiev, S.P. Ringer // *Nat. Commun.* – 2010. – Vol. 1. – P. 1-7.
182. Magee, A. Effects of tensile test parameters on the mechanical properties of a bimodal Al–Mg alloy / A. Magee, L. Ladani, T.D. Topping, E.J. Lavernia // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 5838–5849.
183. Lebedkina, T.A. Effect of equal channel angular pressing on the Portevin–Le Chatelier effect in an Al3Mg alloy / T.A. Lebedkina, M.A. Lebyodkin, T.T. Lamark, M. Janeček, Y. Estrin // *Mater. Sci. Eng. A* – 2014. – Vol. 615. – P. 7-13.
184. Mogucheva, A. Effect of grain refinement on jerky flow in an Al-Mg-Sc alloy / A. Mogucheva, D. Yuzbekova, R. Kaibyshev, T. Lebedkina, M. Lebyodkin // *Metall. Mater. Trans. A* – 2016. – Vol. 47. – P. 2093-2106.
185. Schwab, R. On the nature of the yield point phenomenon / R. Schwab, V. Ruff // *Acta Mater.* – 2013. – Vol. 61. – P. 1798-1808.
186. Yu, C.Y. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum / C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 4019-4028.
187. Antolovich, S.D. Plastic strain localization in metals: Origins and consequences / S.D. Antolovich, R.W. Armstrong // *Prog. Mater. Sci.* – 2014. – Vol. 59. – P. 1-160.
188. Jobba, M. Flow stress and work-hardening behaviour of Al–Mg binary alloys / M. Jobba, R. K. Mishra, M. Niewczas // *Int. J. Plasticity* – 2015. – Vol. 65. – P. 43-60.

189. Zhemchuzhnikova, D. Mechanical Behavior of an Al-Mg-Mn-Sc Alloy with an Ultrafine Grain Structure at Cryogenic Temperatures / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // *Adv. Eng. Mater.* – 2015. – Vol. 17. – P.1804–1811.
190. Zhu, H. Effect of cold rolling on microstructure and material properties of 5052 alloy sheet produced by continuous casting / H. Zhu, A.K. Ghosh, K. Maruyama // *Mater. Sci. Eng. A* – 2006. – Vol. 419. – P. 115–121.
191. Liu, J. Recrystallization microstructures and textures in AA5052 continuous cast and direct chill cast aluminum alloy / J. Liu, J.G. Morris // *Mater. Sci. Eng. A* – 2004. – Vol. 385. – P. 342-351.
192. Sato, Y.S. Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, T. Hashimoto // *Metal. Mater. Trans. A* – 1999. – Vol. 30. – P. 3125-3130.
193. Fonda, R.W. Microstructural evolution ahead of the tool in aluminum friction stir welds / R.W. Fonda, K.E. Knipling, J.F. Bingert // *Scripta Mater.* – 2007. – Vol. 58. – P. 343-348.
194. Rao, D. Asymmetric mechanical properties and tensile behaviour prediction of aluminium alloy 5083 friction stir welding joints / D. Rao, K. Huber, J. Heerens, J.F. dos Santos, N. Huber // *Mater. Sci. Eng. A* – 2013. – Vol. 565. – P. 44–50.
195. Zhao, J. Comparative investigation of tungsten inert gas and friction stir welding characteristics of Al–Mg–Sc alloy plates / J. Zhao, F. Jiang, H. Jian, K. Wen, L. Jiang, X. Chen // *Mater. Design* – 2010. – Vol. 31. – P. 306-311.
196. Zhen-bo, H. Comparison of FSW and TIG welded joints in Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy plates / H. Zhen-bo, P. Yong-yi, Y. Zhi-min, L. Xue-feng // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* – 2010. – Vol. 21. – P. 1685-1691.
197. Kumar, N. Critical grain size for change in deformation behavior in ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy / N. Kumar, R.S. Mishra, C.S. Huskamp, K.K. Sankaran // *Scripta Mater.* – 2011. – Vol. 64. – P. 576-579.
198. Kumar, N. Thermal stability of friction stir processed ultrafine grained Al-Mg-Sc alloy / N. Kumar, R.S. Mishra // *Mater. Charact.* – 2012. – Vol. 74. – P. 1–10.
199. Jones, M.J. Interaction of recrystallization and precipitation: The effect of Al₃Sc on the recrystallization behaviour of deformed aluminium / M.J. Jones, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 2149–2159.
200. Sato, Y.S. FIB-assisted TEM study of an oxide array in the root of a friction stir welded aluminium alloy // Y.S. Sato, F. Yamashita, Y. Sugiura, H.C. Park, H. Kokawa // *Scripta Mater.* – 2004. – Vol. 50. – P. 365–369.

201. Sato, Y.S. Characteristics of the kissing-bond in friction stir welded Al alloy 1050 / Y.S. Sato, H. Takahashi, S.H. Park, H. Kokawa // *Mater. Sci. Eng. A* – 2005. – Vol. 405. – P. 333–338.
202. Zhou, C. Effect of oxide array on the fatigue property of friction stir welds / C. Zhou, X. Yang, G. Luan // *Scripta Mater.* – 2006. – Vol. 54. – P. 1515–1520.
203. Chen, H.-B. The investigation of typical welding defects for 5456 aluminum alloy friction stir welds / H.-B. Chen, K. Yan, T. Lin, S.-B. Chen, C.-Y. Jiang, Y. Zhao // *Mater. Sci. Eng. A* – 2006/ – Vol. 433. – P. 64–69.
204. Ren, S.R. Effect of initial butt surface on tensile properties and fracture behavior of friction stir welded Al–Zn–Mg–Cu alloy / S.R. Ren, Z.Y. Ma, L.Q. Chen // *Mater. Sci. Eng. A* – 2008. – Vol. 479. – P. 293–299.
205. Sun, Y.F. The microstructure and mechanical properties of friction stir welded Cu–30Zn brass alloys / Y.F. Sun, N. Xu, H. Fujii // *Mater. Sci. Eng. A* – 2014. – Vol. 589. – P. 228–234.