

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

На правах рукописи

Кищик Анна Алексеевна

РАЗРАБОТКА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Al–Mg
С ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬЮ

Специальность 05.16.01
Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук

Михайловская Анастасия Владимировна

Москва - 2021

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Обзор литературы.....	11
1.1 Особенности сверхпластической деформации и сплавы для сверхпластической формовки ..	11
1.2 Влияние дисперсоидов на структуру и свойства	13
1.3 Формирование микрозеренной структуры благодаря наличию крупных частиц вторых фаз.	21
1.4 Интенсивная пластическая деформация	24
Заключение по обзору литературы.....	27
Глава 2. Методика исследования	30
2.1 Состав сплавов и их приготовление	30
2.2 Термическая обработка сплавов	31
2.3 Обработка давлением.....	32
2.4 Микроструктурные исследования при помощи световой микроскопии	32
2.5 Рентгенофазовый анализ	33
2.6 Сканирующая электронная микроскопия	33
2.7 Просвечивающая электронная микроскопия.....	33
2.8 Определение показателей сверхпластичности	34
2.9 Определение механических свойств	34
2.10 Исследование коррозионной стойкости.....	35
2.11 Всесторонняя изотермическая ковка (ВИК).....	35
2.12 Методика термического анализа	35
Глава 3. Исследование влияние концентрации магния и гетерогенизационного отжига на параметры зеренной структуры и сверхпластичность сплавов системы Al – Mg – Mn – Cr.....	36
Выводы по главе 3.....	42
Глава 4. Исследование влияния эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов на микроструктуру магналиев	44
4.1 Выбор составов сплавов	44
4.2 Анализ температуры солидуса сплавов	47
4.3. Анализ микроструктуры сплавов на разных этапах получения листа.....	48

4.3.1 Микроструктура сплавов после литья	48
4.3.2 Влияние режима гомогенизационного отжига на параметры частиц дисперсоидов	57
3.3.3 Влияние режима деформации на зеренную структуру листов исследуемых сплавов.....	65
Выводы по главе 4.....	81
Глава 5. Исследование влияния эвтектикообразующих элементов на показатели сверхпластичности сплавов.....	84
5.1 Сплавы с исходной рекристаллизованной структурой	84
5.1.1 Промышленный сплав <i>Alpovi-U</i>	84
5.1.2 Анализ показателей сверхпластичности экспериментальных сплавов	85
5.2 Экспериментальные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой.....	92
5.3. Анализ эволюции структуры сплавов при сверхпластической деформации	98
5.3.1 Сплавы с исходной перед СПД рекристаллизованной структурой	98
5.3.2 Сплавы с исходной перед СПД нерекристаллизованной структурой	101
5.4 Анализ остаточной пористости образцов после сверхпластической деформации	106
5.5 Сверхпластическая формовка модельных деталей	107
Выводы по главе 5.....	111
Глава 6 Влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и показатели сверхпластичности исследуемых сплавов с разными параметрами структуры.....	113
Выводы по главе 6.....	120
Глава 7. Сравнение механических свойств сплавов при комнатной температуре	121
Выводы по главе 7.....	124
Выводы по работе	126
Список использованных источников.	129

Введение

Темпы развития металлургической промышленности регулярно повышают требования к новым материалам и технологиям получения полуфабрикатов и готовых изделий с улучшенным комплексом свойств. Полые детали сложной геометрии получают в основном методом многостадийной холодной штамповки с промежуточными отжигами и последующей сваркой элементов в деталь. Сварные соединения снижают прочность изделий и увеличивают их массу, повышают опасность коррозионных разрушений в месте сварного шва. Сверхпластическая формовка (СПФ) листовых заготовок обеспечивает повышение качества и экономической эффективности производства изделий в условиях мелко- и среднесерийного производства. СПФ позволяет производить цельные изделия сложной формы за одну операцию, сократить количество сварных швов, исключить остаточные напряжения, снизить массу конструкции и энергозатраты, в разы уменьшить стоимость штампового инструмента за счет его изготовления из дешевых материалов (например, чугуна или огнеупорной керамики). В основе технологии СПФ лежит феномен микрзеренной сверхпластичности, возможности устойчивого течения и больших удлинений без образования «шейки» благодаря высокой скоростной чувствительности напряжения течения [1–3]. Для проявления эффекта сверхпластичности необходимо, чтобы размер зерна в листах сплава был менее 10 мкм и сохранял стабильность при деформации. Отсюда следует дополнительное важное преимущество СПФ – сохранение однородной равноосной микрзеренной структуры после формовки, что оказывает положительное влияние на предел текучести, пластичность и позволяет минимизировать анизотропию свойств. Чем меньше размер зерна, тем выше скорость формовки и выше производительность СПФ. Так, формовка из сплава системы Al–Mg–Mn деталей несложной конфигурации со скоростью 10^{-3} с^{-1} длится более получаса, а увеличение скорости на порядок снизит время формовки до нескольких минут [4].

Из множества разработанных для сверхпластической формовки алюминиевых сплавов в промышленности используют/использовали лишь несколько: высокопрочный сплав AA7475 (Al–Zn–Mg–Cu), термически упрочняемый AA2004 (Al–Cu–Zr) и, наиболее широко применяемый сегодня, магналий AA5083 (Al–Mg–Mn), а также его более аналог – Alnovi-U, который пригоден для СПФ при повышенных скоростях [5–8]. У всех указанных алюминиевых сплавов оптимальное значение скорости деформации находится в интервале $10^{-4} - 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при удлинении 300–500% [1,6,9]. Для значимого повышения производительности СПФ требуются сплавы, способные к сверхпластической

деформации со скоростью 10^{-2} с^{-1} и выше [10–12]. При скорости 10^{-2} с^{-1} значения удлинения не превышают 200%, только Alnovi-U показывает до 250–270%, при требуемых для сложных деталей 400-500%. Хотя сплав AA5083, как правило, не рассматривают как материал авиапромышленности, продукция из него, полученная методом сверхпластической формовки, была реализована в самолетах Boeing [8]. Испытания показывают, что из этого материала возможно получать отдельные авиационные детали, несмотря на низкий предел текучести ($\sigma_{0,2}=117 \text{ МПа}$). Поскольку технология получения сверхпластичных листов сплавов типа AA5083 проста, сплавы не требуют дополнительной термической обработки и относительно дешевы, то наблюдается значительная экономическая выгода от их применения по сравнению с термически упрочняемыми сплавами AA7XXX и AA2XXX серий. Кроме того, коррозионная стойкость магналиев существенно выше прочих сплавов сравнения. В результате магналии наиболее широко применяют для СПФ, и именно сплавы этой группы имеют большой потенциал для расширения применения в промышленности метода СПФ, однако, для повышения производительности метода необходимы сплавы, способные к высокоскоростной сверхпластичности. Достичь требуемого уровня свойств можно путем создания оптимальной гетерогенности структуры через дополнительное легирование и оптимизацию технологии получения листов. Важными этапами в технологии являются гомогенизационный отжиг, деформационная обработка, в том числе применение всесторонней изотермическойковки, как эффективного способа измельчения структуры масштабируемого в промышленности [13,14]. Сформировать необходимую структуру возможно путем изменения состава сплавов и режимов термической и деформационной обработок. Крупные частицы вторых фаз можно обеспечить легированием эвтектикообразующими элементами или выделением фазы Al_3Mg_2 из твердого раствора при гетерогенизационном отжиге (что показано для сплавов с 5 и 10%Mg), а дисперсные частицы – легирование элементами, образующими при литье пересыщенный твердый раствор на основе алюминия, способный к последующему распаду с выделением наноразмерных дисперсоидов. При этом в литературе недостаточно данных о формировании структуры при кристаллизации, термической и деформационной обработке и свойствах сложнoleгированных магналиев с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам. Таким образом, были сформированы **цели и задачи данного исследования**.

Цель – изучить особенности формирования микроструктуры и свойств сплавов системы Al–Mg легированных эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими

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

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

1. Изучить влияние концентрации магния и возможности использования гетерогенизационного отжига с выделением фазы Al_3Mg_2 на зеренную структуру и показатели сверхпластичности листовых заготовок сплавов.
2. Исследовать влияние эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов (Fe, Ni, Ce, Mn, Cr, Zr, Sc, Er) на микроструктуру исследуемых магналиев, их показатели сверхпластичности и механические свойства при комнатной температуре.
3. Предложить технологические режимы получения сверхпластичных полуфабрикатов новых сплавов, отвечающих цели исследования.

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

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

Научная новизна

1. Показано, что легирование сплавов Al–(4,8–5,8)%Mg совместно эвтектикообразующими Ni, Fe или Ce, Fe, Mn и дисперсоидообразующими Mn, Cr, Zr элементами обеспечивает структуру с бимодальным распределением по размерам частиц вторых фаз (крупных эвтектического происхождения, размерами 0,6–0,9 мкм и наноразмерных дисперсоидов 15–75 нм). Гетерогенная структура, благодаря стимулированию зарождения новых рекристаллизованных зерен крупными частицами и сдерживанию их роста дисперсоидами, обеспечивает перед началом сверхпластической деформации размер зерна 4–5 мкм и сверхпластичное состояние при постоянных скоростях деформации до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.
2. Показано, что совместное легирование сплавов типа магналий Sc и Zr или Er и Zr приводит к формированию перед началом сверхпластической деформации частично рекристаллизованной структуры, динамически рекристаллизующейся в процессе сверхпластической деформации в присутствии крупных эвтектических частиц Ni, Fe, Ce, Mn и Er–содержащих фаз, с формированием зерен среднего размера в диапазоне 3–5 мкм, что обеспечивает сверхпластичное состояние при скоростях деформации до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.
3. Установлено, что в процессе низкотемпературной гомогенизации в течение 24 часов при 360°C в сплаве системы Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr выделяются наноразмерные марганец–, хром– и железосодержащие дисперсоиды квазикристаллической икосаэдрической I–фазы, которые повышают стабильность зеренной структуры сплава при отжиге и высокотемпературной деформации, что обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности сплава.
4. Установлено, что увеличение объемной доли частиц микронного размера фаз эвтектического происхождения приводит к увеличению доли мелких рекристаллизованных зерен и повышает однородность зеренной структуры, формирующейся в сплавах в процессе горячей деформации методом всесторонней изотермическойковки. Частицы фазы Al_9FeNi средним размером $0,5 \pm 0,1$ мкм совместно с L1_2 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ дисперсоидами нанометрических размеров обеспечивают при всесторонней изотермическойковке формирование однородной ультрамелкозернистой структуры и высокоскоростную сверхпластичность.

Практическая значимость

1. Разработан и запатентован (международный патент WO2017078558A1) сплав на основе системы Al–Mg с добавками эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов, листы которого, полученные термомеханической обработкой, включающей горячую и холодную прокатку, способны к сверхпластической деформации со скоростями до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и удлинениями до 600% и имеют предел текучести (250–270 МПа) и прочности (360–385 МПа), относительное удлинение (14–20)% при комнатной температуре. После 100% сверхпластической деформации сплава характеристики пластичности не снижаются, а прочностные характеристики снижаются не более чем на 35 МПа, сохраняя более высокий уровень прочности, чем сплавы аналоги.
2. Разработан сплав на основе системы Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr, листы которого, полученные термомеханической обработкой, включающей низкотемпературный гомогенизационный отжиг, горячую и холодную прокатку, способны к сверхпластической деформации при скоростях $(0,5\text{--}3) \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с удлинениями 300–400% и имеют предел текучести 195 МПа и предел прочности 340 МПа при комнатной температуре (зарегистрировано Ноу–Хау: «Сплав для высокоскоростной сверхпластической формовки на основе алюминия с эвтектической составляющей» от 18.10.2018 г. № 13–2018).
3. Предложены режимы гомогенизационного отжига сплавов, обеспечивающие благодаря формированию высокой плотности нанодисперсных дисперсоидов переходных металлов микрозернистую структуру, повышенные механические свойства и высокоскоростную сверхпластичность экспериментальных сплавов.

Положения, выносимые на защиту

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

Вклад автора

Соискатель принимал активное участие в постановке экспериментов, лично проводил изготовление и подготовку образцов исследования, проводил все основные эксперименты, исследования микроструктуры, анализировал полученные результаты, принимал активное участие в обсуждении полученных результатов, формировании основных выводов, подготовке и написании научных публикаций.

Апробация работы

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

Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов–2016, 2018, 2020»; Уральская школа металловедов–термистов, посвященная 100-летию со дня рождения профессора А.А. Попова; «Прочность неоднородных структур ПРОСТ–2016, 2018»; Международная научно–практическая конференция «Инновационное развитие автоматизации, информационных и энергосберегающих технологий, металлургии и металловедения. Современное состояние, проблематика и перспективы»; Научно–техническая конференция «Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и термической обработки легких сплавов»; Открытая школа–конференция стран СНГ "Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2018, 2020", XIV Уральская школа–семинар металловедов–молодых ученых; Шестой междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии»

Диплом за лучший доклад среди молодых ученых - EuroSPF, Coventry, UK.

Диплом лауреата конкурса «Молодые ученые» на XXV Международной промышленной выставке Металл–Экспо’2019;

Публикации

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

1. А.А. Кищик, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, В.К. Портной. Формирование микроструктуры и сверхпластичность магналиев, ФММ, том 118, №1 (2017) с. 101–108.
2. A.A. Kishchik, A.V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, O.V. Rofman, V.K. Portnoy, Al–Mg based alloy for high strain rate superplastic forming, Materials Science & Engineering A 718 (2018) 190–197

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

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, выводов и списка литературы из 205 наименований, изложена на 150 страницах, содержит 100 рисунков и 13 таблиц. Автор искренне благодарен научному руководителю к.т.н. Михайловской А.В., а также к.т.н. Левченко В.С., к.т.н. Чеверикину В.В., к.т.н. Просвирякову А.С., к.т.н. Кищику М.С., к.т.н. Яковцевой О.А., к.т.н. Мочуговскому А.Г. и к.т.н. Котову А.Д., к.т.н. Базлову А.И. и Базлову И.В. за помощь в проведении экспериментов и практическое содействие в работе. Отдельную благодарность автор выражает проф. д.т.н. Портному В.К. за обсуждение результатов данной работы и помощь в организации экспериментов.

Глава 1. Обзор литературы

1.1 Особенности сверхпластической деформации и сплавы для сверхпластической формовки

Сверхпластичность (СП) – способность ультрамелкозернистых поликристаллических материалов квазиравномерно удлиняться до очень больших степеней деформации (свыше 200%) при высоких температурах и низких напряжениях. Впервые явление наблюдал в 1934 году английский ученый К. Пирсон [15]. Он обнаружил, что эвтектический сплав Bi—Sn с мелкозернистой структурой при испытаниях на растяжение имеет необычно высокие значения удлинения (2000%), однако, он пытался объяснить такое поведение аморфностью структуры материала, и работа не вызвала интереса исследователей. В 1945 г. академиком А.А. Бочваром и З.А. Свидерской было обнаружено аналогичное поведение эвтектоидного сплава Zn–22%Al¹ при повышенных температурах, показал, что материал имеет очень низкое сопротивление деформации, значительно более низкое, чем каждая из фаз эвтектоида, что в результате приводит к большим удлинениям и назвал явление сверхпластичностью. Так, с середины XX века явление называют «сверхпластичностью». Работы советских ученых привлекли внимание мировой науки и побудили бурный рост исследований явления. В том же 1945 г. Франц Зауэрвальд в ГДР сообщил о высокой пластичности при растяжении ряда сплавов Al—Zn и запатентовал несколько составов таких сплавов. В сплаве Zn–22%Al при нагреве до 250°C формируется мелкозернистая структура с размером зерна менее 2 мкм, а относительные удлинения достигают 500% [16].

Сегодня доказано, что сверхпластичное состояние возникает благодаря высокой чувствительности напряжения к скорости деформации, которая характеризуется показателем скоростной чувствительности m в выражении, описанном В.А. Бэкофеном [17]:

$$S = K \dot{\epsilon}^m,$$

где K – коэффициент, зависящий от условий испытания и структуры материала;

$\dot{\epsilon}$ – истинная скорость деформации (производная истинной деформации ϵ по времени η);

¹ Здесь и далее по тексту проценты содержания элементов указаны в массовой доле при условии, что не сказано иного.

m – показатель скоростной чувствительности напряжения течения S к изменению скорости деформации $\dot{\epsilon}$.

Металлы и сплавы в обычных условиях имеют показатель скоростной чувствительности m меньше 0,3, а если значение показателя m превышает 0,3, то материал находится в сверхпластичном состоянии. Чаще всего современные сплавы имеют показатель m на уровне 0,5. Наличие или отсутствие сверхпластичности зависит от структуры листа материала, а не от состава. Так, один и тот же сплав, в зависимости от технологии получения листа, может иметь или нет сверхпластичное состояние. Для проявления эффекта сверхпластичности, размер зерна в листах сплава перед СПД должен быть однороден и не больше 15 мкм, а температура испытания выше $0,5-0,6T_{пл}$. Однако, при таком размере зерна скорости деформации будут не выше $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Например, в сплавах системы Al–Mg с исходной перед началом деформации рекристаллизованной структурой, подвергнутых простой термомеханической обработке, сверхпластичность наблюдается при температурах, близких к солидусу [4,18] и при сравнительно небольших скоростях деформации ($\sim 10^{-5}-10^{-3} \text{ с}^{-1}$). Увеличить скорости деформации можно уменьшив размер рекристаллизованного зерна и обеспечив его термическую и деформационную стабильность.

К параметрам микроструктуры, которые влияют на размер зерна, относятся частицы вторых фаз и состав твердого раствора матрицы [5]. Управлять размером зерна через параметры частиц вторых фаз при рекристаллизации можно двумя способами. Первый – введение добавок переходных металлов (ПМ), таких как Mn, Cr, Zr, Sc для образования дисперсоидов алюминидов данных элементов [19–27]. Размер дисперсоидов колеблется от нескольких нанометров до нескольких десятков нанометров, в результате они эффективно сдерживают статическую рекристаллизацию, повышая ее температуру, а в рекристаллизованном состоянии эффективно сдерживают миграцию границ рекристаллизованных зерен и обеспечивают размер зерна, формирующегося в процессе сверхпластической деформации (СПД) или при нагреве до температур деформации менее 10 мкм. Согласно теории Зинера [28], чем меньше размер дисперсоидов и больше их плотность выделения, тем значительнее эффект.

Второй вариант получения УМЗ структуры основан на эффекте «particle stimulated nucleation» (PSN) или дословно, формировании частиц, стимулирующих зарождение новых зерен. Суть этого явления заключается в том, что вокруг частиц с размером 0,5–2 мкм (зависит от параметров частиц и условий деформации) в процессе холодной деформации создается повышенная плотность дислокаций. При дальнейшем

рекристаллизационном отжиге в этих местах предпочтительно образуются новые зерна. Чем выше плотность таких частиц в сплаве, тем больше мест зарождения новых зерен, соответственно, меньше средний размер зерна [29–36].

1.2 Влияние дисперсоидов на структуру и свойства

Самым популярным методом измельчения зерна в сплавах является легирование переходными металлами, такими как Mn, Cr, Zr и Sc [16–23,36–39]. При быстрой кристаллизации алюминиевых сплавов с такими элементами образуется пересыщенный твердый раствор на основе алюминия [19–23,43–46]. Алюминиевые сплавы в большинстве своём из-за высокой энергии дефекта упаковки склонены к полигонизации при нагреве до температур сверхпластической деформации. В результате многие сплавы AlZnMg, AlCuMg требуют высокоскоростного нагрева, например в селитре. Атомы магния снижают энергию дефекта упаковки или образуют атмосферы на дислокациях, что задерживает полигонизацию и рекристаллизация при более высоких температурах идёт из большего числа центров без высокоскоростного нагрева. Таким образом, сплавы системы Al-Mg (магналии) с добавками переходных металлов после холодной деформации и рекристаллизационного отжига имеют мелкозернистую структуру. Легирование переходными металлами необходимо, чтобы замедлить рост рекристаллизованных зерен. Как показано в работе [24], увеличение содержания магния существенно влияет на размер рекристаллизованных зерен. Авторами исследовано влияние содержания магния от 2,3 до 6,3%, и показано, что с увеличением его содержания в указанном интервале, размер зерна уменьшается с 12 до 5 мкм, а относительное удлинение при СПД со скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ увеличивается с 250 до 400%. Также показано, что добавка 0,3%Cr положительно влияет на показатели СП. Следовательно, при выборе составов сплавов для высокоскоростной формовки необходимо учитывать не только влияние добавок переходных металлов на показатели сверхпластичности, но и содержание магния в сплавах.

Марганец является наиболее экономически выгодным элементом для обеспечения эффекта Зинера. Благодаря высокой склонности к образованию пересыщенного твердого раствора на основе алюминия на стадии литья, Mn способствует выделению высокой плотности распределения дисперсоидов при последующем отжиге, однако, дисперсоиды после промышленных режимов гомогенизации сравнительно крупные. На параметры дисперсоидов оказывают влияние не только режим термической обработки, но и состав

сплава и деформационная обработка. Марганец в сплавах типа АА5000 образует дисперсоиды орторомбической фазы Al_6Mn с размерами 50 - 500 нм [47–51].

Хром и железо могут растворяться в фазе Al_6Mn с образованием фаз $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Cr})$ или $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$ размером менее 100 нм [24,47,52–54]. Mn и Cr также могут образовывать дисперсоиды фазы $\varepsilon\text{-Al}_{18}(\text{Cr},\text{Mn})_2\text{Mg}_3$ с размером менее 150 нм [47,52,55]. Также в сплавах этой серии обнаружены дисперсоиды кубической фазы Al_{12}Mn [56]. Дисперсоиды фазы $\alpha\text{-Al}_{12}\text{Mn}_2\text{Si}_3$ с кубической решеткой, сравнительно компактной формой и частичной когерентностью с Al-матрицей наблюдаются в сплавах на основе Al–Mn (тип АА3000) [52,55,57–61] и Al–Mg–Mn (АА 5000) [52]. Размер дисперсоидов α -фазы колеблется от 20 до 200 нм. В некоторых работах показано, что в сплавах $\text{Al}-(1,15\text{--}1,8)\%\text{Mn}-(0,3\text{--}0,6)\%\text{Fe}-(0,1\text{--}0,2)\%\text{Si}$ отжиг пересыщенного твердого раствора может вызвать образование икосаэдрической фазы, имеющей стехиометрию, близкую к стехиометрии $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Mn},\text{Fe})_2\text{Si}_3$ [55,61,62]. При этом плотность выделения таких дисперсоидов не высокая.

Рассмотрим несколько исследований, посвященных анализу фазового состава промышленных магналиев. В работе [47] в сплаве АА5083 в литом состоянии обнаружено несколько фаз, в том числе около 1% фазы $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$, фаза состава близкого к фазе $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$, которая, предположительно, образовалась на периферии дендритных ячеек, где повышена концентрация Si. Другие менее часто встречающиеся фазы: Mg_2Si и $\varepsilon\text{-Al}_{18}(\text{Cr},\text{Mn})_2\text{Mg}_3$. После гомогенизационного отжига фазы, содержащие Fe и Mn, оставались стабильными, но претерпевали некоторую сфероидизацию при высоких температурах. А также выделяются дисперсоиды $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$, содержащие некоторое количество Cr, размер и объем которых существенно зависят от режима гомогенизационного отжига. При низкотемпературной гомогенизации было получено около 1% мелких дисперсоидов. Гомогенизация при более высокой температуре приводила к значительно увеличенной объемной доли дисперсоидов.

Теми же авторами в статье [52] отмечено, что в сплаве близкого состава АА5052 в литом состоянии обнаружено три типа составляющих фаз, а именно: большое количество фазы Al_3Fe и малая доля частиц фаз $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Cr})\text{Si}$ и Mg_2Si . Две фазы (Al_3Fe и $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Cr})\text{Si}$) содержали некоторое количество Cr, но большая часть Cr оставалась в твердом растворе. Последующий гомогенизационный отжиг приводил к образованию дисперсных частиц. При нагревании до температуры гомогенизации в сплаве АА5052 происходило промежуточное выделение и затем растворение фазы Mg_2Si , которое обеспечивало уровень Si в растворе, необходимый для выделения дисперсоидов фазы $\alpha\text{-}$

Al(Fe,Mn,Cr)Si при более высоких температурах выдержки. На более поздних стадиях гомогенизации образовывалась небольшая доля дисперсоидов фазы ε -Al₁₈(Cr,Mn)₂Mg₃.

В сплаве Al-3%Mg-1%Mn [63] были обнаружены квазикристаллические марганцовистые частицы. В данном исследовании, проводимом в одно время с представленной работой, показано, что низкотемпературный отжиг при температуре 360°C позволяет распадаться твердому раствору, обогащенному Mn с выделением квазикристаллической икосаэдрической фазы. Икосаэдры преимущественно формируются на дислокациях и дислокационных стенках. Частицы с квазикристаллической структурой содержат Al и Mn, в них не обнаружен Si, так как в сплаве его содержание было на низком уровне, а размер дисперсоидов находился в диапазоне 17–70 нм.

В работе [64] изучено два сплава типа 5083 Al-4,75Mg-0,85Mn-0,09Cr и Al-4,36Mg-0,68Mn-0,086Cr разных производителей состав которых отличался, но находится в пределах стандартного. Размер зерна был близок и составил примерно 6 мкм. Несмотря на то, что составы сплавов близки, в одном из них магния и марганца было немного больше, чем во втором, в результате этот сплав показал более высокие относительные удлинения. При температуре 550°C и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} относительное удлинение составило 340% против 310% у второго сплава с пониженным содержанием магния и марганца. А в работе [65] сравнивали два сплава типа 5083 - без хрома и с 0,28%Cr. Сплав с добавкой хрома проявлял в 2 раза более высокие скорости деформации и относительное удлинение в 1,5 раза большее, чем сплав без хрома.

В связи с образованием дисперсных вторичных фаз при отжиге литого материала, т.е. гомогенизационном отжиге, эта операция является одной из важнейших операций в процессе получения листа для СПФ. Режим отжига непосредственно влияет на размер дисперсоидов, их плотность, размер зерна и свойства после деформационной обработки. Показано, что возможно уменьшить размер дисперсоидов, значительно измельчить зерна в листах и повысить показатели сверхпластичности за счет отжига Mn-содержащих сплавов при пониженной температуре или многоступенчатой гомогенизации [48,50,66,67].

Цирконий образует мелкие когерентные фазы, которые очень эффективно измельчают зеренную структуру и повышают свойства, как при повышенных температурах, так и при комнатной температуре. В работе [22] показано влияние Zr на показатели сверхпластичности в сравнении с Cr или Mn. Были проведены исследования деформационного поведения в сверхпластичном состоянии сплавов систем Al-Mg-X, где X это Cr, Zr или Mn. В сплаве Al-Mg-Cr максимальное удлинение 730% наблюдалось при температуре 530°C и начальной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, что на порядок больше,

чем в сплаве Al–Mg–Mn ($1 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и 450%). А сплав Al–Mg–Zr проявляет сверхпластичность при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре испытания 500°C с относительным удлинением до 350%. При этом, при понижении температуры испытаний до 500°C в обоих сплавах существенно снижается относительное удлинение, а сплав Al–Mg–Zr проявляет сверхпластичность, что объяснено стабилизацией зеренной структуры дисперсоидами фазы Al_3Zr стабильными при сравнительно низких температурах, сдерживающей процессы рекристаллизации, которая идет только динамически. Однако, при более высоких температурах растет размер дисперсоидов с цирконием, ослабляется эффект Зинера и снижаются показатели СПД.

В работе [21], сплав 5083 дополнительно модифицировали 0,25% Zr. Размер зерна был равен примерно 4,5 мкм, а размер субзерен около 0,2 мкм, а также наблюдалось равномерное распределение дисперсоидов в матрице. Мелкозернистая структура была стабильна до 525°C , что обеспечило высокую скорость деформации и сверхпластичность в широком диапазоне температур до 500°C . При испытании на растяжение при 500°C было достигнуто максимальное удлинение 1013% при скорости деформации $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, т.е., введение циркония снизило температуру СПД и значительно повысило скорость деформации.

Особое внимание можно уделить сплавам дополнительно легированным скандием и цирконием. С конца 20 века во многих работах изучалось влияние этих элементов на формирование УМЗ структуры в алюминиевых сплавах [68–70]. Комплексное влияние совместно Sc и Zr вызывает особый интерес, так как сплавы с такой добавки показали очень хороший уровень свойств из-за стабилизации структуры, посредством формирования равномерно распределенных наноразмерных когерентных выделений $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$. Стабильность таких дисперсоидов выше, чем у дисперсоидов Al_3Zr и Al_3Sc . Листы сплавов проявляют сверхпластичность при высокой скорости деформации и большими удлинениями (до 2000%) [26]. Дисперсоиды, Al_3Zr , Al_3Sc и $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$, способствует росту скорости деформации до значений которые не встречаются в сплавах содержащих только Cr и Mn. Есть работы, которые показывают, что совместное легирование Zr и Sc эзначительно повышает и прочностные характеристики сплавов при комнатной температуре [71]. Размер зерна в листах сплава Al–Zn–Mg–Mn уменьшается в 5 раз при введении Zr и Sc. Так же показано, что оптимальное соотношение содержания этих ПМ, обеспечивающие максимальный прирост предела прочности на 80 МПа, равно 2:1.

В работе [72] сплав AA01987 легировали совместно Zr и Sc. Была показана эффективность легирования алюминиевых сплавов одновременно добавками этих металлов. При достаточно простой технологии получения листов, они проявляют способность к сверхпластичности при невысоких температурах с относительным удлинением до 750% при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . К примеру, у сплава-аналога B95 скорость деформации на порядок выше. Такие значительные улучшения в поведении материала связаны с термической стабильностью структуры перед СПД и в процессе деформации из-за наличия частиц фазы $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$, которые сдерживают рост зерна. Формирование рекристаллизованной структуры происходит уже в процессе деформации, на первых стадиях деформации. Стоит отметить, что листы исследуемого сплава не проявляли сверхпластичности, если в них не было Zr.

Небольшое количество скандия было добавлено в сплав AA7010 системы Al–Zn–Mg–Cu–Zr [20]. Листы сплава получали по сложной многоуровневой термомеханической обработк. Перед СПД он имеет полностью нерекристаллизованную структуру. Так же, как и в предыдущей статье было показано, что рекристаллизация проходит на первых стадиях деформации материала. Листы сплава имеют относительное удлинение 600-650% при температуре испытания 475°C и скорости деформации $2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

В работе [25] исследован сплав состава Al–5Mg–0,6Mn–0,3Sc полученный литьем в стальную форму. Слиток размером $(175 \times 80 \times 27) \text{ мм}^3$ гомогенизировали в течение 4 часов при 440°C . Размер зерна после рекристаллизационного отжига в течение 2ч при 500°C не превысил 10 мкм. Сплав был испытан на показатели сверхпластичности при температуре 550°C со скоростью $7,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и удлинение до разрушения при этом составило 1455%.

Известно, что существенное улучшение свойств достигается за счет использования интенсивной пластической деформации. В работе [73] изучен сплав 1570 с 0,32%Sc. После гомогенизационного отжига при 520°C в течение 24 часов сплав подвергали равноканальному угловому прессованию (РКУП) при 325°C с деформацией $\epsilon=16$. После такой обработки сплав демонстрировал сверхпластичность в широком диапазоне температур ($250\text{--}500^\circ\text{C}$) и скоростей деформации ($1,4 \times 10^{-5}\text{--}1,4 \text{ с}^{-1}$). Максимальное удлинение в 2000% получено при температуре 450°C и скорости деформации $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. В работе [74] исследован сплав Al–5,4Mg–0,1Zr–0,2Sc подвергнутый гомогенизационному отжигу 360°C 8 часов и 12 проходам РКУП при температуре 380°C . После сплав раскатывали в лист со степенью обжатия 80%. Образцы данного сплава проявляли сверхпластичность в широком диапазон температур ($400\text{--}475^\circ\text{C}$) и скоростей деформации

($2,8 \times 10^{-3}$ – $5,6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$). При скорости деформации $5,6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре испытания 450°C было получено максимальное удлинение сплава в 1400%.

Авторами работы [75] изучен сплав $\text{Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr}$. Сплав гомогенизировали в течение 6 часов при 350°C , затем катали при комнатной температуре со степенью обжатия 80% до конечной толщины листа 2 мм. Сплав демонстрировал удлинение образцов при СПД свыше 2300% при скорости деформации $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре 520°C . В работе [27] в этот же сплав подвергли обработке РКУП и после этого сплав показывал максимальные удлинения при СПД до 4000% при скоростях деформации $10^{-2} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.

Во многих работах наблюдается расхождение в выборе режима гомогенизационного отжига для Zr, Sc-содержащих сплавов. В работах [74–76] рекомендованная температура термообработок не превышает 400°C , но целый ряд работ показывает, что и при высокотемпературном отжиге, даже при 520°C наблюдается положительный эффект от скандия [41,49,52–55].

В работе [37] исследован сплав AA7150, содержащий 0,12%Zr. Применяли одно и двухступенчатый гомогенизационный отжиги в диапазоне температур от 430 до 480°C . В литом состоянии наблюдали градиент концентрации Zr, на периферии его меньше, чем в центре дендритных ячеек. Гомогенизационный отжиг в течение 20 часов при температуре 460°C не устраняет этого градиента концентрации Zr. Гомогенизационный отжиг при 400 – 430°C приводит к выделению очень мелких дисперсоидов, но и плотность выделения небольшая. При гомогенизационном отжиге свыше 450°C образуются более крупные дисперсоиды в большом количестве. Такой же вывод делают авторы работы [78]. С увеличением температуры отжига размер Sc-содержащих дисперсоидов увеличивается до 44 нм при температуре 495°C , расстояние между дисперсоидами уменьшается, а плотность распределения увеличивается. Доля рекристаллизованного объёма в листах при высокотемпературном отжиге достигает 80%. Отсюда авторы делают вывод, что несмотря на высокую плотность дисперсоидов, более крупные частицы менее эффективно сдерживают процессы рекристаллизации и необходимо найти баланс, между размером частиц и плотностью их выделений.

Таким образом, легирование только Mn или Cr не приводит к значительному улучшению показателей сверхпластичности, требуемому росту удлинений и скоростей деформации на порядок. Введение в сплавы добавок Zr, Sc способно кардинально улучшить свойства, получив в сплавах мелкозернистую структуру, однако, стоимость этих элементов особенно скандия, и производства листов скандий-содержащих сплавов, в разы

выше. Из-за экономических соображений актуален поиск альтернативных решений, использование другого сочетания дисперсоидообразующих элементов при отсутствии или минимизации содержания скандия. Например, есть работы, посвященные изучению влияния Er, как скандий-замещающего элемента, на свойства алюминиевых сплавов. В работах [80–84] показано, что Er образует фазу L_{12} типа Al_3Er при кристаллизации [85] и дисперсоиды этой же фазы при распаде пересыщенного твердого раствора. Растворимость Er в алюминии небольшая, т.е. фракция дисперсоидов также не высокая, и как самостоятельный элемент он, вероятно, малоэффективен. В работе [82] отмечено положительное влияние добавки 0,3%Er на механические свойства сплава Al–Mg–Mn–Zr. Добавка Er не повлияла на предел текучести, однако повысила предел прочности на 50 МПа и увеличила в 2 раза относительное удлинение при комнатной температуре. Размер Al_3Er дисперсоидов составлял 10–20 нм. Авторами работы [84] было исследовано влияние Er на микроструктуру и механические свойства сплавов системы Al–Mg–Mn–Zr. Авторы показали, что в алюминиевом твердом растворе возможно растворить около 0,2% Er, а остальная часть Er образует эвтектическую фазу Al_3Er . Добавление 0,4% Er измельчает размер зерна сплава в литом состоянии, по данным авторов, из-за образования фазы Al_3Er кристаллизационного происхождения. Пересыщенный твердый раствор при гомогенизационном отжиге при 470°C распадется и выделяются из него когерентные дисперсоиды Al_3Er и более дисперсные $Al_3(Er,Zr)$. Температура рекристаллизации сплава с 0,4% Er примерно на 25°C выше, чем у сплава без Er.

Многие авторы отмечают положительное влияние комплексной добавки Er/Zr [85–87], также как и Sc/Zr. К примеру, в работе [88] исследованы дисперсоиды $Al_3(Er,Zr)$ в сплавах Al–0,04%Zr и Al–0,04%Er–0,08%Zr, образующиеся при температурах 450 и 500°C. Результаты показывают, что скорость роста дисперсоидов контролируется диффузией растворенных атомов во внешнем богатом цирконием слое, поэтому дисперсоиды $Al_3(Er,Zr)$ имеют повышенное сопротивление росту по сравнению с частицами Al_3Er , что аналогично сплавам с Zr и Sc. Мелкие частицы когерентны матрице, а с увеличением размера частиц когерентность пропадает. С увеличением количества Zr несоответствие между частицами и Al-матрицей уменьшается, следовательно и более крупные частицы остаются когерентны матрице.

В работе [87] рассматривали сплавы типа 5083 составов Al–4,7%Mg–0,6%Mn и Al–4,5%Mg–0,6%Mn–0,3%Er–0,15%Zr. Показано, что добавка Er и Zr модифицирует литую структуру и положительно сказывается на механических свойствах. Предел текучести и предел прочности в сплаве с Er и Zr выше на 10 и 15 МПа, соответственно.

Авторы [83] провели изучили влияния режима гомогенизационного отжига для Er-содержащих сплавов на параметры дисперсоидов. Они показали, что с увеличением температуры отжига с 470°C до 540°C объёмная доля дисперсоидов проходит через максимум при 510°C и равна при этой температуре 1,36%. Также положительно влияет двухступенчатый гомогенизационный отжиг: при первой ступени 400°C и 490°C при второй, объёмная доля дисперсоидов равна 1,48%. Механические свойства при этих режимах отжига максимальны, а структура в листах после отжига нерекристаллизованная, что говорит о эффективном сдерживании частицами Er-содержащей фазы процессов рекристаллизации.

Аналогичный вывод был сделан авторами работы [89]. В работе исследовано влияние Er на кинетику выделения $L1_2$ фазы в сплаве Al-3%Mg-0,25%Zr-0,25%Er методом измерения твердости и методами электронной микроскопии. Установлено, что двухступенчатый режим обработки обеспечивает максимальный прирост твердости за счет высокой плотности дисперсоидов размером 7 нм. Листы сплава имеют нерекристаллизованную структуру перед СПД и проявляют относительное удлинение в 400–500% в широком диапазоне температур (440–520°C) и скоростей деформации ($10^{-3} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$).

Можно отметить недавнюю работу, посвященную совместному легированию Zr, Sc и Er [90]. Исследовано влияние гомогенизационного отжига на эволюцию микроструктуры и микротвердость двух малолегированных сплавов Al-Sc-Zr-Er с различным содержанием Zr. В литом состоянии Zr и Sc концентрируются в центре дендритных ячеек и на периферии дендритов, соответственно, а Er образует неравновесную фазу Al_3Er с растворенными Sc и Fe, кристаллизационного происхождения. Для сплава с высоким содержанием Zr гомогенизационный отжиг в течение 2 ч при температуре 640°C устраняет первичную фазу Al_3Er и выделяет частицы $\text{Al}_3(\text{Er}, \text{Sc}, \text{Zr})$ размером до 200 нм. Для сплавов и с низким и с высоким содержанием Zr гомогенизационный отжиг в течение 24 часов при температуре 640°C успешно устраняет микросегрегации Zr, Sc и Er и провоцирует максимальный прирост упрочнения после распада пересыщенного твердого раствора при последующем старении.

В работе [91] сравнены два сплава системы Al-6%Mg-0,4%Mn-0,12%Zr, содержащих 0,10%Sc или 0,25%Er соответственно. Полученные результаты показали, что в сплавах присутствуют наночастицы $\text{Al}_3(\text{Sc}_{1-x}\text{Zr}_x)$ и $\text{Al}_3(\text{Er}_{1-x}\text{Zr}_x)$ со структурой “ядро-оболочка”, центр (ядро) которых обогащены соответственно Sc и Er, а периферия цирконием. Стабильные наночастицы позволили отожженным листам сохранить

полностью некристаллическую структуру. Предел прочности, предел текучести и относительное удлинение отожженных листов достигали 420 МПа, 310 МПа и 21% в сплаве Al–Mg–Mn–Sc–Zr, а также 400 МПа, 285 МПа и 24% в сплаве Al–Mg–Mn–Er–Zr соответственно, т.е. добавки обеспечили высокую прочность и превосходную пластичность. Средние диаметры частиц $\text{Al}_3(\text{Sc}_{1-x}\text{Zr}_x)$ и $\text{Al}_3(\text{Er}_{1-x}\text{Zr}_x)$ составили соответственно $12,1 \pm 4,2$ нм и $20,2 \pm 8,4$ нм. Основываясь на результатах данной работы, повышение механических свойств и снижение стоимости могут быть одновременно достигнуты снижением содержания Sc и его заменой Er, что открывает большой потенциал для разработки новых магналиев.

1.3 Формирование микрозеренной структуры благодаря наличию крупных частиц вторых фаз

Первые работы по гетерогенизации сплавов были еще в 1980 годах на сплавах 7XXX серии [92–95]. Принцип создания микрозеренной структуры заключается в выделении перед прокаткой крупных частиц после закалки (перестаривание) для стимулирования в последующем зародышей новых зерен при рекристаллизации (PSN эффект). Полученные листы имели относительное удлинение до 1000% и начальной скорости сверхпластической деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Данный принцип использовали для получения листовых полуфабрикатов с мелкозернистой структурой ряда аналогичных промышленных алюминиевых сплавов, например, B95, 1973, B96Ц [35,72].

Формирование ультрамелкозернистой структуры за счет гетерогенизации с выделением β -фазы реализовано и в сплавах системы Al–Mg [96]. Авторами Lee и McNelley проведена серия работ по изучению микроструктуры и показателей сверхпластичности сплава Al–10%Mg с добавками 0,5%Mn или 0,1%Zr [97–99]. Листы из сплавов после гомогенизационного отжига подвергали закалке и последующей тепловой прокатке при 300°C, т.е. ниже температуры сольвуса. В процессе прокатки выделялась фаза Al_8Mg_5 размером от 0,02 до 0,5 мкм и объемной долей около 7%. Данная технология позволила получить размер зерна менее 5 мкм. В итоге сплав с 0,5%Mn проявлял сверхпластичность при низких температурах $\approx 400^\circ\text{C}$ с оптимальной скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и удлинением до 550%, а сплав Al–10%Mg–0,1%Zr при еще более низкой температуре 300°C и скорости деформации $6,7 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ имел удлинение 450%, а при скорости деформации $6,7 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ относительное удлинение превысило 200%.

Идея микроструктурной гетерогенности в присутствии крупных и мелких частиц стала основой создания нового сплава Alnovi-U (Япония) системы Al–Mg–Mn [100]. За

счет высокой концентрации марганца (до 1,4 %), эвтектические частицы микронного размера и дисперсоиды размером около 100 нм фазы типа Al_6Mn , обеспечивали стимулирование зарождения зерен и сдерживание их роста, что привело к формированию зерна размером 6–8 мкм, удлинений 200–250% при скорости деформации до $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ [101], чего достаточно для получения несложных деталей методом СПФ.

В работах [102,103] было отмечено положительное влияние легирования до 1,6% Mn и 0,2%Zr на механические свойства и показатели СП сплава 5083. Введение такого количества марганца приводит к образованию эвтектической марганцовистой фазы с размером около 1 мкм, что обеспечивает PSN эффект, цирконий и марганец также способствуют формированию дисперсоидов. В сплаве достигается размер зерна 6 мкм и эффект сверхпластичности проявляется в широком температурно–скоростном диапазоне с максимальным удлинением в 1150% при 570°C (солидус 572°C) и скорости деформации $3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

Для получения крупных частиц микронных размеров сплавы целесообразно легировать эвтектикообразующими элементами [33,34,41,104–106], примером таких сплавов являются “никалины” [33,104,107–109]. Данный подход обеспечил высокоскоростную сверхпластичность в высокопрочных сплавах. Однородная микрозеренная структура с размером зерна 2-4 мкм и сверхпластичность при скоростях до $0,1 \text{ с}^{-1}$ были достигнуты после простой термомеханической обработки в сплавах Al–Zn–Mg, легированных Zr, Fe и Ni или только Ni, благодаря формированию в структуре крупных частиц фазы Al_3Ni или Al_9FeNi и дисперсоидов цирконий-содержащей фазы [42,110–113].

В работе [41] исследовали влияние добавок никеля и циркония на структуру и показатели сверхпластичности высокопрочного сплава системы Al–Zn–Mg–Cu–Ni–Zr (АЦ6Н4), где никель образует равновесную эвтектику (Al)+ Al_3Ni . После гомогенизационного отжига частицы полученной эвтектики имеют благоприятную морфологию. В сплаве АЦ6Н4 по простой технологии после холодной прокатки со степенью обжатия 60% формируется зерно размером 10 мкм. Увеличение содержания Zr до 0,26% в сплаве АЦ6Н4 приводит к формированию частично нерекристаллизованной структуры при нагреве до температуры СПД. Сплав имеет очень высокие показатели СП в интервале постоянных скоростей деформации $1,5 \times 10^{-3} \text{–} 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Максимальное удлинение сплава достигает почти 700%. [114]. Отсутствие добавки Zr в сплаве снижало на 200-250% относительное удлинение сплава при тех же скоростях. Из результатов данной работы можно понять, что наличие только частиц эвтектических фаз недостаточно, для

высоких показателей сверхпластичности. Необходимо наличие дисперсных частиц, которые будут сдерживать рост зерна в процессе деформации.

Интересные результаты получены в работе [115]. Были изучены механизмы упрочнения при комнатной и повышенных температурах сплава $\text{Al}-0,11\%\text{Zr}-0,02\%\text{Si}-0,005\%\text{Er}$ (ат.%) с $2,86\text{ат.}\%\text{Ni}$. В сплаве присутствуют некогерентная эвтектическая фаза Al_3Ni и когерентные равноосные дисперсоиды Al_3Zr , образующиеся при отжиге слитков. При комнатной температуре частицы обеих фаз, эвтектической и дисперсоидов Al_3Zr , обеспечивали рост прочности сплава. Бинарные $\text{Al}-2,86\%\text{Ni}$ (ат.%) сплавы с эвтектическими частицами Al_3Ni , с дисперсоидами Al_3Zr и без них, лучше сопротивляются ползучести при 300°C , чем малолегированные сплавы $\text{Al}-\text{Sc}$ или $\text{Al}-\text{Zr}$, упрочненные исключительно дисперсоидами Al_3Zr или Al_3Sc . Однако, в отличие от сплавов $\text{Al}-\text{Zr}$, их предельная рабочая температура ограничена $\sim 400^\circ\text{C}$, выше которой происходит быстрое огрубение Al_3Ni . Крупные частицы вносят значимый вклад и при упрочнении сплава, как при комнатных, так и при повышенных температурах.

Наличие крупных труднодеформируемых частиц положительно сказывается на технологии получения листа. Сверхпластичные листы магналиев получают с использованием значительной степени холодной деформации прокаткой. Однако, большие степени обжатия при холодной деформации усложняют технологию получения сверхпластичного листа и ограничивают применение технологии в промышленности. В сплавах с бимодальным распределением частиц вторых фаз возможно получение листа с меньшими степенями деформации, что упрощает технологию.

Рассмотрим возможность введения в сплавы системы $\text{Al}-\text{Mg}$ церия, как эвтектикообразующего элемента. Церий положительно влияет на литейные свойства [116–122], износостойкость [123], устойчивость к ползучести и прочность сплавов на основе Al [121–125] и обеспечивает измельчение зерен алюминиевого раствора при кристаллизации [126–128]. Максимальная растворимость Ce в алюминии равна $0,05\%$ [129,130]. Более высокая растворимость Ce (до $1,9\%$) и выделение богатых Ce фаз наблюдались после быстрой кристаллизации [131–134] и интенсивной пластической деформации [135–137]. В сплавах системы $\text{Al}-\text{Ce}$ выделяется двойная фаза $\text{Al}_4\text{Ce}/\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ [138–143]. Тройные фазы эвтектического происхождения образуют более мелкие частицы [121,128,129,144–146] и, имеют более высокую термическую стабильность [120] по сравнению с двойными фазами. Многие авторы исследовали быстро кристаллизующиеся сплавы системы $\text{Al}-\text{Ce}-\text{Fe}$ и обнаружили стабильные и метастабильные тройные соединения: $\text{Al}_8\text{Fe}_4\text{Ce}$ [127,142,143,147,148], $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ [131,138,139,147,149], $\text{Al}_{13}\text{Fe}_3\text{Ce}$ [131,138,139] и $\text{Al}_{20}\text{Fe}_5\text{Ce}$

[127,138,140,150]. В богатых Fe сплавах системы Al–Ce–Fe наблюдали двойные фазы $\text{Fe}_{13}\text{Al}_4/\text{Al}_3\text{Fe}$ [119,138,139] и метастабильную фазу Al_6Fe [138]. Тройная фаза $\text{Al}_{13}\text{CeMg}_6$ может образовываться в сплавах Al–Ce–Mg с повышенным содержанием Mg [151]. Термомеханическая обработка приводит к фрагментации богатых Ce частиц [126,136,137,152]. Ce, по аналогии с Mn, модифицирует морфологию игольчатых Fe–содержащих фаз [144,147] и оказывает выраженное положительное влияние на механические свойства кованных сплавов на основе Al [147,150,153]. Богатые Ce и Fe фазы должны повышать температурную стабильность зерен твердого раствора алюминия и обеспечивать сверхпластичность [34,152]. Влияние легирования Ce и Fe на измельчение зерен и сверхпластичность сплавов на основе Al–Mg слабо изучено.

1.4 Интенсивная пластическая деформация

Основным способом формирования УМЗ–структуры является пластическая деформация с одновременной или последующей рекристаллизацией [13,154,155]. Термин “интенсивная пластическая деформация” (ИПД) используют в случае реализации больших степеней деформации при сохранении исходной геометрии деформируемого объекта [13,32,156], при этом использование технологий ИПД позволяет сформировать ультрамелкозернистые и наноразмерные структуры в сплавах промышленных составов [13,156–159]. Алюминиевые сплавы, подвергнутые ИПД, проявляют очень высокие свойства, имеют благоприятную структуру, но получение материала по таким технологиям пока, за редким исключением, не применяется. Объём материала, возможного получением ИПД не столь велик. Однако, такие технологии позволяют определять предельные возможности материала. Примером методов ИПД являются равноканальное угловое прессование [13,157,160–163], кручение под гидростатическим давлением [164–167], аккумулятивная прокатка [168], всесторонняя изотермическая ковка [158,159,169–174], и др.

Перспективным методом среди описанных выше представляется всесторонняя изотермическая ковка (ВИК) [175,176], как наиболее дешевая и масштабируемая в промышленное производство ИПД–технология. Технология ВК заключается в серии осадок на (40–60)% со сменой оси деформации поворотом образца на 90° после каждого прохода [158,159,172–178], а после полного цикла ковки образец возвращается к исходным размерам. Деформация за один проход колеблется в диапазоне от 0,2 до 0,7 [158,159,175,176,178–184]. Показано, что сплавы способны выдерживать большие накопленные деформации ($\sum \epsilon > 28$) без разрушения [185–188].

Влияние ВИК на микроструктуру и свойства сплавов на основе алюминия и магния изучено в работах [179,183,189,190]. ВИК значительно повышает прочностные свойства и измельчает размер зерна до ~ 1 мкм и менее [183–189,191]. УМЗ–структура формируется за счет динамической рекристаллизации в процессе ВК при повышенных температурах [175,182,184,187]. Важным недостатком технологии в цепочке получения листов для СПФ является неоднородность микроструктуры, которая наблюдается в образцах послековки. Увеличение степени деформации при ВК повышает однородность структуры [157–159,179,184,192], а при суммарных деформациях $\sum \epsilon = 6\text{--}10$ считается, что формируется равномерная и дисперсная зеренная структура.

В работе [180] исследовали эволюцию микроструктуры при ВИК сплава АА5056. Авторами была отмечена значительная деформационная неоднородность при проведении ВИК и бимодальная зеренная структура. При понижении температуры ВИК формировалась более мелкозернистая структура, а при криогенных температурах (до -196°C) формировалась однородная структура даже при малых деформациях равных 2,4 [183]. Таким образом, опубликованные данные подтверждают, что размер зерна и однородность структуры значительно зависят от температуры ВИК и степени накопленной деформации.

Влияние ВИК на эволюцию микроструктуры сплава на основе Al–Mg было проанализировано в работе [158]. Сплав исследован в диапазоне деформаций от 1,5 до 6,0 и при температурах от 200 до 500°C . Средний размер зерен уменьшается с увеличением температуры и степени деформации после ВИК при 400°C и 500°C ; однако, структура неоднородная, и состоит из крупных и мелких рекристаллизованных зерен. Термомеханическая обработка, включающая в себя ВИК с последующей 50% – ной холодной прокаткой и отжигом при 450°C в течение 30 мин, позволяет получить в листах равноосную зеренную структуру со средним размером зерна 5 мкм. Листы сплава, полученные по этой технологии, показали предел текучести и относительное удлинение до разрушения на 30% выше, чем у листов, обрабатываемых простой термомеханической обработкой.

В ходе исследования в работе [159] анализировали эволюцию зеренной структуры в центральной части и на периферии образца сплава на основе Al–Mg–Mn после ВИК при 350°C с суммарной деформацией 2,1–6,3 и деформацией за проход 0,7. После ВИК и последующего отжига наблюдали бимодальное распределение зерен по размерам с участками мелких и грубых зерен. Доля рекристаллизованных зерен увеличивалась, и средний размер уменьшался с увеличением деформации с 2,1 до 6,3.

В работе [180] образцы экструдированного алюминиевого сплава АА5056–Н38 подвергали ВИК и отжигу. Увеличение степени накопленной деформации приводило к измельчению зерна и дроблению исходных грубых интерметаллидов, и их однородному распределению в матрице. На стадии отжига рекристаллизация начиналась с мест концентрации напряжений, а асимметричное распределение деформаций в конечном итоге приводило к бимодальной микроструктуре. Первый проход ВК оказался наиболее эффективным с точки зрения измельчения зерна и повышения прочности используемого сплава: размера зерна уменьшался с 74 до 18 мкм (76%), с 29 до 152 МПа (424%) вырос предел текучести, с 46 до 198 МПа (330%) предел прочности.

Авторами работы [184] исследовано влияние температуры деформации на структурные изменения гомогенизированного слитка алюминиевого сплава 1570С (Al–5%Mg–0,2%Sc–0,1%Zr) при ВИК. Сплав с первоначально равноосными зёрнами размером около 25 мкм и когерентными дисперсоидами $Al_3(Sc,Zr)$ размером 5–10 нм в диаметре подвергали ВИК при температурах 325 и 450°C при скорости деформации 10^2 с^{-1} с суммарной деформацией $\sum \epsilon = 8,4$ и деформацией за один проход 0,7. Формирование новых (суб)зерен, окруженных мало- и высокоугловыми границами, начиналось в непосредственной близости от границы исходного зерна. С увеличением деформации объемная доля таких кристаллитов увеличивается, что приводит к почти полной замене первоначальной структуры на новую мелкозернистую в процессе непрерывной динамической рекристаллизации. При этом кинетика процесса практически не зависела от температуры обработки, в результате чего были получены похожие микроструктуры после одних и тех же деформаций, размер (суб)зерен, обработанных при температуре 325°C, был равен 1,2 и 2,5 мкм при 450°C соответственно.

В работе [193] алюминиевый сплав ВАЛ14 подвергали ВИК при 350°C с разной степенью деформации. С увеличением степени деформации неоднородность структуры и размер зерна уменьшались с 103 до 25 мкм, а плотность дислокаций сначала увеличивалась, а затем уменьшалась с увеличением деформации в диапазоне 0,4–7,2. Оптимальные механические свойства были достигнуты, когда суммарная деформация достигла 3,6, предел прочности составил 505 МПа, предел текучести 435 МПа, твердость по Виккерсу 178 НВ и относительное удлинение 16,8% при комнатной температуре. Улучшение механических свойств сплава было связано с наличием в нем мелких рекристаллизованных зерен. В работе [194] исследовали влияние количества проходов при ВК чистого алюминия. С увеличением проходовковки размер зерна уменьшался, и

мелкозернистая зона постепенно расширялась. После 7 проходов размер зерна уменьшается с 112 мкм до 19–23 мкм, а твердость материала растет с 25 до 49HV.

PSN является одним из важных механизмов, который позволяет измельчать размер зерна в процессе рекристаллизационного отжига и повышать однородность структуры. В работе [195] показаны результаты исследования алюминиевого сплава AA2024 после ВК и отжигов при 380 и 450°C и при скоростях нагрева 10, 100 и 200 К/мин. В сплаве AA2024 имеется много крупных интерметаллидных частиц (≈ 1 мкм), среди которых в основном частицы, обогащенные железом. Они могут служить местами зарождения новых рекристаллизационных зерен в процессе отжига. Отжиг при 380°C и небольшой скорости нагрева приводит к снижению проявления PSN эффекта и это авторы объяснили тем, что в сплаве имеются мелкие частицы S'/S фазы, которые могут закреплять границы зерен (эффект Зинера). Образование частиц S'/S при неизотермическом отжиге со скоростью нагрева 10 К/мин происходит при 253°C и увеличение скорости нагрева может отсрочить зарождение этих частиц, так, при отжиге 450°C, увеличивается количество новых зерен, образующихся вокруг крупных частиц интерметаллидов. При отжиге 450°C температура достаточно высокая для растворения мелких частиц S'/S (при всех исследованных скоростях нагрева) и там, предположительно, не работает механизм Зинера. Использование малой скорости нагрева до температуры отжига 450°C приводит к большему среднему размеру зерна и более широкому распределению зерен по размерам.

Интересные результаты были получены в работе [196]. Авторами было исследовано изменение микроструктуры при сверхпластической деформации сплава Al–Mg с размером зерен менее 1 мкм. Такой размер зерна в сплаве был получен после ВК при температуре 270°C (543K) и суммарной деформацией равной 6. Сплав проявляет низкотемпературную сверхпластичность при 200°C (473 K) и имеет показатель m равный 0,39 и относительное удлинение 340% при скорости деформации $2,8 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

Заключение по обзору литературы

Представленный анализ литературных данных позволил выделить основные особенности формирования структуры сверхпластической деформации магналиев, выявить достоинства и недостатки данной группы сплавов:

Промышленные сплавы системы Al–Mg имеют размер зерна 6–10 мкм и проявляют сверхпластичность при скорости деформации около 10^{-3} с^{-1} с удлинением до 500%. Рост скорости сверхпластической деформации как минимум на порядок и относительных удлинений в 2–3 раза обеспечивается благодаря формированию структуры с размером

зерен 1-2 мкм, благодаря применению интенсивной пластической деформации совместно с легированием элементами образующими нанодисперсоиды. С целью увеличения термической стабильности структуры и улучшения показателей сверхпластичности благодаря действию механизма сдерживания роста зерен можно предложить использовать следующие дисперсоидо-образующие элементы - Mn, Cr (в.т.ч. совместно), и Zr совместно со Sc и/или Er, при этом, необходимо учитывать, что режим гомогенизационного отжига слитка оказывает значительное влияние на размер, плотность распределения дисперсоидов, а содержание скандия в сплавах необходимо минимизировать, с целью снижения себестоимости листа.

Бимодальное распределение частиц по размерам с присутствием крупных и дисперсных частиц вторых фаз обеспечивает формирование микрозеренной структуры при рекристаллизации благодаря реализации и механизма стимулирования зарождения новых зерен вблизи крупных недеформируемых частиц, и механизма сдерживания роста рекристаллизованных зерен дисперсными частицами. Из данных литературы очевидно, что чем больше объёмная доля частиц второй фазы, как крупных околосферических, так и дисперсных, тем меньше размер рекристаллизованного зерна в сплавах. Данный подход с формированием гетерогенной структуры при бимодальном распределении частиц вторых фаз показал эффективность для высокопрочных алюминиевых сплавов, однако для группы магналиев не изучен. В промышленном сплаве Alnovi-U (Al-4.9Mg-1.2Mn), который можно выбрать как основной материал сравнения, около 1-2% крупных эвтектических частиц при высокой плотности выделения дисперсоидов, что обеспечивает на 1-2 мкм меньший размер зерна и повышенные показатели сверхпластичности по сравнению со сплавом AA5083 с пониженным до 0.7-0.8%Mn практически не содержащем крупных частиц. Крупные частицы вторых фаз в магналиях можно обеспечить использованием гетерогенизационного отжига, провоцирующего выделение частиц фазы Al_3Mg_2 , значительная эффективность с точки зрения измельчения зерна которой показана для сплава с 10% Mg, есть сведения для эффективности в сплавах около 5%Mg, при этом требуется систематическое исследование влияния гетерогенизационного отжига на зеренную структуру и сверхпластичность магналиев с разным содержанием магния и других элементов. Крупные частицы способные стимулировать зарождение новых зерен при рекристаллизации можно обеспечить также легированием эвтектикообразующими элементами, среди которых можно отметить Mn, Fe, Ni, Ce. При этом, сложнолегированные магналии с повышенным содержанием эвтектикообразующих элементов слабо изучены. При выборе составов сплавов необходимо учитывать, что

легирующие элементы не должны связывать значительное количество Mg, основного легирующего элемента в исследуемых сплавах необходимого для твердорастворного упрочнения.

Глава 2. Методика исследования

2.1 Состав сплавов и их приготовление

Объектами исследования являлись сплавы системы Al–Mg с добавками переходных металлов. Состав сплавов приведен в таблицах 1 и 2. Для сплавов, выплавляемых неоднократно, и полученных с разными скоростями охлаждения при литье, указан диапазон концентраций.

Таблица 2.1 – Состав исследуемых сплавов в Главе 3 (Fe+Si<0.01мас.%)

Сплав/Маркировка	Легирующие элементы, масс. %		
	Mg	Mn	Cr
M3	3	–	–
M5	4,9	–	–
M6	6,8	–	–
M8	8,5	–	–
M10	10	–	–
M3M	3	0,7	–
M5M	4,9	0,7	–
M6M	6,8	0,7	–
M8M	8,5	0,7	–
M10M	10	0,7	–
M3C	3	0,7	0,2
M5C	4,9	0,7	0,2
M6C	6,8	0,7	0,2
M8C	8,5	0,7	0,2
M10C	10	0,7	0,2

Приготовление сплавов проводили в печи Nabertherm S3 с воздушной атмосферой в графито-шамотных тиглях. Для приготовления сплавов использовали следующие шихтовые материалы: алюминий A99 или A85, магний Mg95 и лигатуры Al–10%Mn; Al–10%Cr, Al–5%Zr, Al–2,5%Sc, Al–10%Fe; Al–20%Ni, Al–20%Ce, Al–8,6%Er. Перед введением в расплав Mg заворачивали в фольгу и вводили при помощи титанового колокольчика погружением на дно расплава и выдержкой до полного растворения. Затем расплав нагревали до температур 760-790°C (в зависимости от состава), удаляли оксидную пленку с поверхности расплава, перемешивали и разливали. Слитки получали литьем в лабораторных условиях в медную водоохлаждаемую изложницу со скоростью

охлаждения при литье 15 К/с и методом полунепрерывного литья со скоростью охлаждения около 3 К/с.

Таблица 2.2 – Состав исследуемых в Главах 4-7

Сплав (Маркировка)	Легирующие элементы, масс. %									
	Mg	Fe	Ni	Ce	Mn	Cr	Zr	Sc	Er	Si
Al–Mg–1,2Mn	4,7-4,9	<0.05	–	–	1,2	–	–	–	–	<0.01
Al–Mg–1,2Mn–Cr	4,7-4,9	<0.05	–	–	1,2	0,3	–	–	–	<0.01
Al–Mg–Er–Zr	4,9	<0.05	–	–	–	–	0,3	–	0,3	<0.01
Al–5,8Mg–Ni–Fe	5,7	0,5	0,9	–	–	–	–	–	–	<0.01
Al–5,8Mg–Ni–Fe– Mn–Cr–Zr	5,8	0,6	0,8	–	0,6	0,15	0,1	–	–	<0.01
Al–4,8Mg–Ni–Fe– Mn–Cr–Zr	4,7-4,9	0,6- 1,0	0,9- 1,0	–	0,6- 0,7	0,15	0,1- 0,15	–	–	<0.01
Al–4,8Mg–Ni–Fe– Mn–Cr–Zr (A85)	4,8	0,7	0,9	–	0,6	0,15	0,1	–	–	<0.06
Al–4,8Mg–Ni–Fe– Mn–Cr	4,9	0,7	1,0	–	0,7	0,15	–	–	–	<0.01
Al–Mg–Ni–Fe–0,3Zr	4,7	0,9	0,9	–	–	–	0,3	–	–	<0.01
Al–Mg–Ni–Fe–Zr– 0,1Sc	4,7-4,9	0,8- 1,0	0,9- 1,0	–	–	–	0,15- 0,2	0,1	–	<0.01
Al–Mg–Ni–Fe–Zr– 0,05Sc	4,9	0,9	0,9	–	–	–	0,25	0,05	–	<0.01
Al–Mg–Ce–Fe	4,8	0,6	–	0,8	–	–	–	–	–	<0.01
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr	4,7-4,9	0,6- 0,7	–	0,8- 0,9	0,6- 0,7	0,1	0,05- 0,15	–	–	<0.01
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (A85)	4,8	0,7	–	0,8	0,6	0,1	0,05	–	–	<0.06
Al–Mg–Ce–Fe–0,3Zr	4,8	0,6	–	1	–	–	0,3	–	–	<0.01
Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc	4,8	0,6	–	1	–	–	0,2	0,1	–	<0.01

2.2 Термическая обработка сплавов

Термическую обработку образцов сплавов проводили в печи электросопротивления с воздушной атмосферой марки Nabertherm N30/65A с вентилятором с точностью поддержания температуры 1°C.

Для сплавов систем Al–Mg и Al–Mg–ПМ (глава 3) гомогенизационный отжиг проводили при температуре 430°C в течение 5 часов [197]. Для остальных сплавов режимы подбирали индивидуально, учитывая особенности легирования и данные литературы. Для сплавов систем Al–Mg–Ni–Fe и Al–Mg–Ce–Fe с Mn гомогенизационный отжиг проводили по двум режимам: режим 1 (L) – 360°C 24 ч.; режим 2 (2H) – 360°C, 24 ч.+500°C, 3 ч. Для сплавов систем с добавкой Sc гомогенизационный отжиг проводили по нескольким режимам: А) Одноступенчатый режим 400°C, 12 часов; В) Одноступенчатый режим 400°C, 24 часа; С) Двухступенчатый режим 400°C, 5 часов + 470°C, 3 часа; D) Двухступенчатый режим 430°C, 5 часов + 500°C, 3 часа. Для сплавов с добавкой 0,3% Zr гомогенизационный отжиг проводили по режиму С. Для сплава системы Al–Mg–Er–Zr использовали режим гомогенизационного отжига 360°C, 32 ч +420°C, 8 ч [198].

2.3 Обработка давлением

Пластическую деформацию проводили на лабораторном прокатном стане марки УСП 133 с диаметром валков 200 мм. Перед деформацией слитки подвергали фрезеровке. Горячую прокатку проводили при температуре 380±20°C с обжатием 55% для сплавов систем Al–Mg, Al–Mg–ПМ и 83% для сплавов со Sc или Er. Последующую прокатку при комнатной температуре до толщины 1,0-1,17 мм проводили с суммарным обжатием до 88%, без промежуточного отжига для сплавов без эвтектикообразующих элементов и с промежуточным отжигом при 360–500°C, 5 мин для сплавов легированных Ni–Fe или Ce–Fe совместно с Mn в качестве основного дисперсоидообразующего элемента. Степень деформации при комнатной температуре для сплавов со Sc или Er не превышала 50% без промежуточного отжига. Исследовали влияние низкотемпературного гетерогенизационного промежуточного отжига для отдельных сплавов, режимы термомеханической обработки с его использованием будут описаны при изложении результатов.

2.4 Микроструктурные исследования при помощи световой микроскопии

Микроструктуру сплавов изучали с помощью светового микроскопа Carl Zeiss Axiovert 200M MAT. Микрошлифы готовили методами механической шлифовки и полировки, при необходимости применяли электролитическую полировку при напряжении 15–20В в хлорно-спиртовом электролите в течение 10–15 с. Для выявления зеренной структуры образцов проводили анодное оксидирование в 10% растворе фторбороводородной кислоты в течение 20 с. Шлифы анализировали в продольно–

толщинном сечении листа. Средний размер зерен определяли методом случайных секущих, анализируя не менее 500 пересечений на состояние. Коэффициент формы зерна (КФ) определяли отношением продольного к поперечному размеру. КФ частиц определяли близостью частицы к окружности. Для определения ошибки измерения рассчитывали стандартное отклонение и доверительный интервал при доверительной вероятности 0,95 [199].

2.5 Рентгенофазовый анализ

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре марки Bruker D8 Advance. Для съемки образцов использовали схему Брегга-Брентано и монохроматическое Cu-K_α излучение с длиной волны $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, в интервале от 20 до 90° , время экспозиции – 5 секунд. Подложкой для образцов служила кювета из плавленого кварца SiO_2 , не имеющего собственных отражений в интересующем интервале углов дифракции.

2.6 Сканирующая электронная микроскопия

Микроструктуру изучали при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan–VEGA3 LMH с приставкой для энерго-дисперсионного анализа (X–MAX80, Oxford Instruments) и EBSD – HKL детектором (NordlysMax EBSD, Oxford Instruments). Данные EBSD были получены при 20 кВ с помощью программного обеспечения (AZtecHKL). Размер шага был выбран равным $0,2\text{--}0,4 \text{ мкм}$ для выбранной площади 150×150 или $50 \times 50 \text{ мкм}^2$. Полученные данные были проанализированы с помощью стандартного программного обеспечения HKL EBSD. Определение высокоугловой границы зерен было задано с нижним пределом разориентировки 15° (HAGBs, показанный черным цветом на EBSD картах), границы ниже этого предела, но более 2° , были классифицированы как малоугловые границы зерен (LAGBs, показанные белым цветом на картах EBSD).

2.7 Просвечивающая электронная микроскопия

Для изучения дислокационной структуры и параметров дисперсоидов в исследуемых сплавах готовили тонкие фольги. Для этого пластины, вырезанные из листов толщиной 1 мм , механически шлифовали с обеих сторон до толщины $0,25 \text{ мм}$. Из полученных пластин вырубали диски диаметром 3 мм . Диски электролитически утоняли до появления отверстия при помощи установки Struers TenuPol–5 в электролите состава A2 (Struers). Процесс происходил в диапазоне напряжений от 17 до 25 В и температуре от

0 до 4°C. Затем фольги промывали в дистиллированной воде и спирте, сушили и анализировали в просвечивающем электронном микроскопе JEM–JEOL 2000EX или JEM JEOL 2100, с возможностью высокого разрешения и энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС), при ускоряющем напряжении 120 кВ или 200 кВ, соответственно.

2.8 Определение показателей сверхпластичности

Показатели сверхпластичности (напряжение течения σ , показатель скоростной чувствительности напряжения течения m , относительное удлинение (до разрыва) δ при фиксированной скорости деформации $\dot{\epsilon}$ и температуре T) определяли по результатам испытаний на одноосное растяжение на испытательной машине Walter Bay LFM100 с программируемым перемещением траверсы. Испытания проводили на образцах, имеющих ширину рабочей части 6 мм, толщину 1,0–1,17 мм. Для листа указанной толщины расстояние между заплечиками, являющееся расчетной длиной L_0 согласно стандарту на определение показателей сверхпластичности [200] имеет размер 14 мм.

Установленный в захватах испытательной машины и помещенный в печь образец нагревали до заданной температуры и выдерживали 20 минут, что обеспечивало равномерный прогрев образца. Температуру измеряли на концах рабочей части образцов двумя хромель-алюмелевыми термопарами. Отклонение от заданной температуры при испытании не превышало 5°C.

При испытаниях на растяжение со ступенчатым увеличением скорости деформации образец на каждой скорости деформировали на 2%, после чего скорость скачками увеличивали в 1,5 раза в интервале скоростей 5×10^{-5} – $8 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и строили зависимость напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах, производная от которой определяет коэффициент скоростной чувствительности. Для определения напряжения течения и величины относительного удлинения проводили испытания с разными постоянными скоростями деформации. Для поддержания постоянной скорости деформации скорость перемещения траверсы (скорость деформирования) возрастала пропорционально увеличению длины образца при растяжении.

2.9 Определение механических свойств

Механические свойства при комнатной температуре определяли при помощи универсальной испытательной машины Zwick Z250 со скоростью деформирования 4

мм/мин. Образцы готовили согласно стандарту ASTM E8/E8M–11 для ширины образца 6 мм.

2.10 Исследование коррозионной стойкости

Коррозионную стойкость определяли по ГОСТ Р 9.905–2007. Состав раствора по ГОСТ Р 9.905–2007 – 3% NaCl, 0,1% H₂O₂, остальное вода. H₂O₂ добавляли каждые 5 суток. Образцы выдерживали в растворе 15 и 30 суток, после чего визуально оценивали состояние поверхности образцов и изменения механических свойств при комнатной температуре. Состояние поверхности и деградацию механических свойств оценивали дополнительно после выдержки в течение 24 часов образцов исследуемых сплавов в водном растворе 5,7% NaCl и 0,3% H₂O₂ (экспресс-тест).

2.11 Всесторонняя изотермическая ковка (ВИК)

При ВИК накапливали за одну операцию 0,7 истинной деформации и 2,1 за полный цикл ВИК, состоящий из 3 операций [96,201]. Деформация шла по двум осям из трех, после каждого прохода образец поворачивали на 90° относительно исходного положения, с целью обеспечения сохранения исходной геометрии. Оснастку вместе с образцом подогревали до заданной температуры и выдерживали в течение 5 минут перед каждым проходом. Для снижения влияния трения использовали смазку на основе графита. Скорость деформирования при осадке составляла 5 мм/мин. Было проведено до 6 полных циклов ВИК, обеспечивших накопленную деформацию $\sum \epsilon = 12,6$ при температурах 200–500°C. Температуру на поверхности образца при испытании контролировали хромель–алюмелевой термопарой.

2.12 Методика термического анализа

Определение температур солидуса сплавов проводили методом дифференциального термического анализа на калориметре «Setaram Labsys DSC 1600». Объектами исследования служили образцы размером 3×3×5 мм, вырезанные из слитков, в качестве эталона использовали пустой тигель. Испытания проводили в воздушной атмосфере. В исследуемом температурном интервале скорость нагрева и охлаждения составляла 5°C/мин. Температуры солидуса исследуемых сплавов приведены в табл.4.1.

Глава 3. Исследование влияние концентрации магния и гетерогенизационного отжига на параметры зеренной структуры и сверхпластичность сплавов системы Al – Mg – Mn – Cr

В двойных сплавах, полученных как материал сравнения, после литья в сплавах присутствует алюминиевый твердый раствор и избыточная β – фаза на периферии дендритных ячеек. Зеренная структура приведена на рисунке 3.1. После гомогенизационного отжига при 430°C в течение 5 часов избыточные фазы растворяются, и структура представлена алюминиевым твердым раствором.

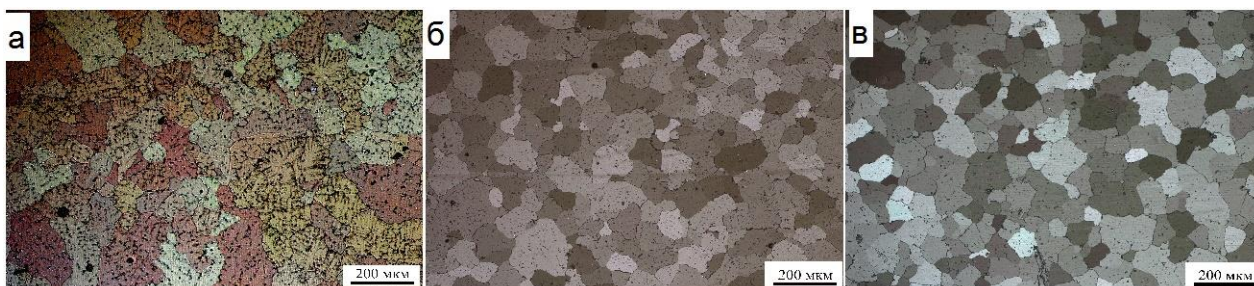


Рис. 3.1 – Зеренная микроструктура сплавов системы Al–Mg после гомогенизационного отжига: 3% Mg (а), 6,8% Mg (б), 10% Mg (в)

Путем термомеханической обработки были получены листы толщиной 1 мм и проанализирована структура после 20 мин рекристаллизационного отжига при температуре $0,97T_{пл}$. Отжиг имитирует нагрев до температуры сверхпластической деформации и позволяет проанализировать микроструктуру перед ее началом.

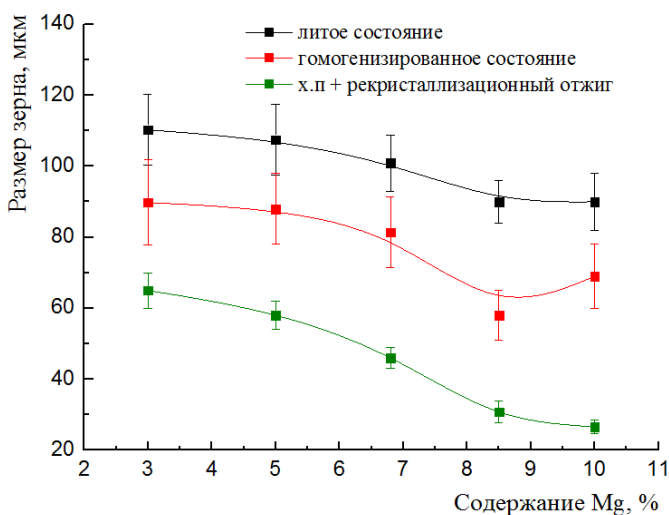


Рис. 3.2 – Зависимость размера зерна в разных состояниях от содержания магния

Размер зерна в зависимости от содержания магния представлен на рисунках 3.2 и 3.3. Как видно из рис. 3.2 средний размер зерна после рекристаллизационного отжига уменьшается с увеличением концентрации магния в двойных сплавах. Это может быть связано, во-первых, с ускоренным деформационным упрочнением и, как следствие, большей плотностью дислокаций, в результате при

рекристаллизационном отжиге формируется больше мест зарождения новых зерен. Во-

вторых, с увеличением концентрации магния может увеличиваться количество оксида магния, замешиваемое при плавке в расплав, который служит подложкой для зарождения новых зерен при рекристаллизации. В-третьих, тот же оксид может измельчать зерно с увеличением содержания магния уже в литом состоянии (рис. 3.2), и более мелкое исходное зерно потенциально может наследоваться и в горячекатаном, а затем рекристаллизованном состоянии.

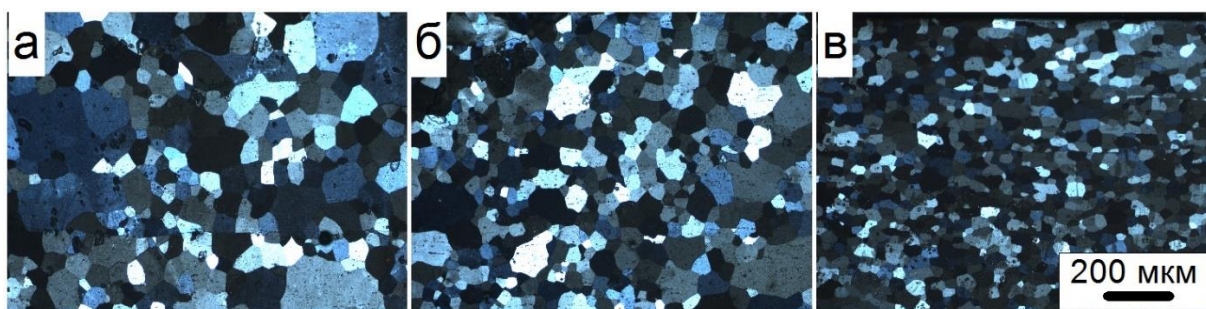


Рис. 3.3 – Зеренная структура сплавов системы Al–Mg после рекристаллизационного отжига холоднокатаных листов: 5%Mg (а), 6,8%Mg (б), 10%Mg (в)

Были получены слитки заданных составов (таблица 2.1) с разной концентрацией магния, с добавками Mn и Cr и без них. Появление интерметаллидов обогащенных Mn и Cr в литом состоянии не желательно, однако в сплавах с 10% Mg заданное первоначально количество хрома в размере 0,3% не вошло в твердый раствор, и были обнаружены грубые частицы вторых фаз кристаллизационного происхождения. Перегрев расплава влиял на долю грубых частиц. Чем выше температура заливки сплава, тем меньше по количеству и меньше по размеру первичные кристаллы (рис. 3.4). Повышение температуры заливки даже до 830°C не обеспечило введение в сплавы 0,3% хрома, кроме того, такое повышение температуры нецелесообразно, так как приведет к существенному угару магния. Максимальное количество хрома, которое удалось ввести в сплавы с 6,8–10%Mg-0,6%Mn составило 0,2%Cr. При данном содержании хрома и температуре заливки 780°C грубых частиц хромосодержащих фаз в литой структуре не наблюдали. Таким образом, получены сплавы с аналогичными двойным сплавам концентрациями магния и с добавками марганца (0,6%) и хрома (0,2%) с марганцем совместно. Структура сплавов после гомогенизационного отжига при 430°C в течение 5 часов, наблюдаемая в световом микроскопе, аналогична двойным сплавам. В структуре не наблюдали частиц характерной для обогащенных Mn/Cr фаз морфологии, неравновесная β -фаза растворялась, признаков дендритной ликвации не выявили.

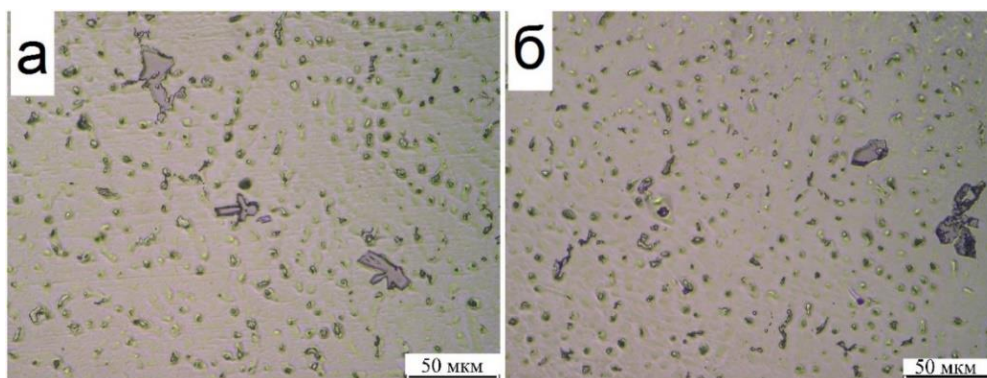


Рис. 3.4 – Структура сплава Al – 8,5% Mg – 0,7% Mn – 0,28% Cr после литья с разной температуры заливки: 800°C (а); 830°C (б).

После гомогенизационного отжига из сплавов были получены листы горячей деформацией при 420°C со степенью обжатия 55%, далее деформацию проводили по двум режимам: режим 1 – холодная деформация со степенью обжатия 88%; режим 2 – холодная деформация со степенью обжатия 63% → гетерогенизационный отжиг при температуре $0,9T_{\text{сольвуса}}$ сплава в течение 24 часов → холодная деформация со степенью деформацией 67%. При гетерогенизации происходило выделение частиц фазы Al_3Mg_2 , которые могут стимулировать зарождение новых зерен при рекристаллизации. Режим гетерогенизационного отжига был определен экспериментально по анализу микроструктуры в световом микроскопе, проведением серии отжигов в интервале температур 130–290°C при времени выдержки 12–24 часа. Ориентировались на однородность зон повышенной травимости, появляющихся в местах выделения вторичных кристаллов Al_3Mg_2 фазы. На рис. 3.5 представлены примеры таких микроструктур для выбранных режимов отжига.

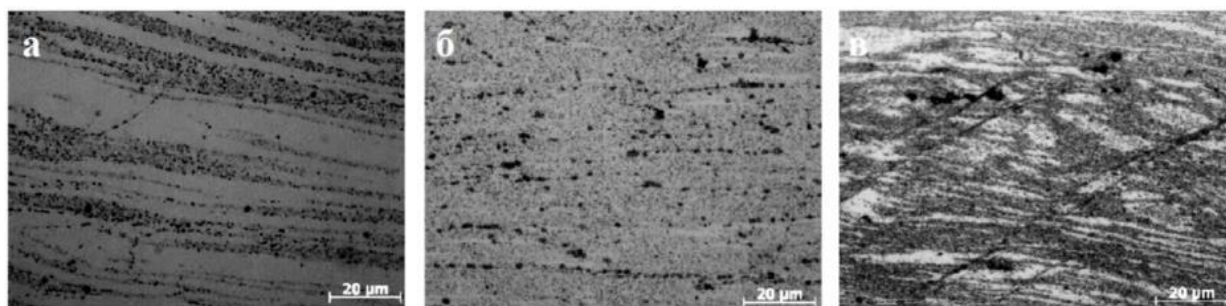


Рис. 3.5 – Структура листов сплавов, полученных с промежуточным гетерогенизационным отжигом: Al–3Mg–Mn–Cr (а), Al–6,8Mg–Mn–Cr (б), Al–8,5Mg–Mn–Cr (в).

Анализом микроструктуры показано, что для выделения наибольшей плотности частиц фазы Al_3Mg_2 , гетерогенизационный отжиг необходимо проводить в течение 24 часов при температуре $0,9T_{\text{сольвуса}}$. Меньшее время - 12 часов не обеспечило результата, также, как и повышение или понижение температуры на $20-25^\circ\text{C}$. Применение промежуточного гетерогенизационного отжига по указанному режиму эффективно измельчало зерно при всех концентрациях магния (рис. 3.6 и–м, рис. 3.7). В сплавах с добавками Mn или Mn и Cr совместно зависимость размера рекристаллизованного зерна от концентрации магния проходит через выраженный минимум при концентрации магния 6,8% (рис. 3.6, 3.7). Отметим, что минимум на кривой зависимости размера зерна от концентрации магния при 6,8% Mg наблюдается и в заготовках, полученных и по режиму 1 без гетерогенизации, и по режиму 2 с применением гетерогенизационного отжига, минимальный средний размер зерна в этом сплаве составил $(4,0 \pm 0,2 \text{ мкм})$. Наименьший средний размер зерна в листах без гетерогенизации составляет $9,3 \pm 0,7 \text{ мкм}$, также при концентрации магния 6,8%. Отметим, что при любой концентрации магния в сплавах с добавкой 0,2% хрома размер зерна меньше, чем в сплавах, содержащих только марганец.

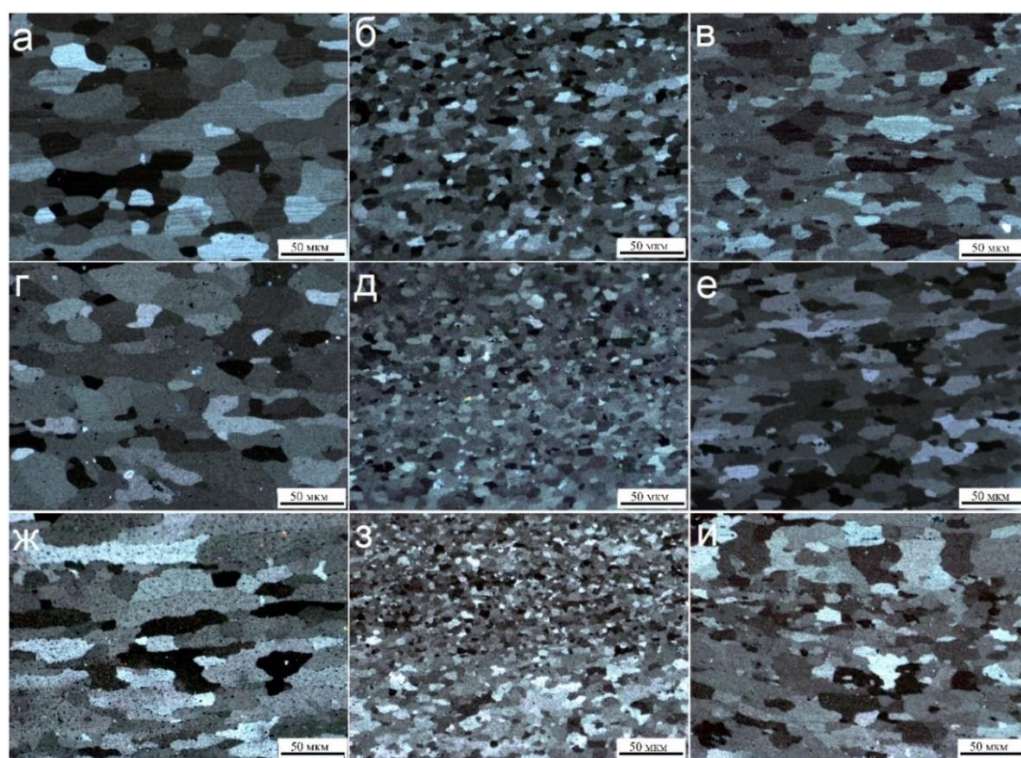


Рис. 3.6 – Структура сплавов после холодной прокатки с последующим рекристаллизационным отжигом; режим 1 (а–е), режим 2 (ж–и): Al–3Mg–Mn (а), Al–6,8Mg–Mn (б), Al–10Mg–Mn (в), Al–3Mg–Mn–Cr (г,ж), Al–6,8Mg–Mn–Cr (д,з), Al–10Mg–Mn–Cr (е,и).

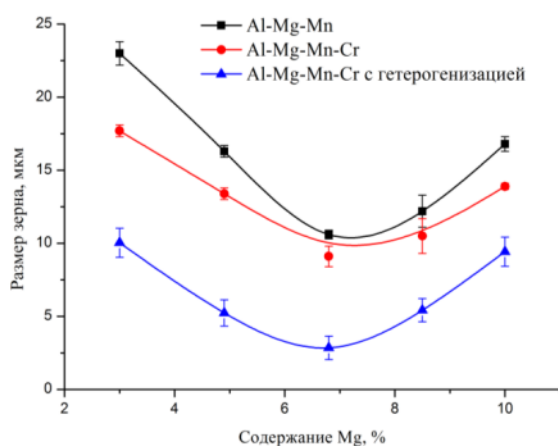


Рис. 3.7 – Размер зерна после рекристаллизационного отжига в листах сплавов, полученных по разным режимам.

Коэффициент формы зерен, определенный как отношение продольного среднего размера зерна к поперечному, для сплавов МЗС, М6С и М8С равен 2,5, 1,2 и 1,5, соответственно. Таким образом, зерна в сплавах с содержанием магния 4,9 и 6,8% имеют более равноосную форму, вероятно, за счёт более равномерного распределения частиц фазы Al_3Mg_2 в сплавах с 4,9 и 6,8% Mg, чем в сплавах с 3, 8,5 и 10% Mg (рис. 3.5).

Использовать гетерогенизационный отжиг при получении листов целесообразно для сплавов, содержащих менее 6,8% Mg, так как сплавы с высоким (6,8 и 10%) содержанием магния характеризуются низкой технологичностью, при получении листов по режиму 2 кромка листа при прокатке значительно растрескивается. При этом режим 1 с закалкой без гетерогенизации обеспечивает удовлетворительную технологичность при прокатке для всех сплавов, в том числе сильнолегированных. В двойных сплавах на кривой зависимости размера зерна от содержания магния не было минимума, однако уменьшение размера зерна с увеличением содержания магния замедляется, так сплавы с 8,5 и 10% магния имели близкий размер зерна (рис. 3.2). Вероятно, наличие минимума на зависимостях для сплавов с переходными металлами связано с влиянием магния на параметры алюминидов Mn и Cr. Анализ структуры рекристаллизованных листов сплавов с Mn и Cr при помощи просвечивающей электронной микроскопии показал, что с увеличением концентрации магния меняется распределение частиц фазы $Al_6(Mn,Cr)$ (рис. 3.8). В сплавах, содержащих до 6,8% Mg, частицы распределены относительно равномерно по всему объему образцов и их средний размер варьируется в интервале (60–70 нм). При концентрации магния выше 6,8% частицы образуют конгломераты, т.е. распределение их по объёму неравномерно (Рис. 3.8е,ж,з). Скопления частиц обнаружены и в сплаве с 6,8% Mg, но в незначительном количестве (рис. 3.8е). Неоднородность распределения частиц по объёму и образование конгломератов, по всей вероятности, наследуется после ТМО и является наиболее вероятной причиной формирования более грубой и неоднородной зеренной структуры в сильнолегированных сплавах (8,5 и 10%Mg), так как дисперсоиды менее эффективно сдерживают рост зерен при рекристаллизации. Определить структурный тип

дисперсоидов не удалось, однако, судя по морфологии и размеру дисперсоиды в сплавах до 6,8 Mg должны принадлежать фазе Al_6Mn .

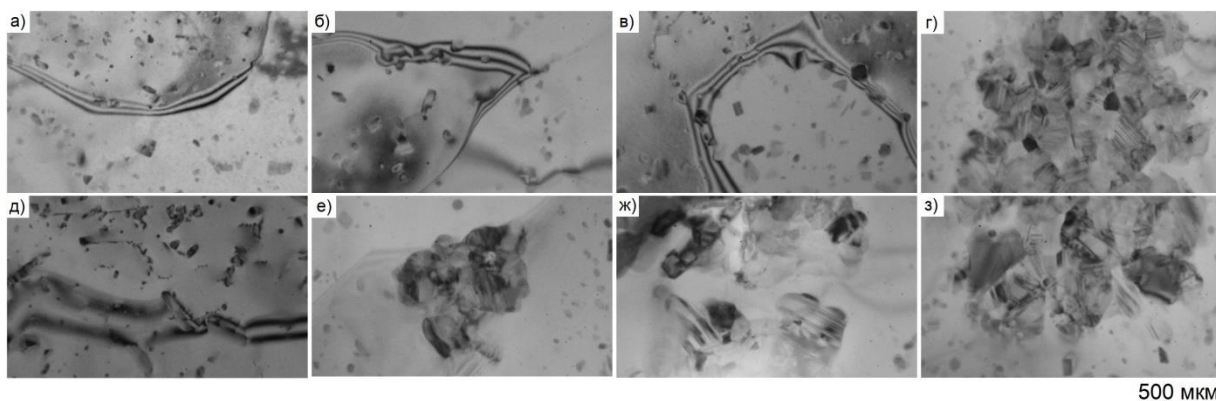


Рис. 3.8 – Структура в ПЭМ: Al–5Mg–Mn–Cr (а,д); Al–6,8Mg–Mn–Cr (б,е); Al–8,5Mg–Mn–Cr (в,ж); Al–10Mg–Mn–Cr (г,з).

Были проведены испытания со скачковым повышением скорости деформации сплавов с целью определения показателя m и скоростного интервала сверхпластичности (рис. 3.9). Ввиду растрескивания кромки, сильнолегированные сплавы (с 6,8-10% Mg) полученные по режиму 2 не исследовали.

Как видно из графиков, сплавы с большим содержанием магния в интервале (3-6,8%) имеют меньше напряжение течения и большие скорости сверхпластической деформации. С уменьшением размера зерна показатель m закономерно сдвигается в сторону больших скоростей деформации, а величина напряжения течения снижается (рис. 3.9а). Сплавы с добавками хрома имеют лучшие показатели сверхпластичности, чем сплавы без хрома, т.е. ожидаемо показатели сверхпластичности лучше при более мелком зерне.

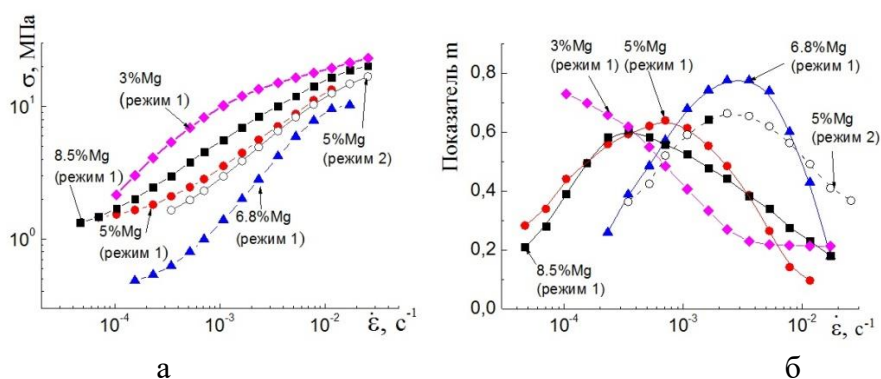


Рис. 3.9 – Зависимость напряжения течения (а) и показателя m (б) от скорости деформации при температуре $0,97T_{пл}$ сплавов системы Al–Mg–Mn–Cr с разной концентрацией магния

Для сравнения сплавы, полученные по режиму 1, испытывали при температуре $0,97T_{пл}$ и постоянной скорости деформации равной 10^{-3} с^{-1} . Сплавы с хромом показали большее удлинения, чем без хрома. Сплавы с 3 и 10% Mg имеют относительное удлинение меньше 200%. Наибольшее удлинение 460% показал сплав Al–6,8%Mg–0,7%Mn–0,2%Cr, имеющий наименьший размер зерна (рис. 3.10). Результаты опубликованы в [197].

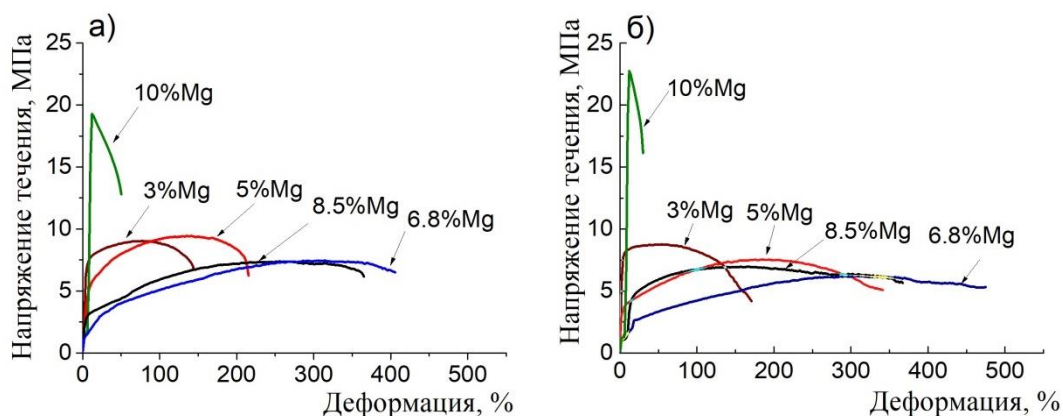


Рис. 3.10 – Кривые растяжения образцов сплавов систем Al–Mg–Mn (а) и Al–Mg–Mn–Cr (б) с разным содержанием магния при температуре $0,97T_{пл}$ и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ полученных по режиму 1.

Выводы по главе 3

1. Показано, что после холодной прокатки и рекристаллизационного отжига при $0,97T_{пл}$ сплавов систем Al–Mg–Mn и Al–Mg–Mn–Cr с увеличением концентрации магния с 3% до 6,8 масс. % размер рекристаллизованного зерна уменьшается, а при дальнейшем увеличении концентрации магния до 8–10% возрастает. Последнее объяснено формированием в сплавах с содержанием магния более 6,8% конгломератов частиц хромомарганцовистой фазы и снижением эффективности сдерживания роста зерен.
2. Применение промежуточного гетерогенизационного отжига при температуре $0,9T_{сол}$ в технологии получения листа эффективно измельчает зерно в среднем в 1,5-2,3 раза при всех исследованных концентрациях магния, однако, для сплавов с содержанием магния 6,8–10% применение такого гетерогенизационного отжига нецелесообразно из-за ухудшения технологичности при холодной прокатке, приводящей к существенному растрескиванию кромки листа.
3. При температуре $0,97T_{пл}$ сплавы с 4,9-8,5% демонстрируют показатель скоростной чувствительности m в интервале 0,2–0,8 и относительное удлинение 330–475% при постоянной скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , при этом наилучшие показатели

сверхпластичности: удлинение 475% при скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ имеет сплав Al–6,8% Mg–0,7% Mn–0,2% Cr с размером зерна $9,1 \pm 0,7$ мкм при получении по технологии без промежуточного гетерогенизационного отжига.

Глава 4. Исследование влияния эвтектикообразующих и дисперсоидообразующих элементов на микроструктуру магналиев

4.1 Выбор составов сплавов

Состав сплавов для исследования выбирали, исходя из идеи создать сплавы с бимодальным распределением частиц по размерам. Несмотря на то, что гетерогенизационный отжиг эффективно измельчает зерно в сплавах типа «магналий», он сильно снижает технологичность листа при прокатке при комнатной температуре в сплавах с концентрацией магния свыше 6%. Учитывая, что наличие крупных частиц эффективно измельчает зерно, возможно введение сплав эвтектикообразующих элементов для кристаллизации в сплавах мелкодисперсной эвтектики, которая будет фрагментироваться до частиц микронных размеров. По данным литературы, такие частицы образуют переходные металлы, Ni, Fe, Ce, Er и Mn. Для определения концентраций легирующих элементов (Mn, Ni, Fe, Ce) и возможного фазового состава сплавов были построены политермические разрезы при помощи *Thermo-Calc (databases TTAL5, TCIAL4)*.

Если магналии легировать большим количеством марганца (свыше 1%), то в сплавах часть марганца при литье входит в твердый раствор, а часть кристаллизуется в виде эвтектической фазы Al_6Mn , что видно из политермического разреза в системе Al–Mg–Mn (рис. 4.1а). Аналогично ведет себя хром, при этом выделяется фаза Al_7Cr уже при небольших концентрациях магния.

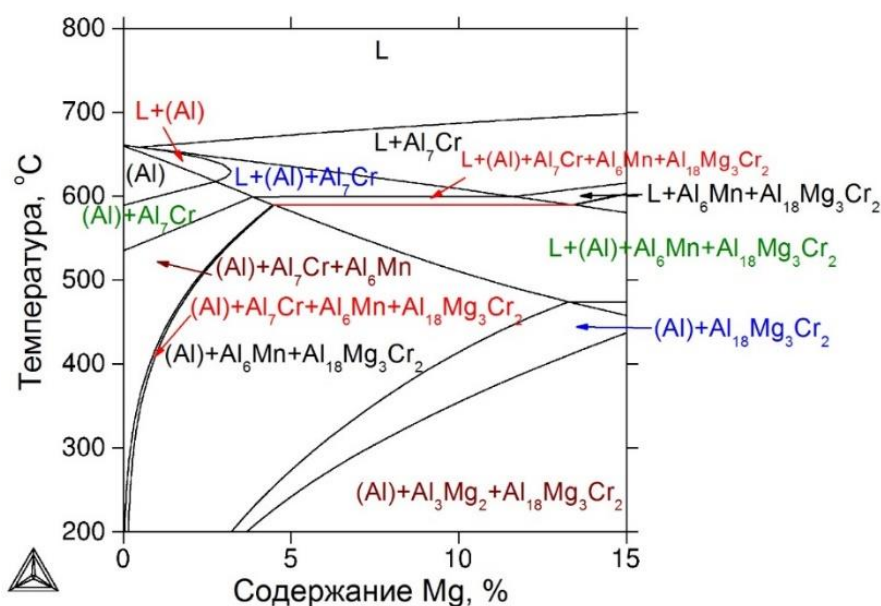


Рис.4.1–Политермический разрез в системе Al-Mg-1,2Mn-0,1Cr

При этом, необходимо учитывать, что неравновесная растворимость марганца и хрома значительно повышается с ростом скорости охлаждения при литье. Как показали предварительные исследования сплавов с содержанием марганца около 0,6%, ввести в раствор при температурах заливки менее 800°C и скорости охлаждения при литье около 15K/с в магналии с содержанием магния около 7% можно до 0,2%Cr.

При введении совместно Fe (0,6-0,9%) и Ni (0,8-1) масс. % образуется фаза Al_9FeNi (рис. 4.2а). Расчитанная объемная доля данной фазы при подсолидусной температуре и выбранных концентрациях около 4,5%. Для первичной кристаллизации алюминиевого твердого раствора необходимо, чтобы магния в сплаве без дисперсоидообразующих элементов было не более 7%.

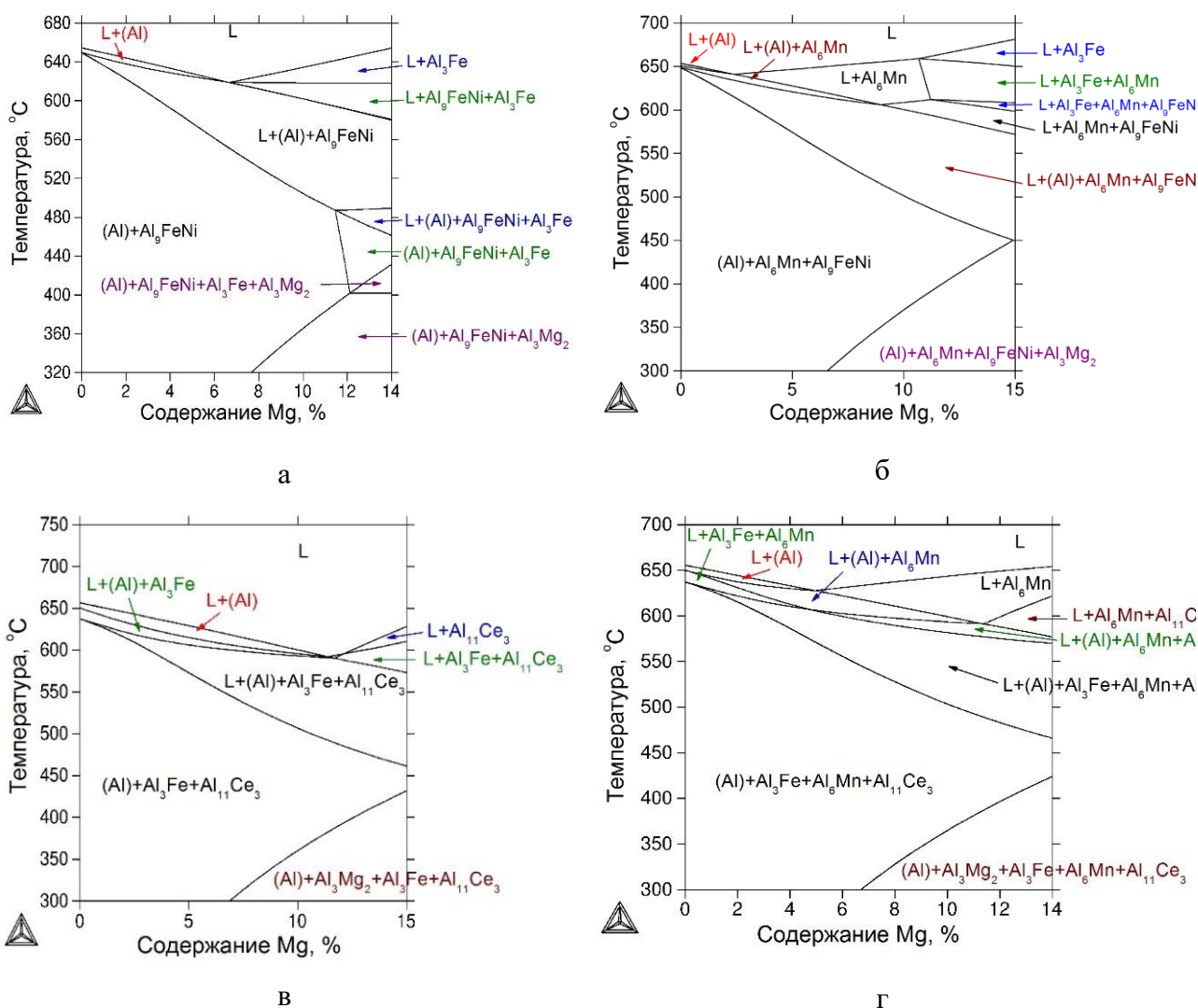


Рис. 4.2 – Политермические разрезы в программе Thermo–Calc для системы Al–Mg–0,9Ni–0,9Fe (а), Al–Mg–0,9Ni–0,9Fe–0,9Mn (б), Al–Mg–1Ce–0,6Fe (в) и Al–Mg–1Ce–0,6Fe–0,6Mn (г).

При введении около 0,6Fe и 1Ce в сплавы системы Al–Mg, согласно расчетам, могут кристаллизоваться фазы $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ и Al_3Fe (рис. 4.2в) с объемной долей до 2% при выбранных составах. Согласно данным литературы [114] можно ожидать и другие фазы Al_4Ce и $\text{Al}_{10}\text{CeFe}_2$. Согласно ThermoCalc, алюминиевый твердый раствор в сплавах этой системы должен первично кристаллизоваться и при 10% магния. Добавление марганца в сплавы с Fe,Ni или Fe,Ce приведет к дополнительной кристаллизации фазы Al_6Mn (рис. 4.2 б,г), без кристаллизации тройных соединений.

В цирконий-содержащих сплавах важно, чтобы температура заливки обеспечивала пересыщенный твердый раствор и не приводила к угару магния, для чего температура ликвидуса должна быть как минимум не выше 800°C.

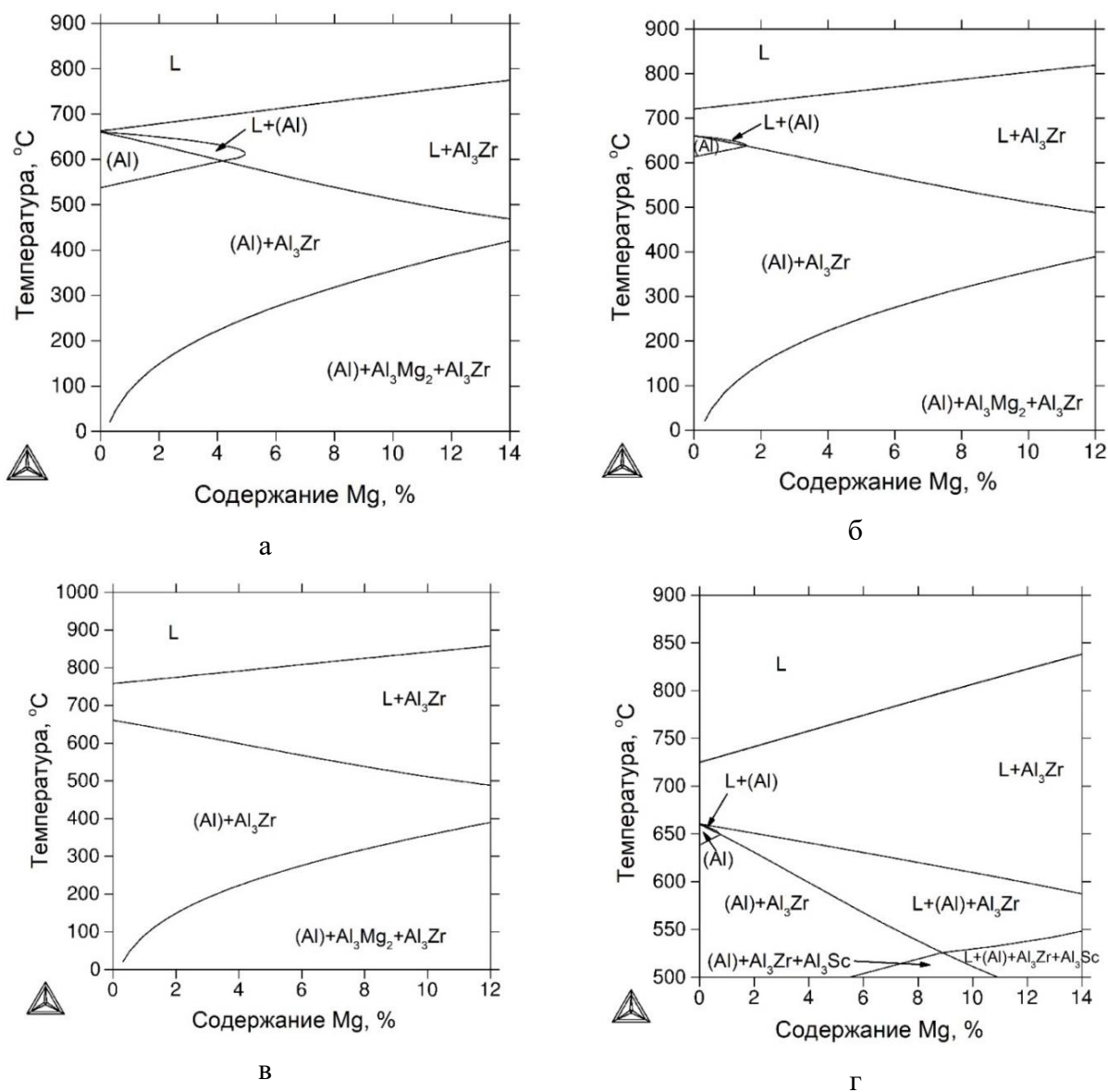


Рис. 4.3 – Политермические разрезы в программе Thermo–Calc для системы Al–Mg–Zr–(Sc): Al–Mg–0,1Zr (а), Al–Mg–0,2Zr (б), Al–Mg–0,3Zr (в) и Al–Mg–0,2Zr–0,1Sc.

В сплавах с 0,3% циркония рост содержания магния дополнительно приводит к росту ликвидуса и температуры заливки, что недопустимо с точки зрения угара магния. В сплавах с 5%Mg и 0,3%Zr температура ликвидуса равна 800°C (рис. 4.3в). т.е. большее содержание магния не допустимо. Введение 0,1%Sc в сплавы с 0,2%Zr не приводит к значительному повышению ликвидуса сплава при концентрациях магния до 5%.

Таким образом, повышение концентрации магния до рассмотренного в главе 3, 6,8%, несмотря на возможность роста прочности и формирования более мелкозернистой структуры потребует уменьшения содержания циркония, приведет к уменьшению неравновесной растворимости дисперсоидообразующих элементов в принципе, повысит вероятность формирования конгломератов дисперсоидов (см. главу 3), снизит технологичность при литье и прокатке, ожидаемо снизит коррозионную стойкость [202].

Для дальнейших исследований выбрано содержание магния в диапазоне 4,8–6,0%. Сплавы с содержанием магния около 5% обеспечат удовлетворительную технологичность и прочность, и, кроме того, позволят провести сравнение с промышленными сверхпластичными магниями типа AA5083 и Alnovi-U. Повышенные концентрации магния до 6% можно использовать для сплавов с пониженным содержанием циркония или без него с точки зрения анализа влияния эффективности увеличения содержания магния на уменьшение размера зерна и улучшение показателей сверхпластичности в сложнолегированных сплавах.

4.2 Анализ температуры солидуса сплавов

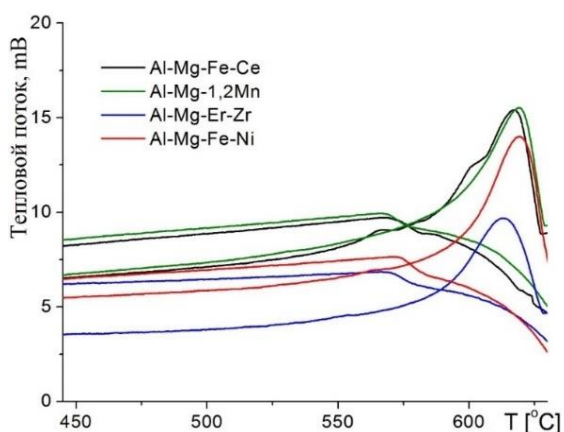


Рис. 4.4 – Зависимости теплового потока от температуры сплавов

Определение температур солидуса сплавов проводили методом дифференциального термического анализа (таблица 4.1). Температура солидуса исследуемых сплавов близка к температуре солидуса сплава AA5083. Отметим, что температура солидуса почти не зависела от содержания ПМ (отличия менее 2°C), и, очевидно, главным образом, определялась содержанием магния.

Таблица 4.1 – Температуры солидуса сплавов и соответствующие гомологические температуры для выбранных значений

Сплав	Температура солидуса, °C	T _{гомолог.} для 460 °C	T _{гомолог.} для 500 °C	T _{гомолог.} для 540 °C
Al–Mg–Mn	569	≈0,87	≈0,92	≈0,97
Al–Mg–Er–Zr	568			
Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr	569			
Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc	570			

4.3. Анализ микроструктуры сплавов на разных этапах получения листа

4.3.1 Микроструктура сплавов после литья

Марганец в количестве около 1,2% при выбранном содержании магния 4,8% приводит к формированию частиц эвтектического происхождения и пересыщенного твёрдого раствора способного к распаду с образованием дисперсоидов. Структура сплавов с повышенным содержанием марганца после литья представлена (Al), Al_3Mg_2 (β) и богатой марганцем фазой эвтектического происхождения по периферии дендритных ячеек (рис. 4.5). Объёмная доля эвтектической фазы не превышает 2%. Размер частиц равен $1,8 \pm 0,2$ мкм и $0,8 \pm 0,1$ мкм, а средний размер зерна 245 ± 30 и 220 ± 20 мкм, в сплавах Al–Mg–Mn и Al–Mg–Mn–Cr соответственно. Добавка хрома обеспечила уменьшение размера частиц кристаллизационного происхождения.

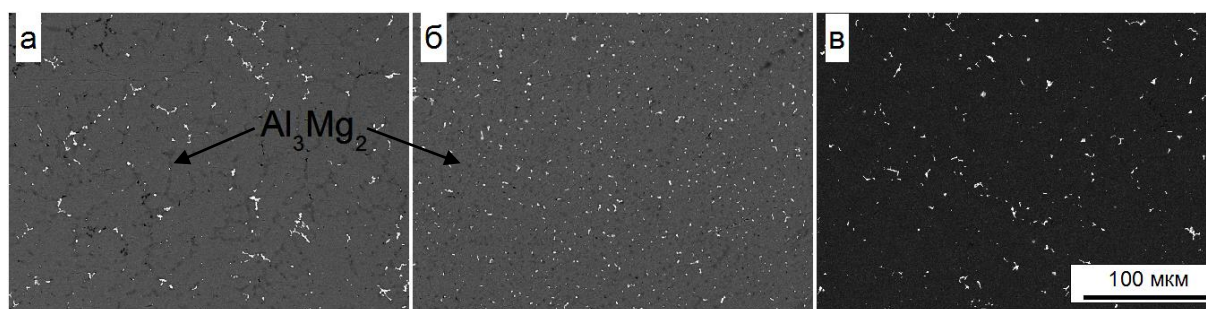


Рис. 4.5 – Структура сплавов Al–Mg–Mn (а), Al–Mg–Mn–Cr (б) и Al–Mg–Er–Zr (в) после литья

В сплаве Al–Mg–Er–Zr после литья средний размер эвтектической фазы Al_3Er составил $2,5 \pm 0,3$ мкм, средний размер зерна 50 ± 4 мкм (рис. 4.5в). В сплаве не обнаружено первичных кристаллов с Zr, он вошел в твердый раствор на основе алюминия (рис. 4.6г). В междендритном пространстве кроме второй фазы богатой Er, наблюдали сегрегации Mg

(рис. 4.6а,), фаза Mg_2Si в структуре не обнаружена, в виду высокой чистоты алюминия (рис. 4.6е).

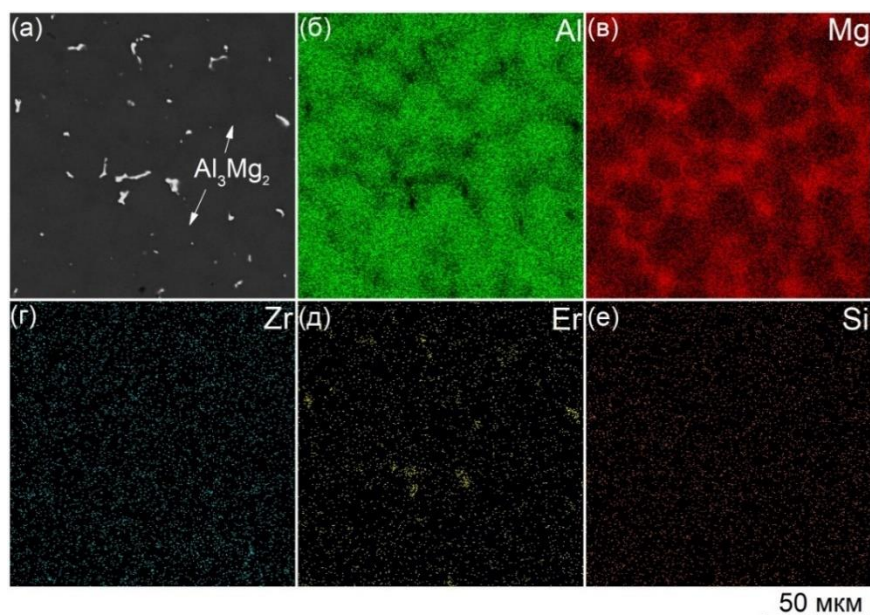


Рис. 4.6 – Карты распределения элементов после литья в сплаве Al–Mg–Er–Zr.

Сплавы с Fe и Ni. В сплавах с Ni и Fe, в том числе с добавками Mn, Cr, Zr и Sc литая структура представляет собой алюминиевый твердый раствор и дисперсную тройную эвтектику. Сплав без дисперсоидообразующих элементов Mn, Cr, Zr и Sc был выбран как материал сравнения, его микроструктура в литом состоянии была близка к остальным сплавам.

Рассмотрим сплав состава Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr. Сплав получен литьем со скоростью охлаждения 15 K/с. Размер зерна в литом состоянии варьировался от 30 до 500 мкм и в среднем составил 220 ± 10 мкм (рис. 4.7). Микроструктура сплава после литья (рис. 4.7б) и гомогенизации (рис. 4.7в) представлена частицами фаз кристаллизационного происхождения, которые расположены на периферии дендритных ячеек алюминиевого твердого раствора.

По результатам энергодисперсионного анализа можно сделать вывод, что частицы кристаллизационного происхождения обогащены Fe и Ni (рис. 4.7 г–ж), и, вероятно, принадлежат эвтектической фазе Al_9FeNi [36, 37]. Кроме того, в структуре сплава встречается незначительное количество (объемная доля $< 1\%$) фазы богатой марганцем и железом, по всей видимости, принадлежащие фазе $Al_6(Mn,Fe)$, типичной для сплавов AA5000 серии [29,30]. Можно предположить кристаллизацию соединения Al_3Ni , при

повышенных концентрация по сравнению с железом. Объемная доля частиц кристаллизационного происхождения составила 6-7%, частицы имеют в литом состоянии размер $0,9 \pm 0,1$ мкм и достаточно компактную морфологию с коэффициентом формы (КФ) 0,6. После гомогенизационного отжига эвтектические частицы сферодизируются, о чем говорит рост КФ с 0,6 до 0,8, при этом их средний размер незначительно уменьшается до $0,8 \pm 0,1$ мкм.

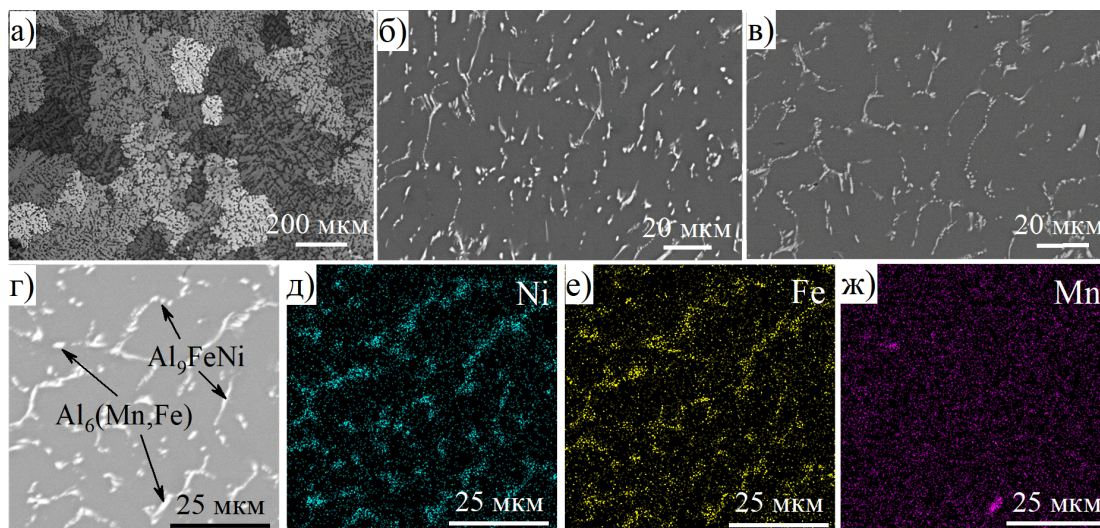


Рис. 4.7 – Структура сплава после литья (а,б) и гомогенизационного отжига (в): карты распределения элементов Ni (д), Fe (е) и Mn (ж).

Близкую микроструктуру имеют сплавы Al–Mg–Ni–Fe–0,3Zr и Al–Mg–Ni–Fe–0,2Zr–0,1Sc. Их структура представлена алюминиевым твердым раствором и фазой эвтектического происхождения (рис. 4.8а). Однако ввести 0,3% Zr в твердый раствор и предотвратить образование первичных кристаллов Al_3Zr труднореализуемо. Необходимо значительно перегреть расплав и производить охлаждение со скоростями, близкими к 15 К/мин, что может приводить к ограничениям практического применения таких составов. С целью анализа возможности минимизации содержания скандия в сплавах, был получен сплав Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,05Sc с пониженным содержанием скандия (0,05%), который имел аналогичную сплаву Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc структуру в литом состоянии.

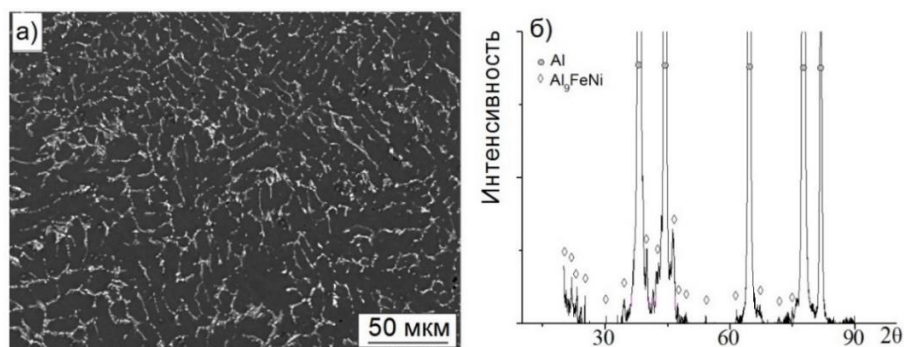


Рис. 4.8 – Микроструктура (а) и рентгенограмма (б) сплава Al–Mg–Ni–Fe–0,2Zr–0,1Sc в литом состоянии.

На рентгенограммах образцов с Fe и Ni (рис. 4.8б) выявлены две фазы: (1) твердый раствор алюминия и (2) Al_9FeNi с моноклинной кристаллической решеткой, $a = 0,860$ нм, $b = 0,627$ нм, $c = 0,621$ нм, $\beta = 95$. β -фаза не была обнаружена рентгенофазовым анализом, вероятно, из-за малой объемной доли этой фазы в сплавах, что согласуется с анализом микроструктуры (рис. 4.9е).

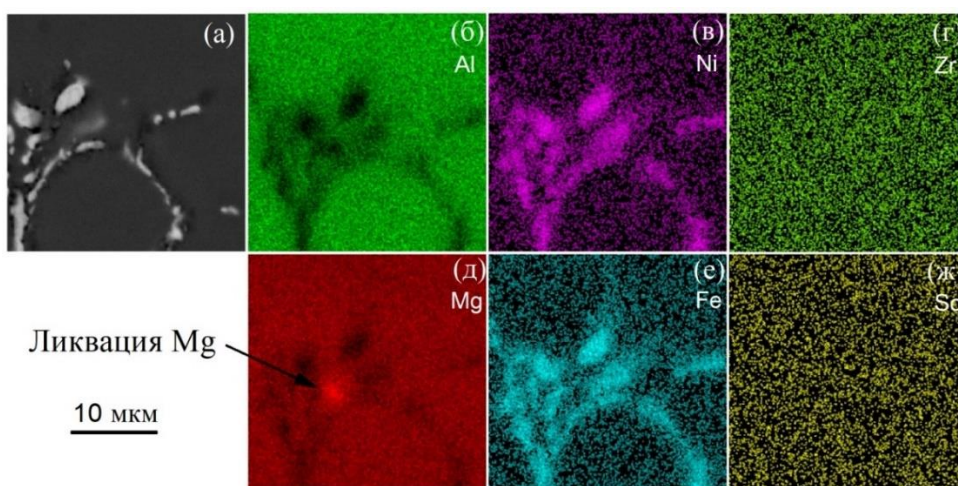


Рис. 4.9 – Карты распределения элементов после литья в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc.

Микроструктура слабо зависела от скорости охлаждения при литье и средний размер частиц кристаллизационного происхождения для разных условий кристаллизации (3 и 15K/с) сплавов был близок в пределах доверительного интервала ($1,2 \pm 0,3$ мкм и $1,6 \pm 0,2$ мкм), КФ=0,6, а объёмная доля фазы варьировалась в пределах 5-6%.

Сплавы с Fe и Ce. Фазовый состав сплавов системы Al–Mg–Fe–Ce–(Mn,Cr,Zr) более сложный и не соответствовал данным Thermo-Calc. Сплав без дисперсоидообразующих элементов Mn, Cr и Zr был выбран как материал сравнения.

Рентгеноструктурным анализом литого образца сплава Al–Mg–Fe–Ce (рис. 4.10е) идентифицировали три фазы (Al), $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ и $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$. Литая структура исследуемого сплава состояла из твердого раствора на основе Al и расположенных по периферии дендритных ячеек светлых частиц эвтектического происхождения. Согласно данным СЭМ–ЭДА, сплав содержал обогащенную Ce фазу и фазу, содержащую как Ce, так и Fe (ЭДА карты на рис. 4.10г,д). В результате дендритной ликвации Mg неравномерно распределялся по алюминиевой матрице, что хорошо видно по зонам, обогащенным Mg (рис. 4.10в).

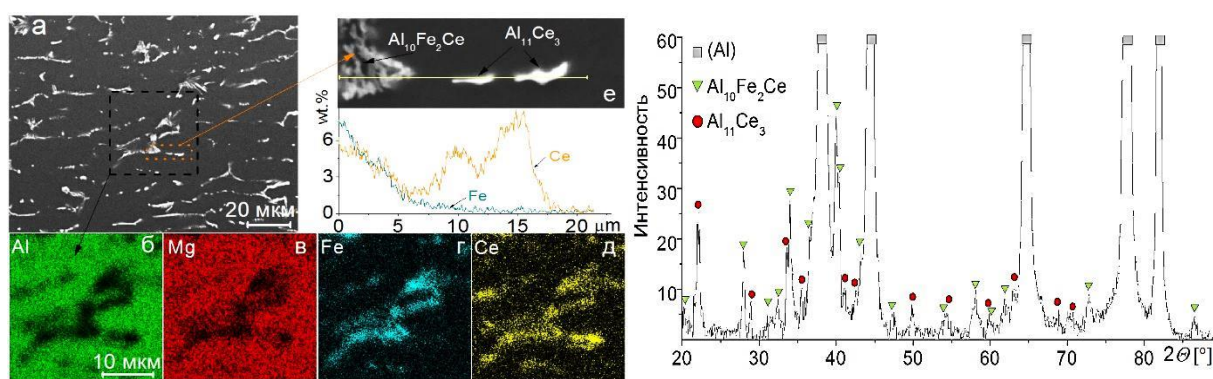


Рис. 4.10 – СЭМ–BSE изображение (а) в литом сплаве, показывающее эвтектические составляющие фазы и карты ЭДА (б–д) и рентгенограмма сплава.

Для более точного определения фазового состава проведен анализ структуры в ПЭМ. На рисунке 4.11 показаны фазы эвтектического состава и соответствующие им дифракционные картины. Состав алюминиевого твердого раствора в литом и отожженном состояниях одинаковый, концентрация Fe и Ce ниже 0,05 масс.%. После отжига не наблюдали признаков распада алюминиевого твердого раствора, а дифракционная картина соответствует г.ц.к. решетке (Al) (рис.4.11д). Размер частиц вторых фаз варьировался в диапазоне 0,2–1,5 мкм как для литых, так и для отожженных образцов, а объемная доля фаз составила 4%. Наблюдали двойники в теле железосодержащих частиц и слабые дополнительные рефлексы на дифракционной картине, характерные для двойникования (стрелка на рисунке 4.11е). Типичные дифракционные картины от частиц показаны на рисунках 4.11е и 4.11ж. Основные рефлексы высокой интенсивности на дифракционной

картине согласуются с фазами $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ и $\text{Al}_{10}\text{CeFe}_2$, обнаруженными рентгенографическим исследованием. Запрещенные рефлексы и тяжелые эффекты наблюдаются на всех дифракционных картинах, и их природу можно объяснить сложной структурой частиц. Аналогичные сверхструктурные рефлексы в фазах данного типа наблюдал Coury с соавторами [149], авторы сделали вывод об упорядочении в этих фазах.

Был проанализирован состав пятнадцати частиц с помощью ПЭМ–ЭДА. Выявлены двойные (AlCe) и тройные (AlFeCe) фазы, что согласуется с данными СЭМ–ЭДА (рис. 4.11з). Согласно ПЭМ–ЭДА двойная фаза содержит 20,2–21,4 ат.% Ce. В тройной фазе содержание Fe варьируется в диапазоне 12,4–18,3, а содержание Ce – в диапазоне 6,3–8,4 ат%. Среднее атомное соотношение для двойной фазы Al:Ce = 3,8:1 и для тройной фазы Al:Fe:Ce=9,5:1,9:1. Таким образом, данные ПЭМ–ЭДА согласуются с рентгеновскими данными и можно рассматривать $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ и $\text{Al}_{10}\text{CeFe}_2$ как основные эвтектические фазы в сплаве. Кроме того, были обнаружены частицы, обогащенные Fe и Al, которые, вероятно, принадлежат фазе Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$).

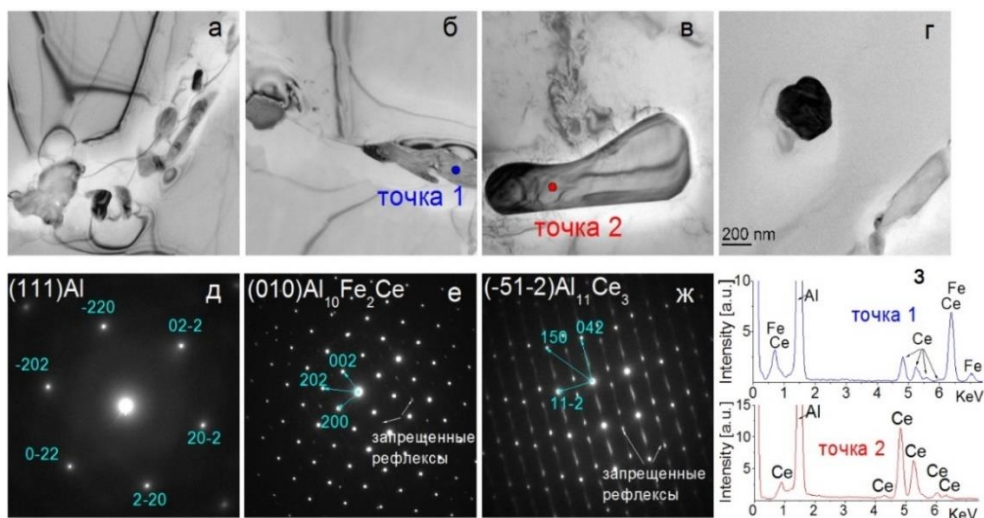


Рис. 4.11– Структуры ПЭМ: после литья (а,б) и после гомогенизационного отжига (в–г) образцов; дифракционные картины: Al–раствора (д) и двух эвтектических включений при одинаковом увеличении (е и ж); данные TEM–EXD двух частиц кристаллизационного происхождения (з), отмеченных точкой 1 и точкой 2 в (б) и (в) соответственно.

Дополнительное легирование Zr и Sc существенно не меняет фазовый состав и параметры частиц фаз эвтектического происхождения сплава после литья, также не образуют первичных кристаллов, Zr и Sc равномерно распределены в твердом растворе,

как и кремний (рис. 4.12 г,ж,з). После литья наблюдается ликвация по магнию (рис. 4.12в), которая нивелируется после отжига.

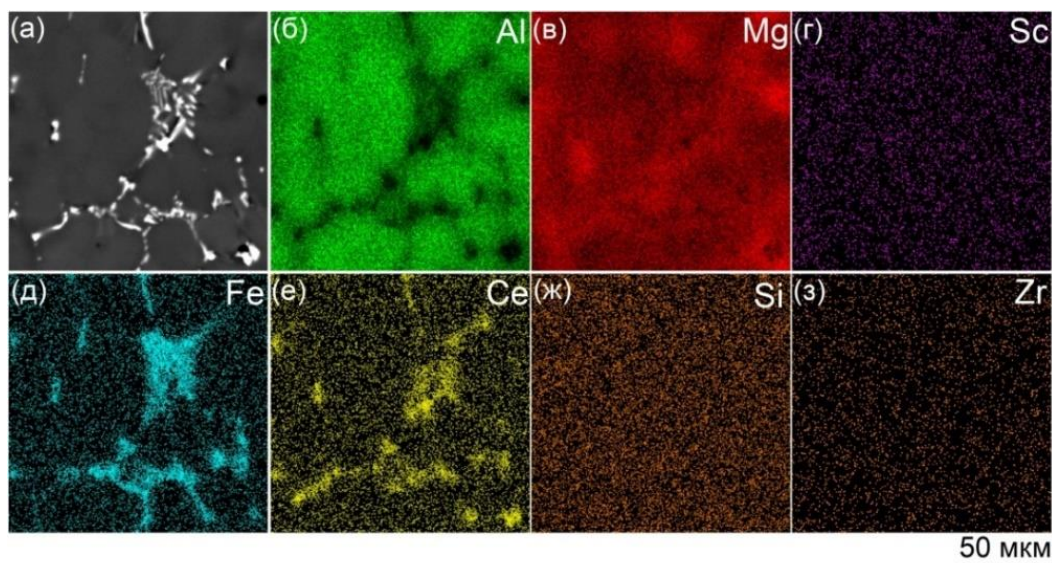


Рис. 4.12 – СЭМ–BSE изображение (а) в литом сплаве Al–Mg–Fe–Ce–Zr–Sc, показывающее эвтектические составляющие фазы (б–з).

Добавление в сплав Mn и Cr меняет структуру сплавов системы Al–Mg–Fe–Ce. Выявленная картина дифракции в некоторых случаях может соответствовать нескольким Ce–содержащим фазам, из-за многообразия фаз и близких значений углов 2θ для этих фаз. По результатам рентгенографического исследования (рис. 4.13) можно предполагать в литом состоянии фазы (Al), $\text{Al}_{10}\text{Mn}_2\text{Ce}$ [75], $\text{Al}_{20}\text{Mn}_2\text{Ce}$ [76], $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ и $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

Структура слитка с Mn после литья представлена алюминиевым твердым раствором и включениями эвтектического происхождения по периферии дендритных ячеек (рис. 4.13а). Анализ в СЭМ выявил три типа фаз, отличающихся морфологией и контрастом при сканировании в отраженных электронах (красные стрелки на рис. 4.13а).

Согласно картам распределения элементов (рис. 4.13б–г) есть три типа частиц: первые обогащены Ce, Mn и небольшим количеством Cr (тип А); вторые Ce, Fe и незначительным количеством Mn (тип В); и частицы фазы богатой Fe и Mn (тип С). Не было выявлено существенных различий в составе и морфологии составляющих фаз в зависимости от режима гомогенизации.

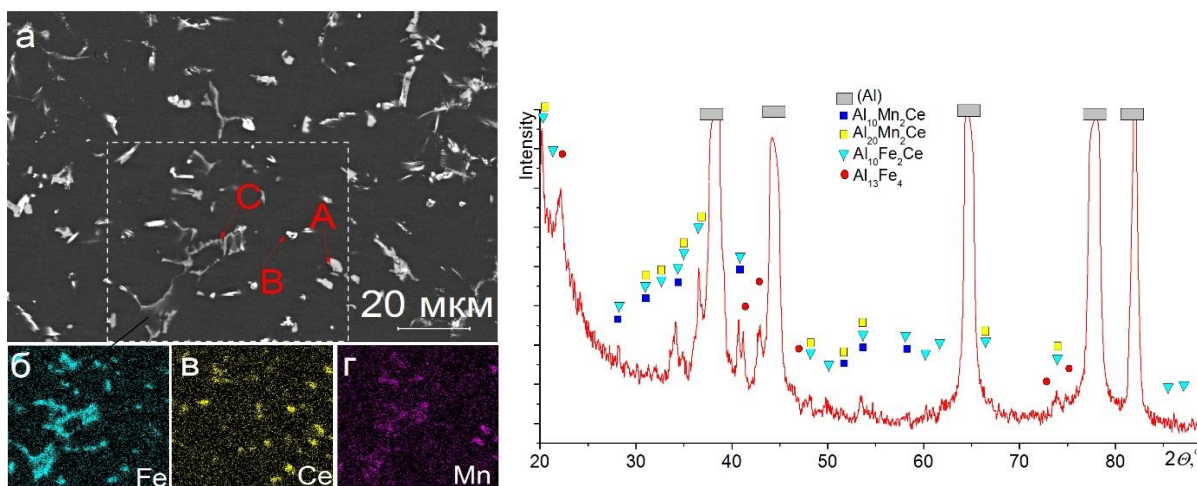


Рис. 4.13 – Микроструктура в литом состоянии (а) карты распределения элементов (б–г) и данные рентгенофазового анализа сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr.

На рисунке 4.14 приведены ПЭМ–ЭДА спектры для каждого типа фаз кристаллизационного происхождения. ПЭМ выявил три типа фаз: двойную, обогащенную Ce и Mn, фазу с небольшим содержанием Cr (тип А, рис. 4.14 а и г); фазу, богатую Ce и Fe, с 3,5–4,5 мас.% растворенного в ней Mn (тип В, рис. 4.14 б и д); и обогащенная Fe фаза, содержащая 40 мас.% Fe и 5 мас.% Mn (≈ 25 ат.% Fe+Mn, тип С, рис. 4.14 в и е). Исходя из данных, полученных ранее, частицы А–типа принадлежали фазе $\text{Al}_{20}\text{Mn}_2\text{Ce}$ с характерными для нее двойниками [76]. Фаза В–типа была идентифицирована как кубическая фаза $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ [75,77]. Фаза С–типа – $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ с моноклинной решеткой. По всей вероятности, Cr растворяется в фазе $\text{Al}_{20}\text{Mn}_2\text{Ce}$ замещая марганец по аналогии с фазой $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Cr})$. Аналогичным образом атомы железа могут быть замещены атомами марганца в фазах $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ и $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

В сплавах системы Al–Mg–Fe–Ce микроструктурный анализ показал, что на параметры частиц фаз кристаллизационного происхождения используемый высокотемпературный гомогенизационный отжиг существенно не влияет. Это указывает на хорошую термическую стабильность данных частиц, что согласуется с выводами работ [46–50]. Общая доля фаз кристаллизационного происхождения равна 5%, средний размер частиц равен $0,8 \pm 0,2$ мкм, КФ=0,7 при наполнительном литье со скоростью охлаждения 15К/с. При понижении скорости охлаждения при литье до 3К/с, размер частиц увеличился до $1,1 \pm 0,2$ мкм, КФ до 0,8.

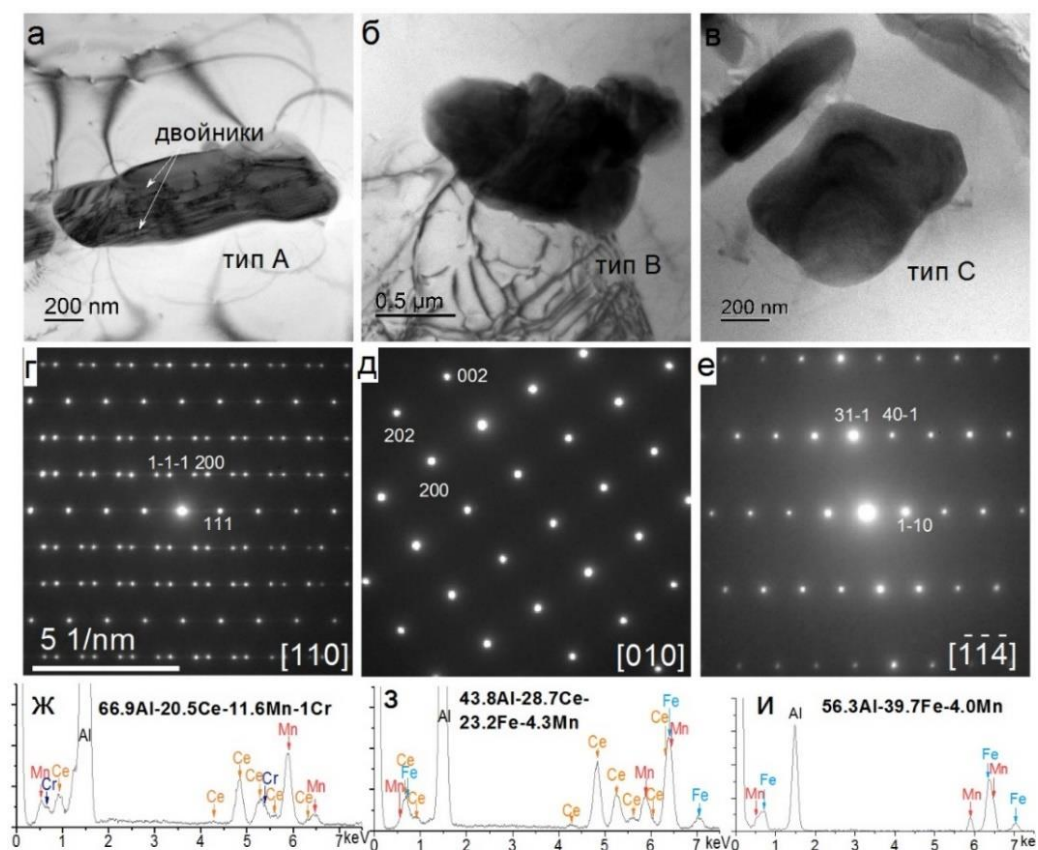


Рис. 4.14 – ПЭМ–изображения (а–в), дифракционные картины (г–е), ПЭМ сведения о кристаллизационных фазах (ж–и). Составы приведены в мас. %.

Для оценки влияния примесей на микроструктуру и свойства были получены сплавы систем Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr на алюминии марки А85. Микроструктура сплавов после литья представлена на рисунке 4.15.

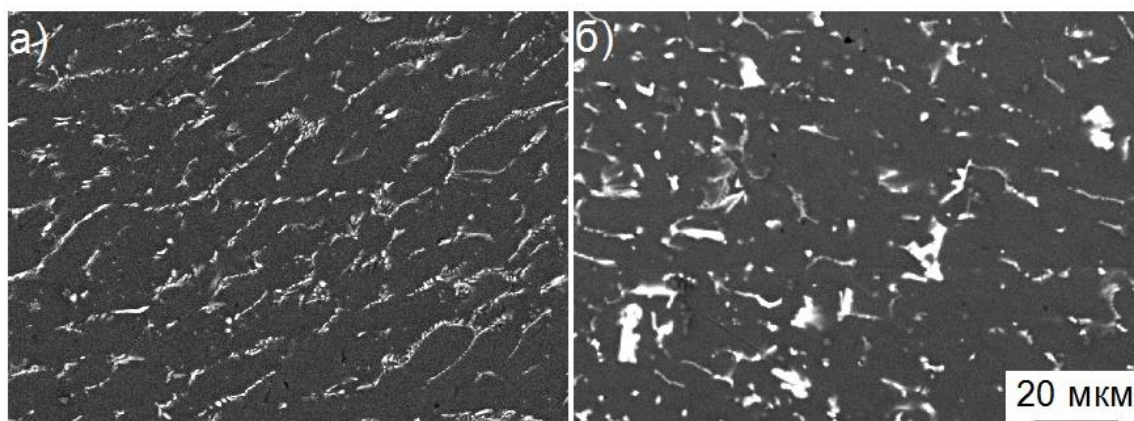


Рис. 4.15 –Микроструктура сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (а) и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (б) на алюминии марки А85

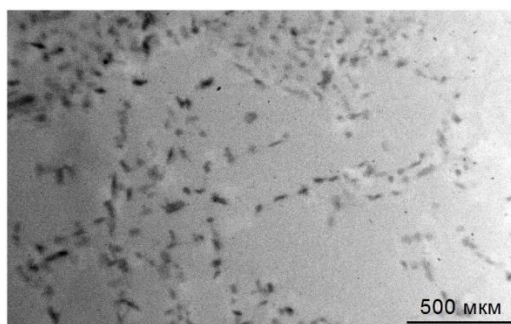
Качественно структура отличается наличием фазы Mg_2Si . При использовании А85 алюминия происходит некоторое огрубление частиц вторых фаз в сплаве с Се–Fe, средний размер частиц равен $1,5 \pm 0,2$ мкм. В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr полученном на А85 средний размер частиц составил $1,0 \pm 0,2$ мкм.

Таким образом, все сплавы имели гетерогенную структуру после литья, в сплавах систем Al–Mg–Mn–(Cr) и Al–Mg–Er–Zr объёмная доля фаз кристаллизационного происхождения составляет около 2%, в сплавах систем Al–Mg–Fe–Ni и Al–Mg–Fe–Ce объёмная доля частиц эвтектических фаз равна 4-7%.

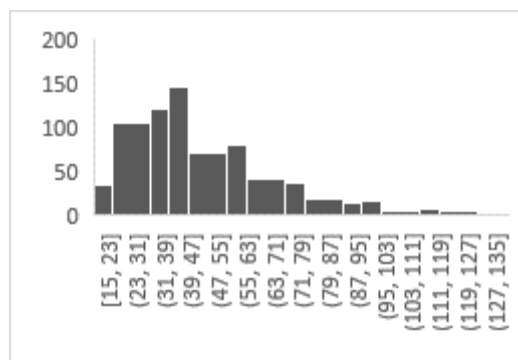
4.3.2 Влияние режима гомогенизационного отжига на параметры частиц дисперсоидов

Сплавы системы Al–Mg–Mn–(Cr) с повышенным содержанием марганца. В процессе гомогенизационного отжига в сплавах данных систем проходит два параллельных процесса, это растворение избыточной β -фазы (Al_2Mg_3) при ее наличии и выравнивание состава твердого раствора в основном по магнию (непосредственно гомогенизация структуры), и выделение дисперсоидов (гетерогенизация структуры). В сплавах системы Al–Mg–Mn–(Cr) выделяются дисперсоиды фазы типа $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)$, α фазы в присутствии кремния, также возможно выделение фазы $Al_{18}Mg_3Cr_2$.

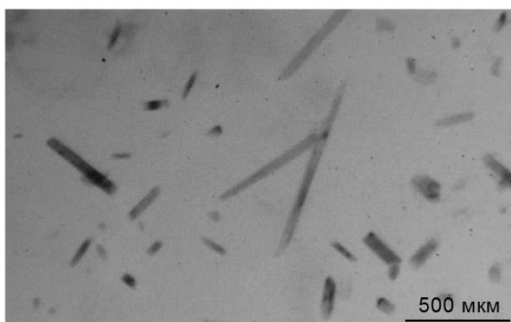
Гомогенизационный отжиг сплавов проводили в течение 8 часов при трех разных температурах: 360, 400 и 450°C (рис. 4.16 и 4.17). В сплаве Al–Mg–Mn средний размер дисперсоидов возрастает с увеличением температуры отжига и, соответственно, равен: 35 ± 3 нм (от 15 до 135 нм), 100 ± 5 нм (от 30 до 300 нм) и 130 ± 10 нм (от 30 до 800 нм) после отжига при температуре 360, 400 и 450°C (рис. 4.16). В сплаве Al–Mg–Mn–Cr размер частиц так же возрастает с увеличением температуры отжига, однако, дисперсоиды меньше, чем в сплаве без хрома и их средний размер равен: 35 ± 2 нм (от 15 до 95 нм), 90 ± 4 нм (от 20 до 400 нм) и 110 ± 5 нм (от 12 до 600 нм) после отжига при температуре 360, 400 и 450°C, соответственно (рис. 4.17). При этом в сплаве с хромом возрастает количество компактных дисперсоидов.



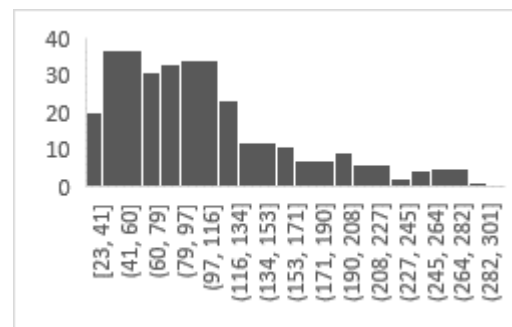
а



б

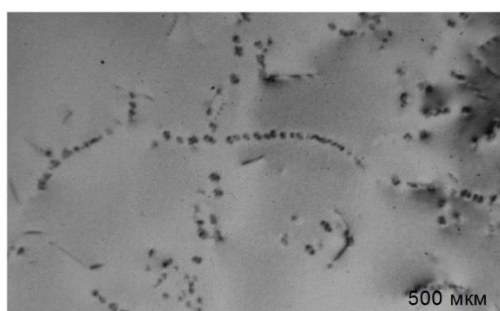


в

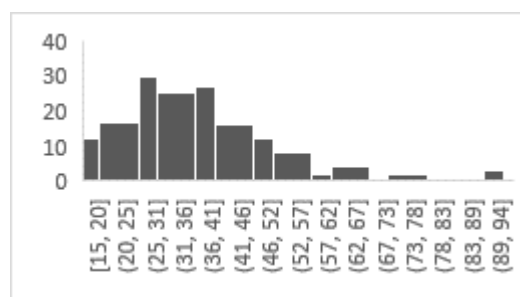


г

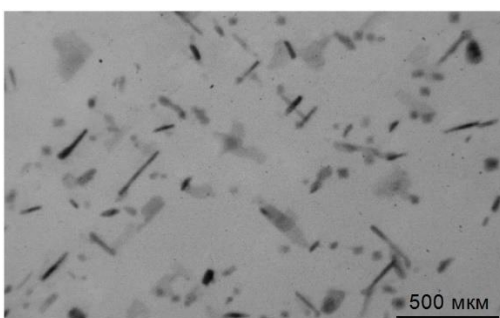
Рис. 4.16 – Структура сплава Al–Mg–Mn после гомогенизационного отжига при 360°C (а,б) и 450°C (в,г).



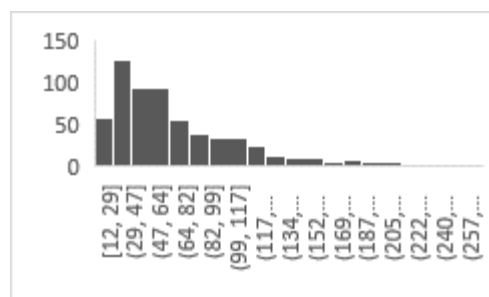
а



б



в



г

Рис. 4.17 – Структура сплава Al–Mg–Mn–Cr после 8 часов гомогенизационного отжига при 360°C (а,б) и 450°C (в,г).

Стоит отметить, что при низкотемпературном режиме гомогенизации в исследуемом сплаве Al–Mg–Mn из пересыщенного твердого раствора выделяются дисперсоиды с квазикристаллической структурой. Рефлексы на дифракциях характерны для оси симметрии пятого порядка с углом 36° (см. рис. 4.18в), которая говорит о квазикристаллической структуре фазы, принадлежащей икосаэдрической I–фазе. Данные дисперсоиды наблюдали в сплаве Al–3Mg–1Mn при аналогичных условиях гомогенизационного отжига [203]. Таким образом, квазикристаллы выделяются и при повышенном содержании магния в сплаве до примерно 5% в близких температурно-временных условиях.

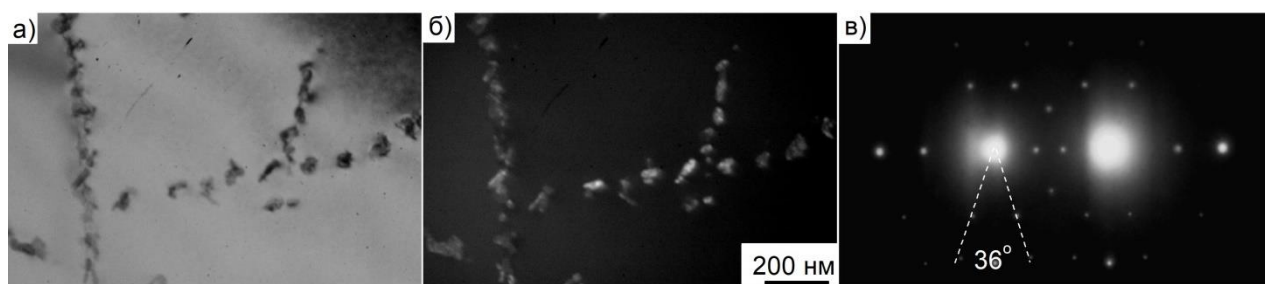


Рис. 4.18 – Структура сплава Al–Mg–Mn после гомогенизационного отжига при 360°C .

Сплавы системы Al–Mg–Ni–Fe (Mn,Cr,Zr,Sc). В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr после гомогенизационного отжига (430°C , 5 ч.+ 500°C , 3 часа) обнаружены дисперсоиды двух основных типов (1) вытянутые дисперсоиды размером до 250 нм в длину и до 80 нм в ширину (рис. 4.20а,г,д) и (2) компактные выделения $L1_2$ -фазы Al_3Zr размером около 15 нм (рис. 4.20а,б) [204]. Вытянутые дисперсоиды могут быть полностью некогерентны матрице (рис. 4.20а, врезки), а также агломераты вытянутых дисперсоидов, как и дисперсоидов фазы Al_3Zr , демонстрируют упорядоченное расположение рефлексов дисперсоидов и алюминиевой матрицы (рис. 4.20д), т.е. выделения одинаково ориентированы относительно матрицы, что типично для когерентных или частично когерентных матрице выделений. При этом картина дифракции для вытянутых дисперсоидов отличается от картины дифракции для фазы Al_3Zr в одной оси зоны алюминия $[110]$ (врезки на рис. 4.20в,д). Аналогичную картину дифракции наблюдали в сплаве Al–3Mg–1,2Mn–0,3Cr [40]. Судя по морфологии, дисперсоиды могут принадлежать метастабильным модификациям Al_6Mn , например, фазе Al_{12}Mn [41, 42], α -фазе $\text{Al}_{12}\text{Si}_3(\text{Mn,Fe})_2$ [49,55,56]. Кроме того, некоторые дисперсоиды могут относиться и к ϵ -

$\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ фазе [42]. В сплаве без циркония марганец-содержащие частицы не отличались по морфологии.

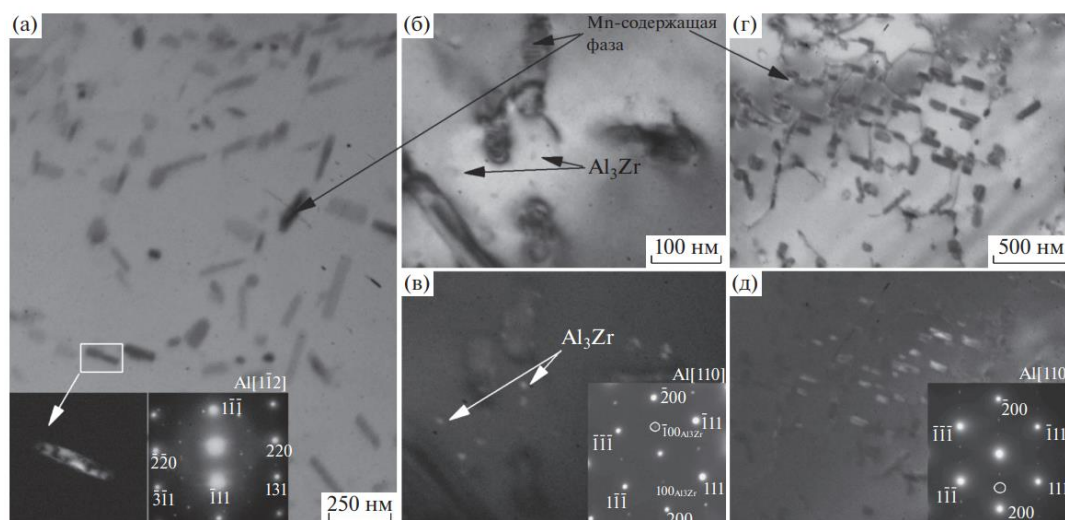


Рис. 4.20 – Частицы дисперсоидов после гомогенизационного отжига, светлое поле (а, б, г), врезки на (а) – темное поле обозначенной частицы и картина дифракции, темное поле (в, д) участков б и г соответственно, врезки на (в) и (д) – картины дифракции; рефлекс, в котором получено темнопольное изображение, выделен кругом.

Для сплава Al-Mg-Ni-Fe-Zr-Sc были исследованы 4 варианта гомогенизационного отжига: первая ступень для выравнивания твердого раствора по магнию и распада пересыщенного твердого раствора по ПМ, вторая (высокотемпературная) ступень, предложенная с целью фрагментации и сфероидизации частиц эвтектического происхождения и довыделения дисперсоидов ПМ. Режимы отжига представлены ниже:

- А) Одноступенчатый режим 400°C , 12 часов;
- В) Одноступенчатый режим 400°C , 24 часа
- С) Двухступенчатый режим 400°C , 5 часов + 470°C , 3 часа
- Д) Двухступенчатый режим 430°C , 5 часов + 500°C , 3 часа

Микроструктура сплава после различных режимов гомогенизационного отжига представлена на рисунке 4.21 для одноступенчатого отжига и на рисунке 4.22 для двухступенчатого отжига. L_{12} дисперсоиды образуются при всех изученных режимах обработки, но их размер и механизмы зарождения зависят от режима обработки. В образцах, отожженных в одну ступень при 400°C , наблюдали как непрерывный, так и прерывистый механизмы распада [24,197] с образованием фазы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. Веерообразные скопления частиц, образовавшихся по прерывистому механизму распада, были обнаружены вблизи высокоугловых границ зерен (рис. 4.21г).

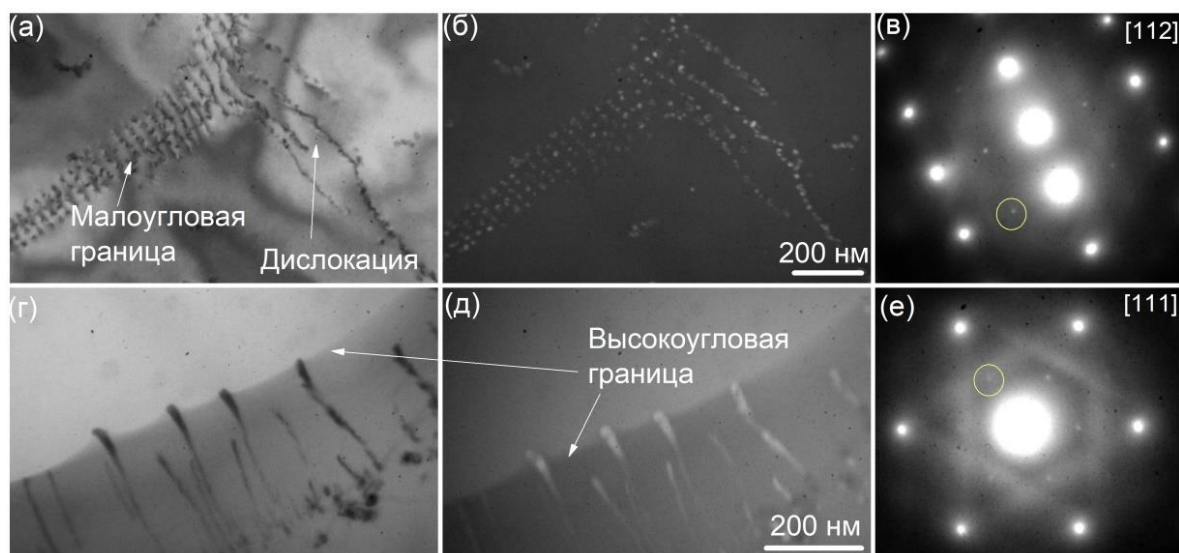


Рис. 4.21 – Структура образцов, сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc отожженных по одноступенчатым режимам и дифрактограммы в осях зоны [112] и [111] алюминия.

Компактные дисперсоиды той же фазы, образовавшиеся по непрерывному механизму распада, наблюдали в теле зерна. Как компактные, так и веерообразные частицы имеют структуру типа $L1_2$, как это показывают картины дифракции (рис. 4.21в,е). Дисперсоиды фазы $Al_3(Sc,Zr)$ гетерогенно зарождаются после низкотемпературного одноступенчатого отжига по режиму А. Фаза образуется на дислокациях и малоугловых границах зерен (рис. 4.21а,б). Незначительное количество дисперсоидов наблюдали и в областях свободных от дислокаций при длительном одноступенчатом отжиге по режиму В. Размер компактных дисперсоидов составил 11 ± 1 нм после обоих режимов одноступенчатого отжига.

Дисперсоиды $Al_3(Sc,Zr)$, образованные только по непрерывному механизму распада, наблюдали после двухступенчатого отжига. Частицы гетерогенно зарождаются на дислокациях и субграницах, а также гомогенно зарождаются в свободных от дислокаций пространствах (рис. 4.22а,б). Размер дисперсоидов составил 14 ± 1 нм после режима С ($400^\circ\text{C}+470^\circ\text{C}$) (рис. 4.22а,б), а частицы, образованные по режиму D ($430^\circ\text{C}+500^\circ\text{C}$) были более грубыми со средним размером 20 ± 2 нм (рис. 4.22г,д).

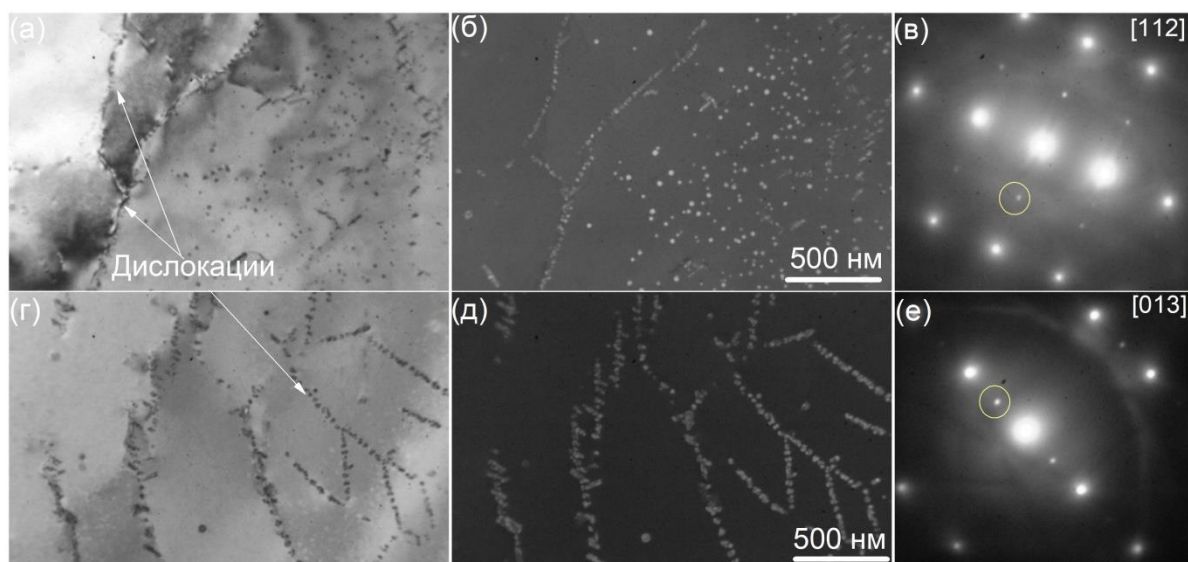


Рис. 4.22 – Структура образцов, сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc отожженных по двухступенчатому режиму и дифрактограммы в осях зоны [112] и [013] алюминия.

Сплав системы Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr. На рисунке 4.23 представлены микроструктуры сплава после разных режимов гомогенизационного отжига. На дислокациях и дислокационных стенках при отжиге при 360°C в течение 24 ч (режим L) наблюдали зарождение преимущественно компактных дисперсоидов размерами 17–62 нм (средний размер 38 ± 5 нм) (рис. 4.23 а, б, г и д). Рефлексы на дифракциях характерны для оси симметрии пятого порядка (рис. 4.23 в и е), которая говорит о квазикристаллической структуре фазы, принадлежащей икосаэдрической I–фазе. Ось симметрии второго порядка квазикристаллов близка к оси зоны [110] алюминия (рис. 4.23е). Дисперсоиды имеют Эшби-Браун контраст в светлом поле, что характерно для когерентных или частично когерентных матрице частиц (вставка на рисунке 4.23г).

Более крупные продолговатые дисперсоиды с размерами 40–250 нм наблюдали после высокотемпературной обработки по режиму 2 (рис. 4.23ж, и). Дисперсоиды расположены по периферии дендритных ячеек. Эшби-Браун контраст и упорядоченные отражения на дифракционных картинах не наблюдали (рис. 4.23ж, з). Высокотемпературный отжиг при 500°C инициировал рост дисперсоидов и потерю их когерентности. Атомное соотношение элементов предполагает, что выделяется орторомбическая фаза Al_6Mn в которой атомы марганца частично замещены Fe и Cr.

Исследование спектров от ≈ 20 дисперсоидов показало схожий элементный состав дисперсоидов, полученных по двум режимам гомогенизационного отжига. Более мелкие дисперсоиды содержали Al, 7–12 мас.% Mn, 3–4 мас.% Fe и 0,5–0,9 мас.% Cr, а более

крупные дисперсоиды содержали Al, 18–20 мас.% Mn, 5–6 мас.%Fe и 1,1–1,4 мас.%Cr. Концентрации Mn, Fe и Cr значительно выше в дисперсоидах по сравнению с их концентрациями в сплаве, т.е. наблюдаемые квазикристаллические и кристаллические дисперсоиды содержали Al, Mn, Fe и Cr. Концентрация церия в дисперсоидах незначительная <0,2 мас.%, т.е. по сути его растворения в дисперсоидах не обнаружено. Определить точный состав дисперсоидов по данным используемого ЭДА нельзя из-за их малого размера и, как результат, повышенной концентрации алюминия в анализируемой области из-за сигнала от матрицы.

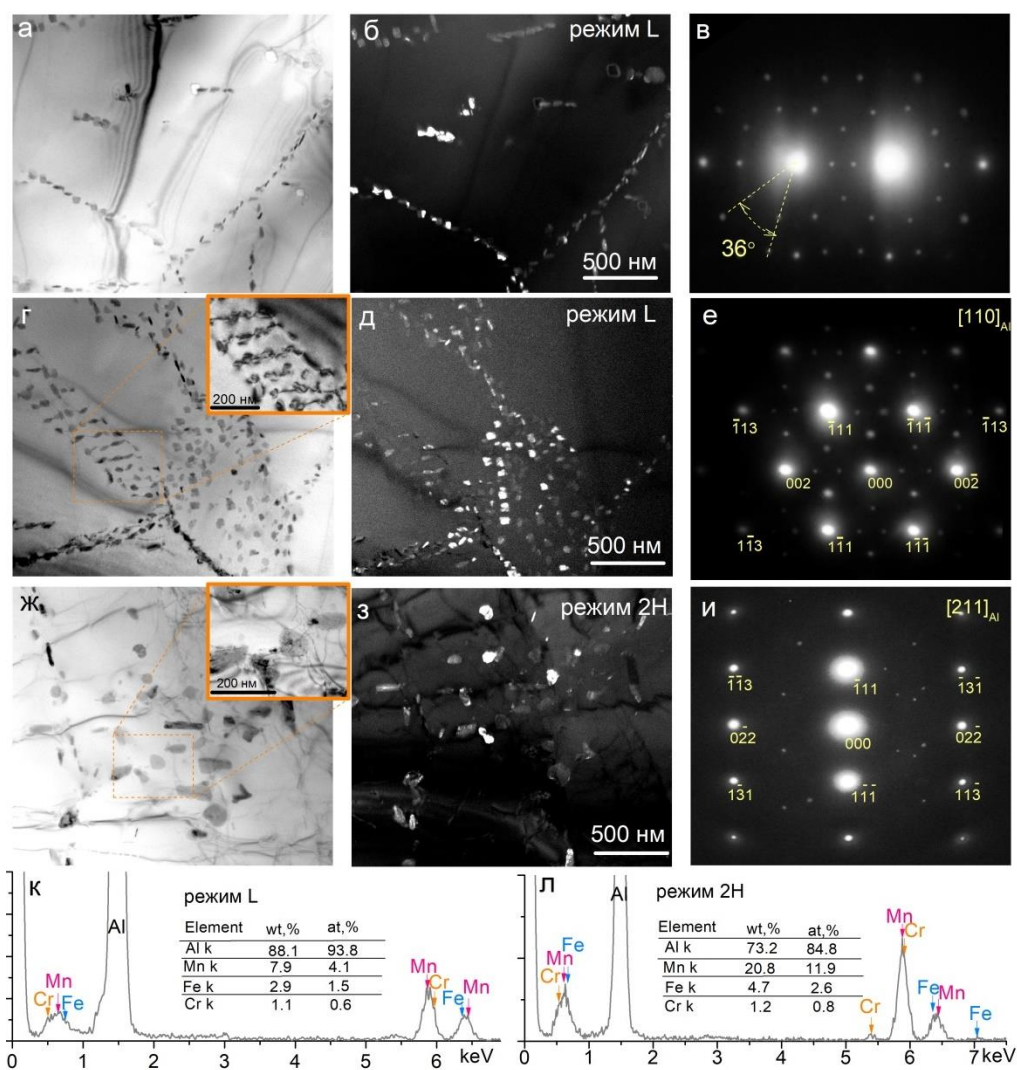


Рис. 4.23 – Микроструктуры образцов, которые были гомогенизированы по одноступенчатому режиму при 360°C (а–е) и по двухступенчатому режиму при 360°C и 500°C (ж–и), показывающие распределения дисперсоидов и их морфологию; светлое поле (а, г и ж), темное поле (б, д и з) и дифракционные картины (в, е, и), спектры частиц (к, л).

ПЭМ высокого разрешения показывают, что между дисперсоидами и алюминиевой матрицей существует ориентационная зависимость (рис. 4.24). На данных изображениях наблюдается Эшби-Браун контраст и муаровый контраст, а также как показано на рис. 4.24а соответствие между межатомными расстояниями алюминиевой матрицы и дисперсоидов, что подразумевает их частичную когерентность.

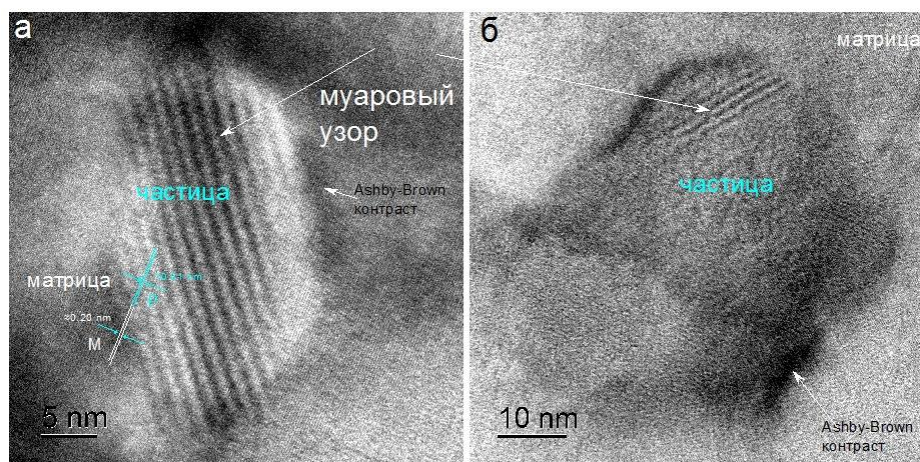


Рис. 4.24 – Изображения дисперсоидов в алюминиевой матрице в высоком расширении, полученные из образцов, отожженных при 360°C.

Сплав системы Al-Mg-Zr-Er. В листах сплава Al-Mg-Er-Zr после гомогенизационного отжига при 360°C, 24 часа и 420°C, 8 часов и деформационной обработки образуются компактные, когерентные алюминиевой матрице дисперсоиды $L1_2$ -фазы $Al_3(Er,Zr)$: на дифрактограмме видны запрещенные рефлекссы, свойственные $L1_2$ упорядоченной структуре (рис. 4.25в), наблюдается Ashby-Brown контраст (рис. 4.25г,д). Размер дисперсоидов равен 7–12 нм.

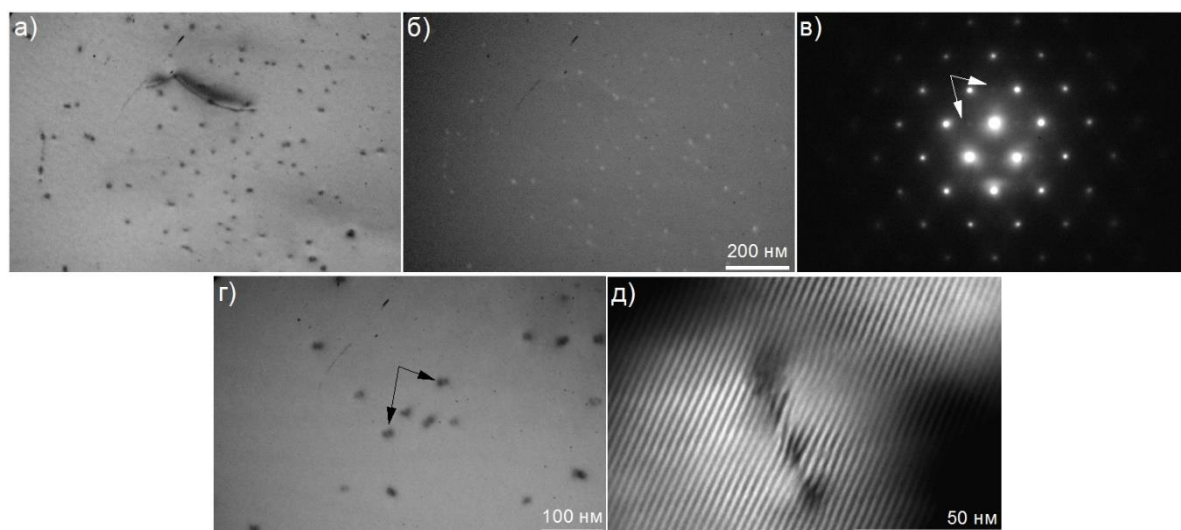


Рис. 4.25 – ПЭМ структура сплава Al-Mg-Er-Zr.

3.3.3 Влияние режима деформации на зеренную структуру листов исследуемых сплавов

После гомогенизационного отжига слитки сплавов Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr и Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr были подвергнуты прокатке при температуре $420\pm 20^{\circ}\text{C}$, а далее холодной прокатке по нескольким режимам:

Режим 1: прокатка при $400\pm 20^{\circ}\text{C}$ со степенью деформации 60%, прокатка при комнатной температуре со степенью деформации 65%, высокотемпературный рекристаллизационный отжиг при 500°C в течение 5 мин, прокатка при комнатной температуре со степенью деформации 60%.

Режим 2: прокатка при $400\pm 20^{\circ}\text{C}$ со степенью деформации 80%, прокатка при комнатной температуре со степенью деформации 65%.

Режим 3: прокатка при $400\pm 20^{\circ}\text{C}$ со степенью деформации 87%, прокатка при комнатной температуре со степенью деформации 50%.

Полученные листовые полуфабрикаты были подвергнуты отжигу при температурах 500 и 540°C в течении 20 минут, имитирующему нагрев и выдержку перед сверхпластической деформацией. Зеренная структура сплавов после такого отжига приведена на рисунках 4.26 и 4.27, а средний размер зерна приведен в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Средний размер зерна в полученных листовых полуфабрикатах после отжига 20 минут при 500°C (мкм)

Режим	T, °C	Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr	Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr
Режим 1	500	$4,8\pm 0,2$	$5,0\pm 0,2$
Режим 2	500	$5,8\pm 0,2$	част. нерекристалл
Режим 3	500	$6,4\pm 0,5$	част. нерекристалл
	540	$6,9\pm 0,5$	$6,3\pm 0,5$

В сплаве Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr с повышенным содержанием циркония (0,3%) после отжига при температуре 500°C формируется частично рекристаллизованная структура при получении листа по опробованным технологиям благодаря эффективному сдерживанию рекристаллизационных процессов частицами фазы Al_3Zr . Однако, большая доля нерекристаллизованного объема наблюдается в листах, полученных по режиму 3, где степень обжатия на конечной стадии получения листа не превышает 50%. В листах

сплавов Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr структура полностью рекристаллизованная. Режим 1 обеспечивает несколько более мелкое зерно, а значит и лучшие свойства, то есть для сплавов с добавками Mn и Cr лучше использовать большие степени обжатия при холодной деформации. При этом все сплавы с рекристаллизованной структурой, при одной технологии получения имеют близкие значения размера зерна.

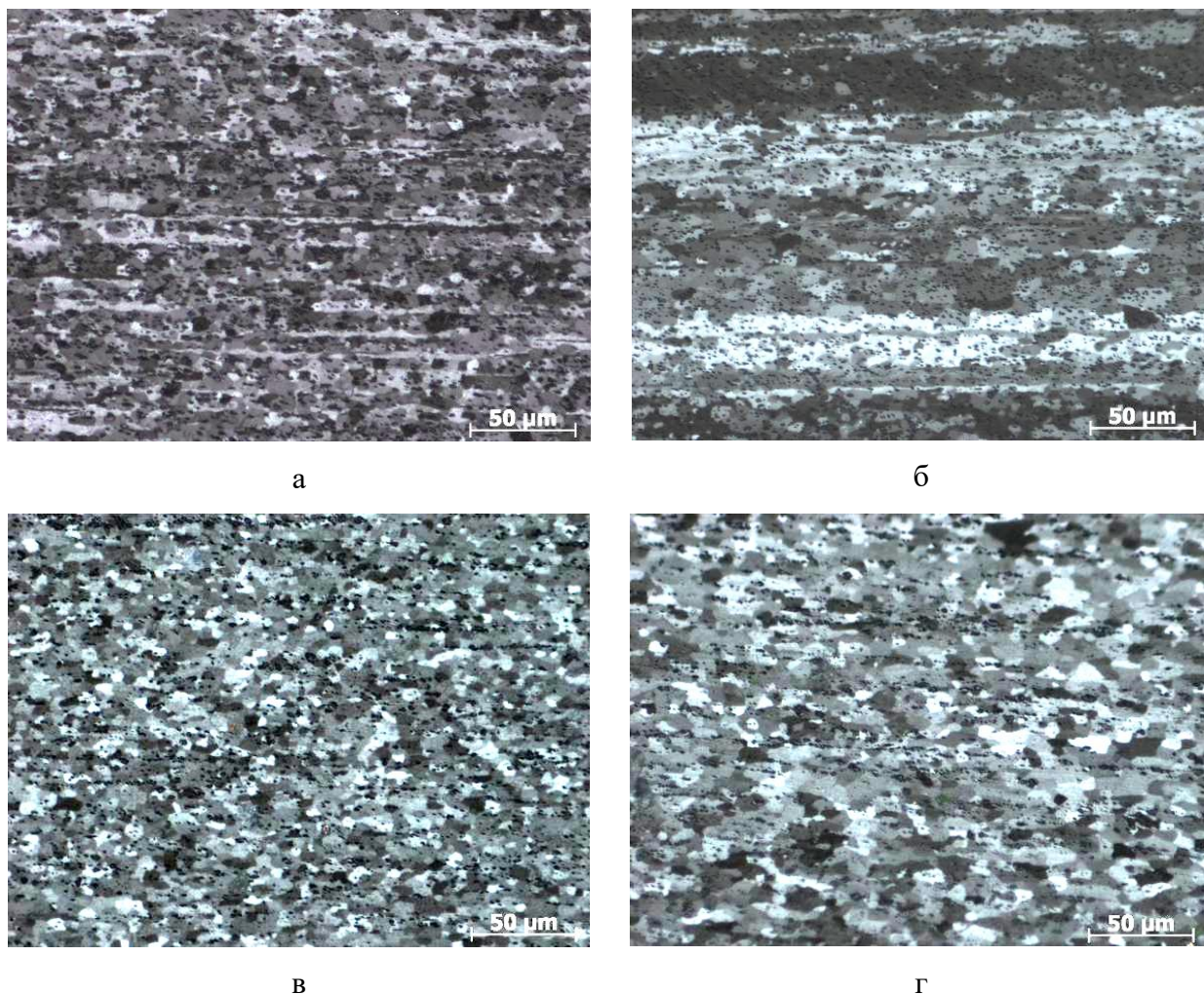


Рис. 4.26 – Структуры листов сплавов Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr (а,б) и Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr (в,г) после 20 минут отжига при 500°C. Режим 1 (а,в) и режим 2 (б,г)

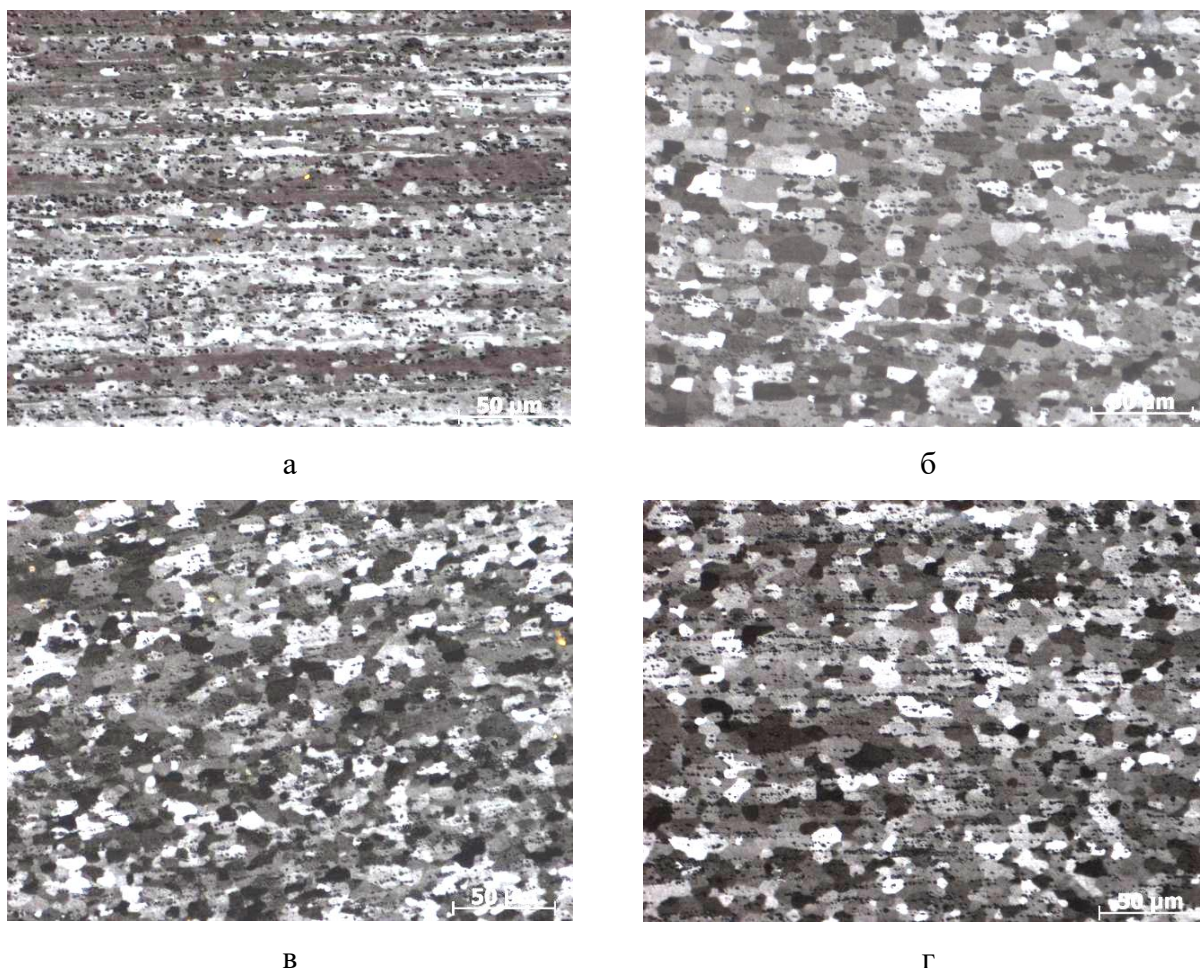
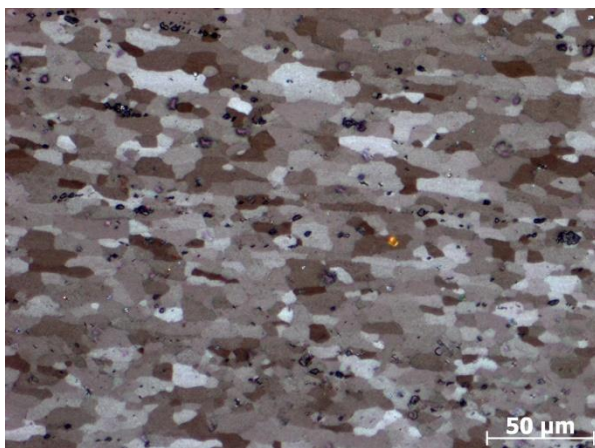


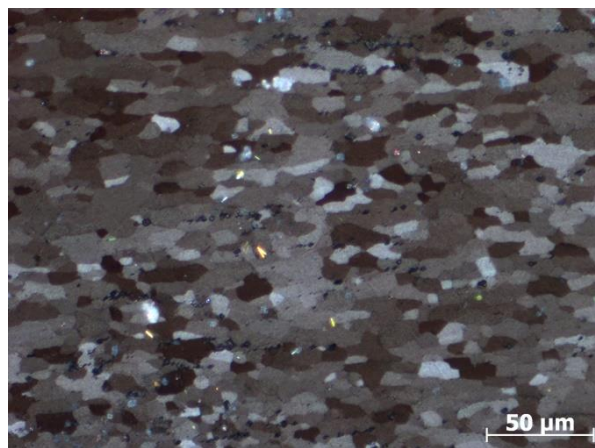
Рис. 4.27 – Структуры листов сплавов Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr (а,б) и Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr (в,г) после 20 минут отжига при температурах 500 (а,в) и 540°C (б,г). Режим 3.

Как видно из рисунка 4.27, нерекристаллизованная структура сохраняется в листах сплава состава Al-Mg-Fe-Ni-0,3%Zr при температуре 500°C. При температуре 540°C рекристаллизация проходит во всём объёме материала, средний размер формирующихся зёрен составляет $6,3 \pm 0,5$ мкм. Вероятнее всего при температуре 540°C происходит огрубление частиц фазы Al_3Zr , которые препятствуют статической рекристаллизации и последующему росту рекристаллизованных зёрен. Таким образом, с точки зрения сверхпластичности, температура 500°C должна обеспечить более высокие показатели, чем подсолидусная.

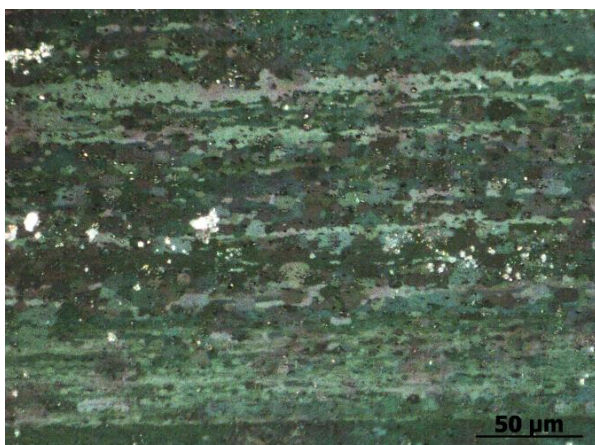
Так же были опробованы режимы 1 и 3 для сплавов Al-Mg-Mn-Cr и Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc. Структура в листах после рекристаллизационного отжига представлена на рисунках 4.28 и 4.29.



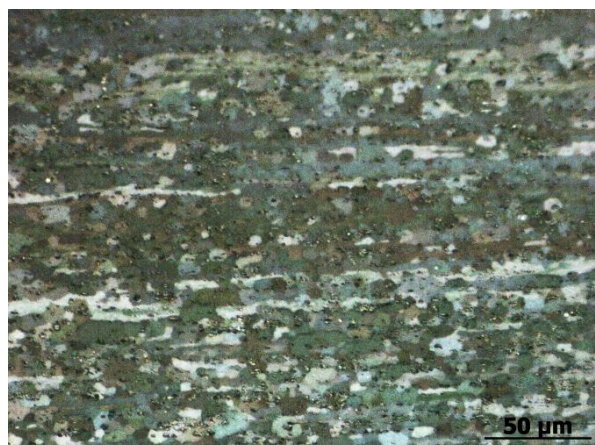
а



б



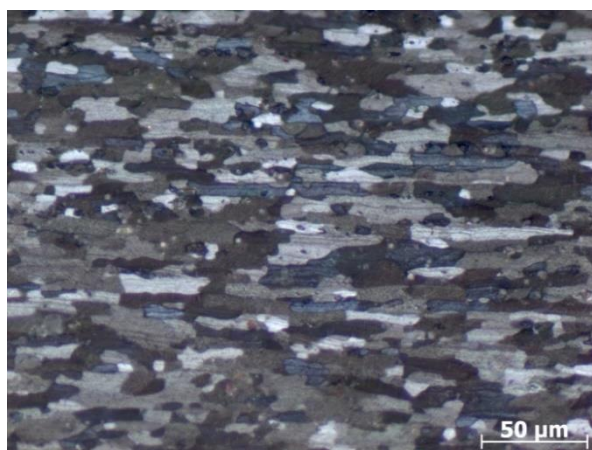
в



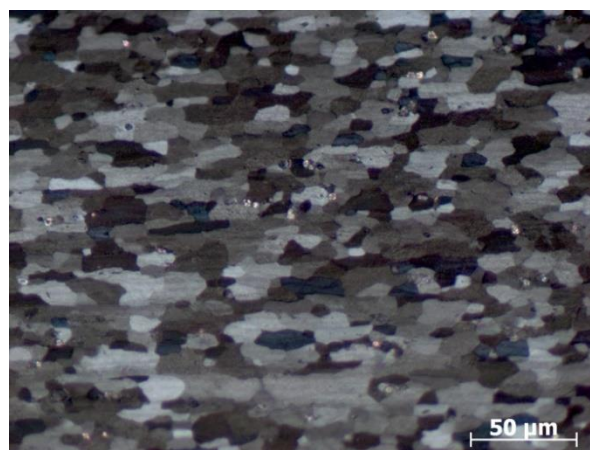
г

Рис. 4.28 – Структуры листов сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,б) и Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc (в,г) после 20 минут отжига при 500 (а,в) и 540°C(б,г). Режим 1.

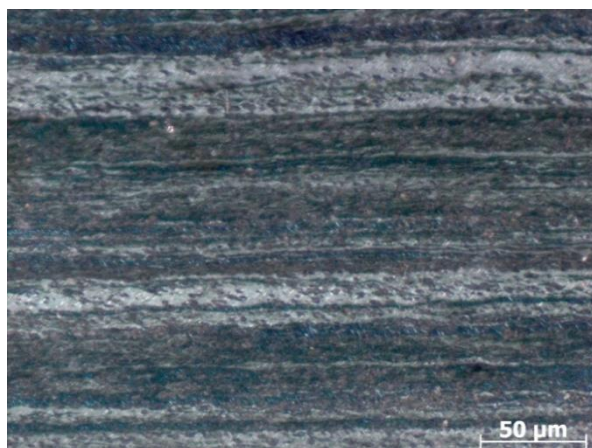
Размер зерна в сплаве Al–Mg–Mn–Cr, полученного по режиму 1 после рекристаллизационного отжига при $(0,92-0,97)T_{пл}$ равен 9–10 мкм. В листах, полученных по технологии 3, зерно вытянуто вдоль прокатки: размер зерна вдоль $12,8 \pm 0,5$ мкм с КФ = 2,4 при 460 °C, а при повышении температуры рекристаллизационного отжига до 540°C средний размер зерна равен $10,9 \pm 0,4$ мкм с КФ = 1,8. В листах сплава Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc, полученных по режиму 1, формируется частично рекристаллизованная структура с большой долей рекристаллизованного объёма. Применение же режима 3 с меньшей степенью обжатия при холодной прокатке, приводит к формированию нерекристаллизованной структуры при температурах до $0,97T_{пл}$.



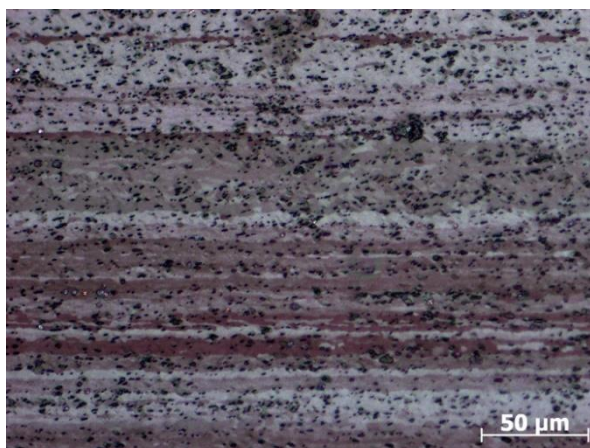
а



б



в



г

Рис. 4.29 – Структуры листов сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,б) и Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc (в,г) после 20 минут отжига при температурах 460 (а,в) и 540°С (б,г). Режим 3.

По результатам анализа микроструктуры листов сплавов, полученных по разным режимам, было решено, что в дальнейшем в работе сплавы с добавками Mn–Cr–(0,15Zr) будут получены по режиму 1, с большей степенью обжатия при прокатке при комнатной температуре. Сплавы, легированные 0,3%Zr или Zr,Sc будут получены по режиму 3 со степенью деформации при холодной прокатке не более 50%.

4.3.4 Анализ параметров частиц вторых фаз и зеренной структуры листовых заготовок

3.3.3.1 Сплавы легированные Mn и Cr в качестве основных дисперсоидообразующих элементов

Сплавы системы Al–Mg–Mn–(Cr). После деформационной обработки, как горячей (при 420°C), так и холодной, марганцовистые дисперсоиды значительно измельчаются. В сплаве с Al–Mg–Mn дисперсоиды с квазикристаллической структурой, полученные по низкотемпературной обработке сохраняют компактный размер после горячей прокатки (360°C) и имеют средний размер 40 ± 3 нм (рис. 4.30), а в листах, полученных по другим режимам гомогенизации или прокатанных при 420°C средний размер дисперсоидов составил 85 ± 5 нм (рис. 4.31). Отметим, что FFT картина демонстрирует типичную для дифракции I–фазы ось симметрии второго порядка (рис. 4.30).

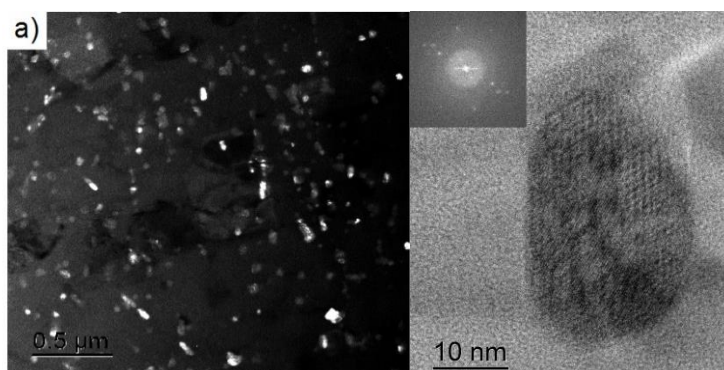


Рис. 4.30 – Дисперсоиды в листах после рекристаллизационного отжига сплава Al–Mg–Mn полученная на образцах после предварительного гомогенизационного отжига в течение 8 часов при 360°C и прокатанных при температуре 360°C.

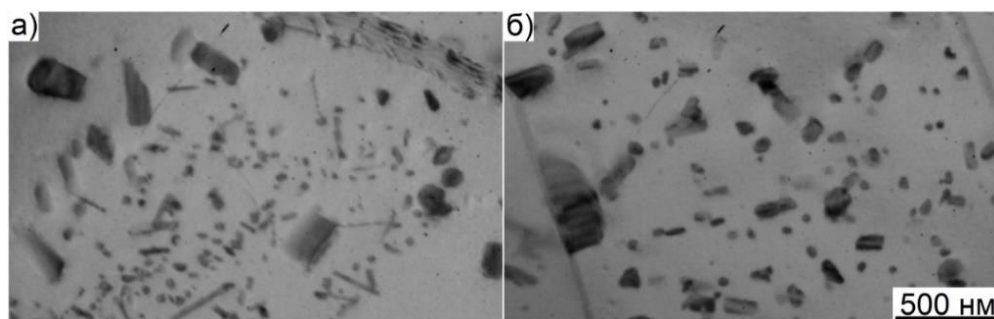


Рис. 4.31 – Дисперсоиды в листах после рекристаллизационного отжига сплава Al–Mg–Mn в образцах после предварительным гомогенизационного отжига в течение 8 часов при: 360°C (а), 450°C (б) прокатанных при температуре 420°C.

Микроструктура листов сплавов Al–Mg–Mn и Al–Mg–Mn–Cr после рекристаллизационного отжига при $0,97T_{пл}$ в течение 20 мин представлена на рисунке 4.32. В продольном направлении средний размер зерна в сплаве Al–Mg–Mn–Cr равен: и $12,8 \pm 0,5$ мкм, $10,4 \pm 0,4$ мкм, $9,5 \pm 0,3$ мкм для сплава Al–Mg–Mn–Cr соответственно. Таким образом, наименьший средний размер зерна наблюдали в сплаве с хромом, подвергнутом высокотемпературному отжигу, который обеспечивает, вероятно, более полный распад твердого раствора.

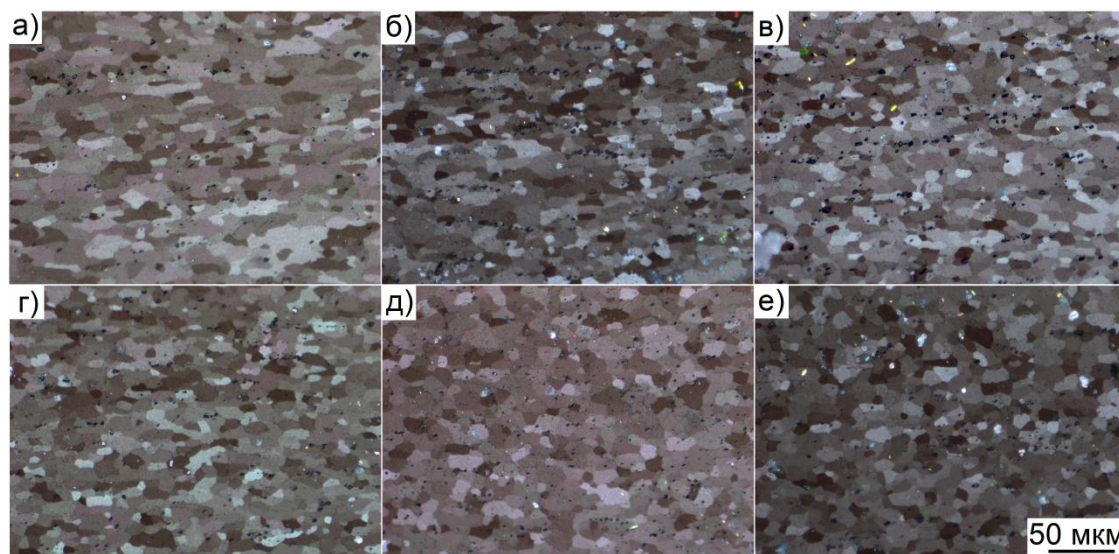


Рис. 4.32 – Зеренная структура в листах после рекристаллизационного отжига в течение 20 минут при 540°C: сплава Al–Mg–Mn–Cr (а,б,в) и сплава Al–Mg–Mn (г,д,е), полученные с предварительным гомогенизационным отжигом в течение 8 часов при: 360°C (а), 400°C (б), 450°C (в).

В сплаве же без хрома, наименьший размер размера наблюдается при предварительном более низкотемпературном гомогенизационном отжиге: $9,3 \pm 0,3$ мкм, $11,0 \pm 0,4$ мкм и $10,8 \pm 0,3$ мкм после отжига при 360, 400 и 450°C, соответственно (рис. 4.32). Зеренная структура листов после отжига при 400°C, при использовании гомогенизации при 360°C, 8 часов (и горячей прокатки при той же температуре) сохраняет нерекристаллизованное состояние (рис. 4.33а). В образцах, подвергнутых более высокотемпературной гомогенизации проходит рекристаллизация.

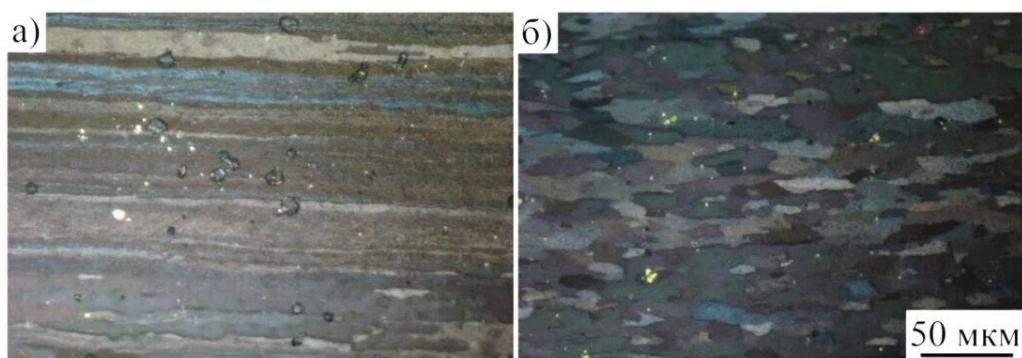


Рис. 4.33 – Зеренная структура в листах после рекристаллизационного отжига в течение 20 минут при 400°C сплава Al–Mg–Mn, полученные с предварительным гомогенизационным отжигом в течение 8 часов при: 360°C (а), 450°C (б).

Для сравнения был выбран промышленный лист сплава Alnovi–U. Зеренная структура сплава близка к равноосной со средним размером зерна $7,0 \pm 0,3$ мкм после рекристаллизационного отжига в течение 20 минут при 520°C (рис. 4.34).

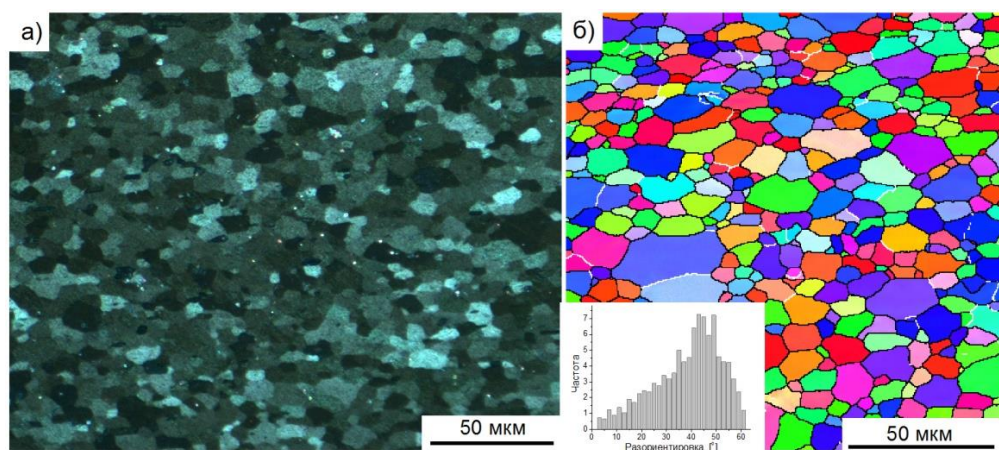


Рис. 4.34 – Зеренная структура в листах сплава Alnovi–U (а) и EBSD–карта зерен/субзерен (б) после отжига в течение 20 минут при 520°C.

Сплавы системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–(Zr). В процессе получения листов происходит изменение параметров эвтектических частиц и дисперсоидов сплава с повышенным содержанием магния Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr.

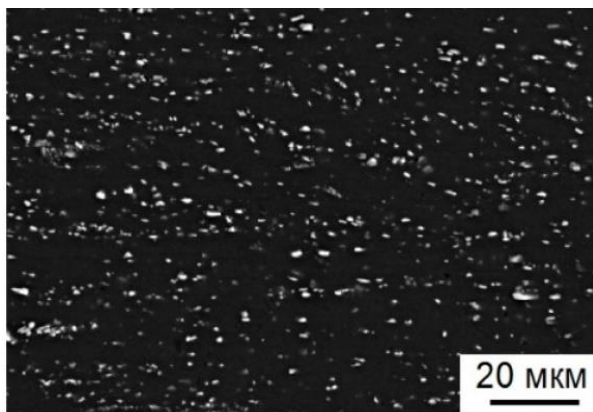


Рис. 4.35 – Микроструктура сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr после холодной деформации до 1 мм

Размер эвтектических частиц в холоднокатаном листе составил $0,6 \pm 0,1$ мкм, КФ увеличился до 0,8, объемная доля не изменилась, составив 7% (рис. 4.35).

Средний размер марганцовистых дисперсоидов после термомеханической обработки составил 75 ± 10 нм (рис. 4.36). Деление частиц возможно благодаря их фрагментации путем образования перетяжек и шеек в теле частиц (рис. 4.36б).

В результате чего частицы принимают округлую форму. Измельчение возможно и путем механического дробления (рис. 4.36а) [10].

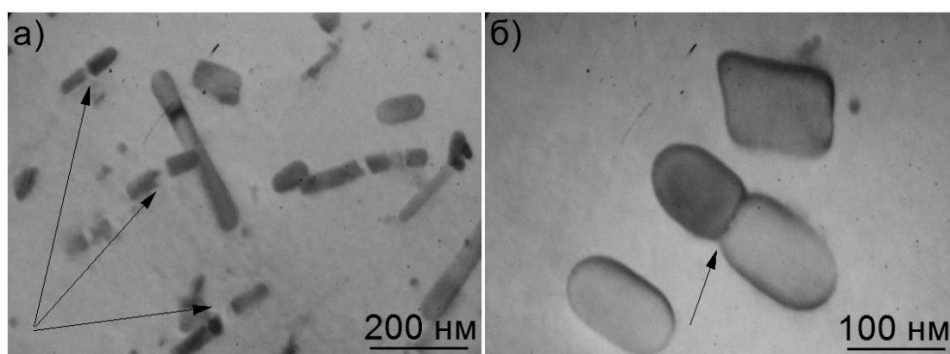


Рис. 4.36 – Частицы дисперсоидов в листах после термомеханической обработки.

Отжиг холоднокатаных листов при температуре 540°C в течение 20 мин формирует практически равноосную рекристаллизованную структуру со средним размером зерна $3,9 \pm 0,3$ мкм (рис. 4.32а). Анализ EBSD карт показал, что в структуре сплава присутствуют в основном высокоугловые границы (обозначены черным цветом на рис. 4.37а) и $\approx 10\%$ малоугловых границ. Зерно в сплаве Al–5,8Mg–Ni–Fe без дисперсоидообразующих элементов имеет средний размер $8,6 \pm 0,4$ мкм (рис. 4.37б)

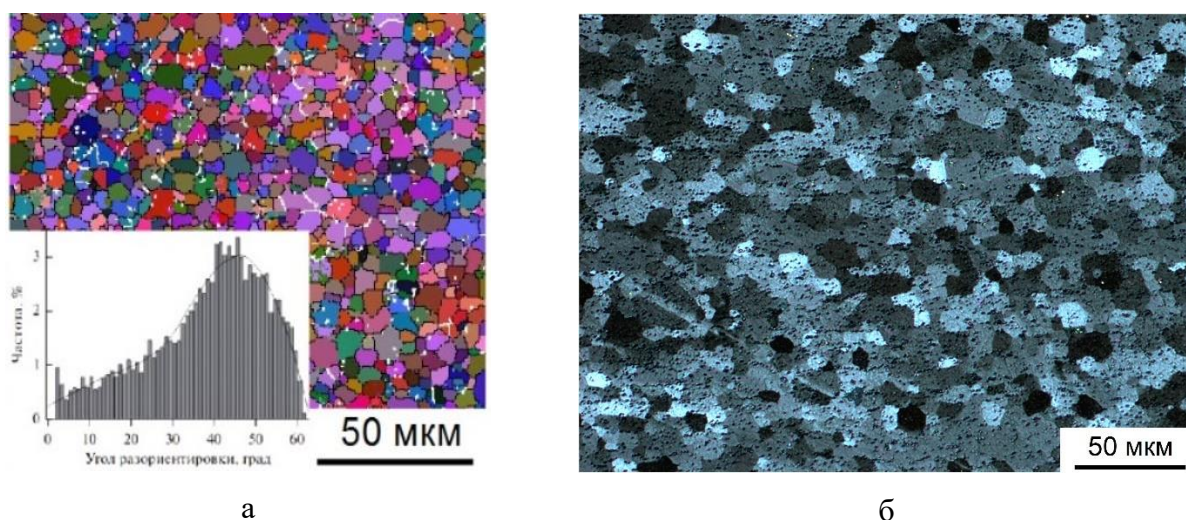


Рис. 4.37 –EBSD–карта зерен/субзерен сплава Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (а) и микроструктура сплава Al–5,8Mg–Ni–Fe (б) после 20 мин отжига при 540°С.

При уменьшении содержания магния в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr до 4,8Mg средний размер зерна увеличивается до $4,7 \pm 0,3$ мкм (рис. 4.38а). В сплаве того же состава без добавки циркония размер зерна составил $6,0 \pm 0,4$ мкм (рис. 4.38б).

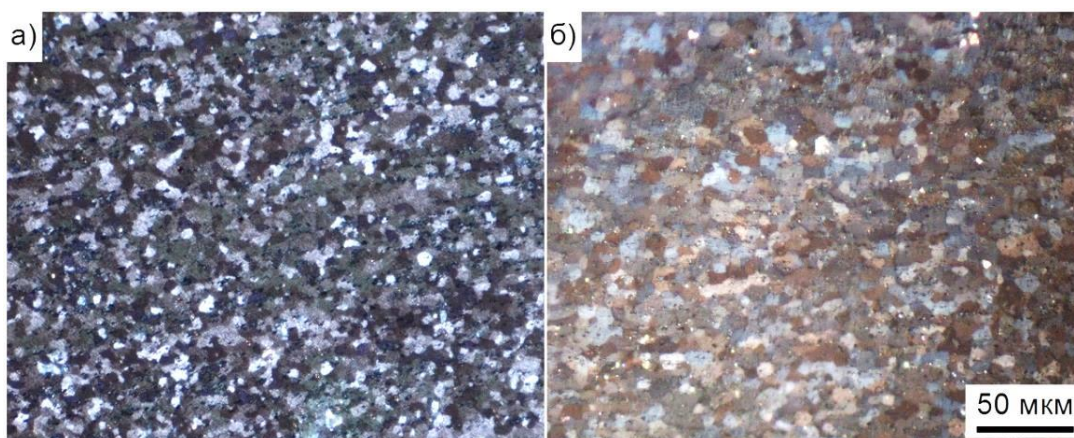


Рис. 4.38 – Микроструктура сплавов Al–4.8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr с 0,15 Zr (а) и без Zr (б).

При введении в технологическую цепочку получения листа промежуточного гетерогенизационного отжига при $0,9T_{\text{сольвуса}}$ средний размер зерна в сплаве Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr несколько увеличивается с $4,9 \pm 0,1$ до $6,1 \pm 0,7$ мкм, соответственно (рис. 4.39). Структура в случае применения гетерогенизации более неоднородна отметим, что в сплавах без Fe Ni и с аналогичным содержанием магния такой неоднородности не наблюдали (глава 3), а гетерогенизация приводила к значительному уменьшению среднего размера зерна. Вероятно, отжиг снимает наклеп, но не обеспечивает дополнительных мест

для зарождения новых зерен в сплаве с более крупными частицами твердых эвтектических фаз с Fe и Ni.

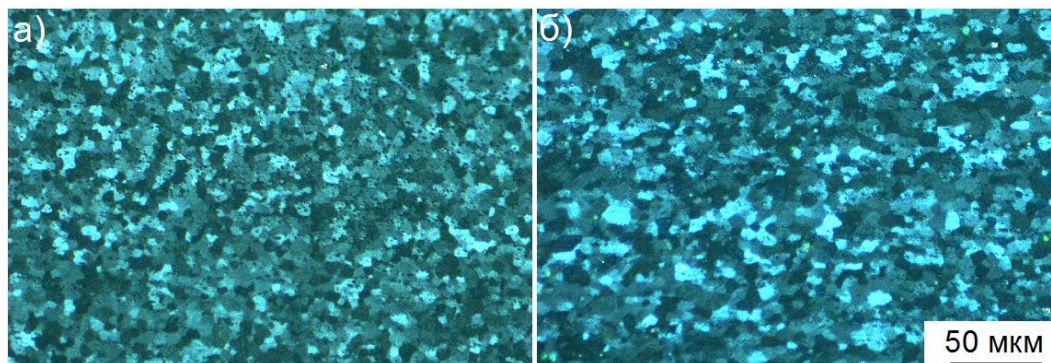


Рис. 4.39 – Микроструктура листов сплава Al–5.8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr, полученных по стандартной технологии (а) и с применением гетерогенизационного отжига (б).

Сплавы Al–Mg–Fe–Ce–(Mn–Cr). В сплаве системы Al–Mg–Ce–Fe после горячей и холодной прокатки средний размер частиц в листах толщиной 1 мм равен $0,7 \pm 0,1$ мкм, а их объемная доля $4 \pm 1\%$. Полностью рекристаллизованная зеренная структура была сформирована после отжига при 500 и 540°C, а средний размер зерен составил $7,8 \pm 0,5$ и $8,3 \pm 0,5$ мкм, соответственно (рис. 4.40).

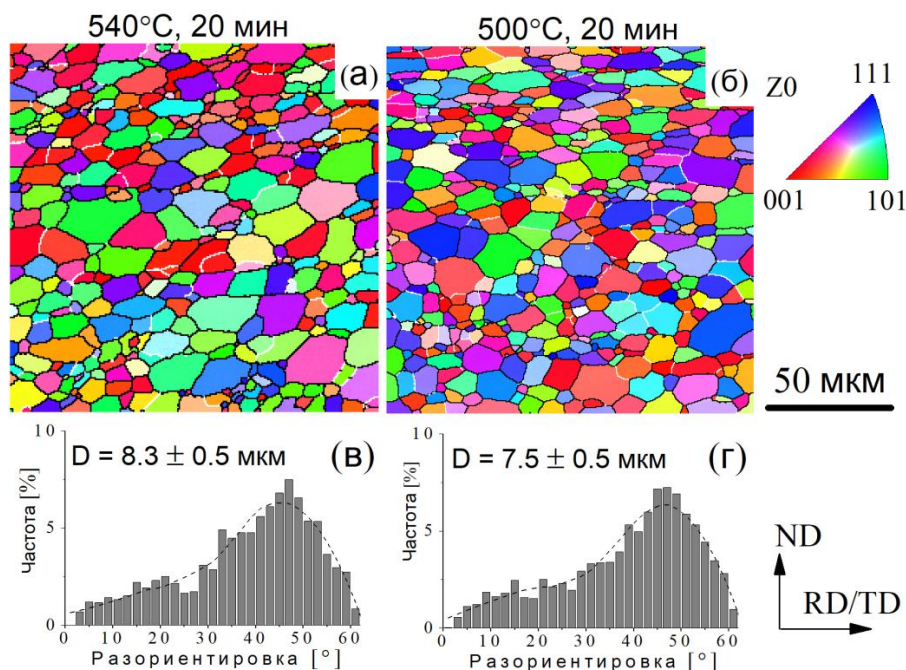


Рис. 4.40 – Зеренная структура листов после 20 мин отжига при температурах 500 и 540°C в сплаве системы Al–Mg–Ce–Fe.

Зерна были вытянуты в направлении прокатки с КФ 0,8. Стоит отметить, что средний размер зерна более 50 мкм был получен у аналогично полученных листов сплава Al–4,9Mg не содержащего частиц вторых фаз (рис.3.2). Таким образом, добавки только эвтектикообразующих Ce и Fe, образующие крупные частицы размером 0,2–1,5 мкм, обеспечили микроструктуру, которая примерно в пять раз более дисперсна, чем в двойном магнелии.

В сплаве Al–Mg–Ce–Fe с добавками дисперсоидообразующих элементов Mn и Cr после термомеханической обработки эвтектические частицы распределены равномерно по толщине листа (рис. 4.41). Они имели средний размер $0,8 \pm 0,1$ мкм, объемную долю $5 \pm 1\%$ и КФ=0,8 независимо от режима гомогенизации.

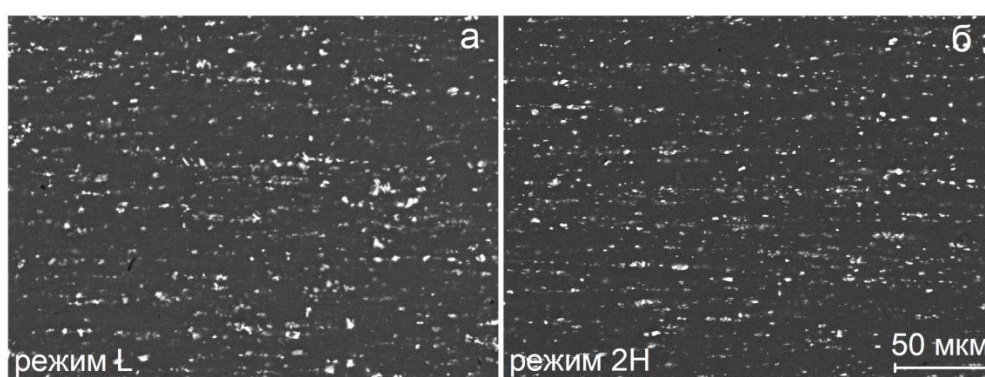


Рис. 4.41 – Микроструктура холоднокатаных листов, которые были предварительно гомогенизированы при 360°C (а) и 360 + 500°C (б).

Перед СПД сплав Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr имеет полностью рекристаллизованную структуру после отжига в течение 20 мин при 500–540°C (рис. 4.42). Зеренная структура равноосная и однородная. В листе, предварительно гомогенизированном по двухступенчатому режиму с высокотемпературной второй ступенью (2Н), зерна имеют КФ 0,90 и средний размер зерен $5,3 \pm 0,2$ мкм при 540°C, соответственно (рис. 4.42в). Режим L обеспечивает более мелкое рекристаллизованное зерно со средним размером $4,7 \pm 0,2$ мкм при 540°C (рис. 4.42а) и КФ 0,9. В листах сплава из слитка, полученного с меньшей скоростью охлаждения (3К/с) и гомогенизированного по низкотемпературному режиму L размер зерна не сильно отличался и равен $4,5 \pm 0,2$ мкм (рис. 4.42б).

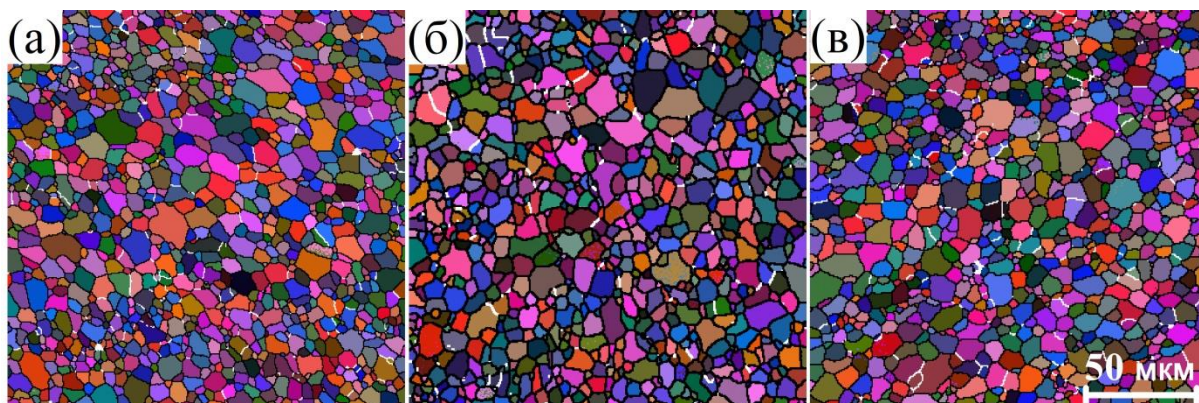


Рис. 4.42 – Карты EBSD листов, которые отожжены при 360°C (а,б) и 360 + 500°C (в) после 20 мин рекристаллизационного отжига при 540°C листов, полученных методом наполнительного литья (15К/с) (а,в) и методом полунепрерывного литья (3К/с) (б).

Структура в листах сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr полученных на алюминии марки А85 перед СПД представлена мелкими равноосными зернами, со средним размером зерна $4,4 \pm 0,2$ и $7,0 \pm 0,3$ мкм, соответственно (рис. 4.43). Как видно, размеры зерна для Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr не существенно отличаются от размера зерна сплавов, полученных с использованием более чистого алюминия, для Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr сплава наблюдается более грубая структура.

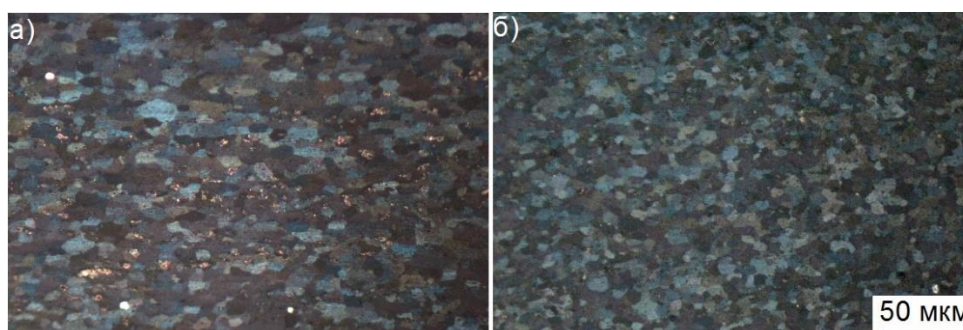


Рис. 4.43 –Микроструктура листов перед СПД сплава Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (а) и Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (б) на алюминии марки А85.

4.3.3.2 Сплавы, легированные в качестве дисперсоидообразующих элементов Zr, Sc, Er

Сплавы системы Al–Mg–Ni–Fe–(Zr–Sc). Размер частиц Al_9FeNi анализировали после различных режимов гомогенизационного отжига и последующей горячей и холодной прокатки (рис. 4.44). Режимы гомогенизационного отжига не повлияли на

морфологию частиц эвтектического происхождения, и во всех случаях их средний размер составил $0,9 \pm 0,1$ мкм, объёмная доля 6%.

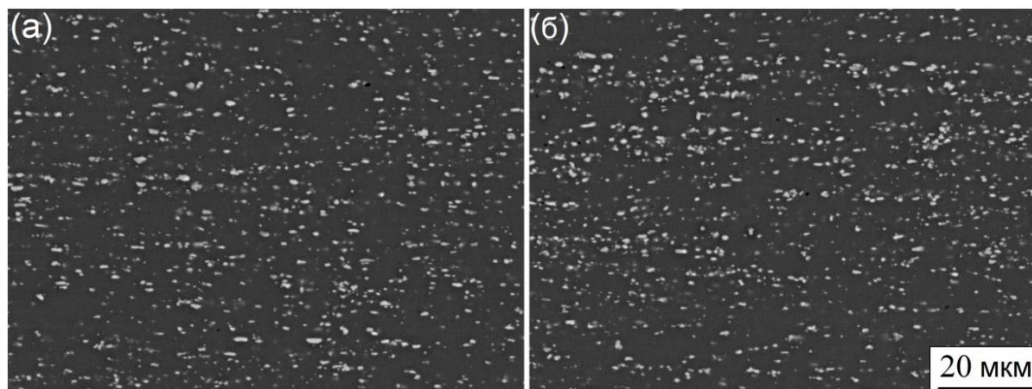


Рис. 4.44 – Микроструктура холоднокатаных листов: одноступенчатый режим (а); двухступенчатый режим (б).

Листы сплава Al–Mg–Ni–Fe с 0,3% Zr были отожжены при температуре 500 и 540°C 20 мин. В образцах формируется полностью рекристаллизованная структура после отжига при более высокой температуре со средним размером зерна $7,5 \pm 0,5$ мкм (рис. 4.45а), а после отжига при 500°C формируется частично нерекристаллизованная структура (рис. 4.45б).

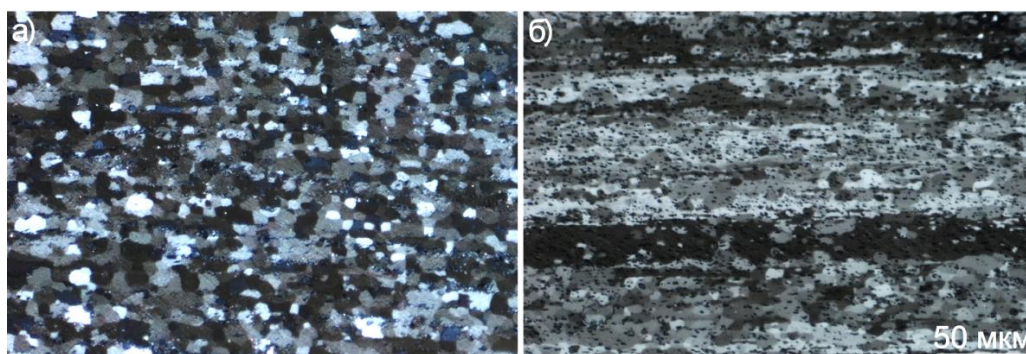


Рис. 4.45 – Микроструктура сплава Al–Mg–Ni–Fe–0,3Zr после отжига 20 мин при температурах 540 (а) и 500°C (б).

Холоднокатаные листы сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc, предварительно обработанные по различным режимам гомогенизационного отжига, выдерживали при температуре 540°C в течение 20 мин. Частично нерекристаллизованная структура сформировалась при всех четырех режимах гомогенизационного отжига (рис. 4.46).

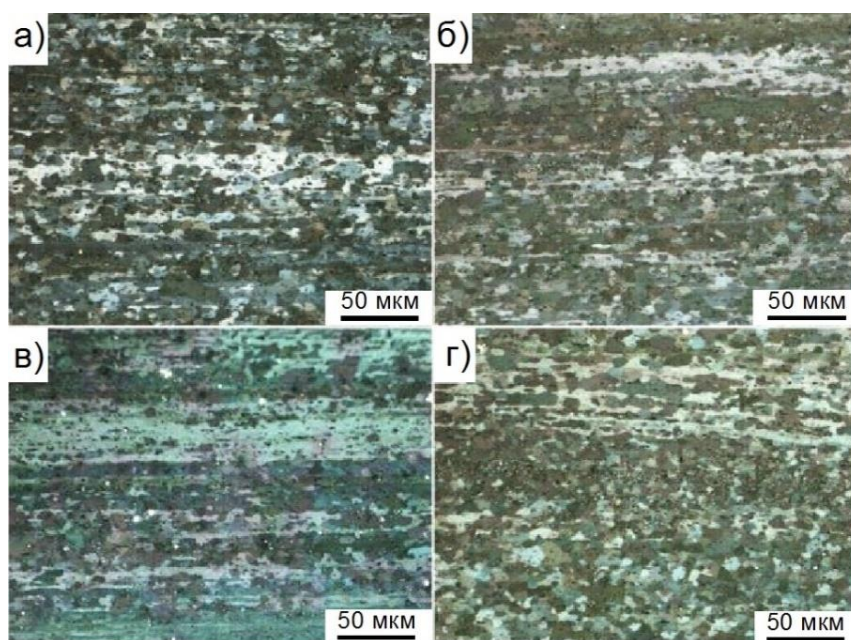


Рис. 4.46 – Зеренная структура листов после 20 мин отжига при температуре 540°C:
режим А (а); режим В (б); режим С (в); режим D (г).

Листы, обработанные по двухступенчатому режиму С, продемонстрировали наибольшую долю нерекристаллизованных зерен (рис. 4.47в) в сравнении с другими режимами обработки, что возможно за счет большей доли дисперсоидов.

При отжиге в течение 20 мин при 460°C в сплавах с 0,05–0,1%Sc образуется преимущественно нерекристаллизованная зеренная структура с высокой долей малоугловых границ и средним размером фрагментов $3,6 \pm 0,2$ мкм при 0,1Sc (рис. 4.47в).

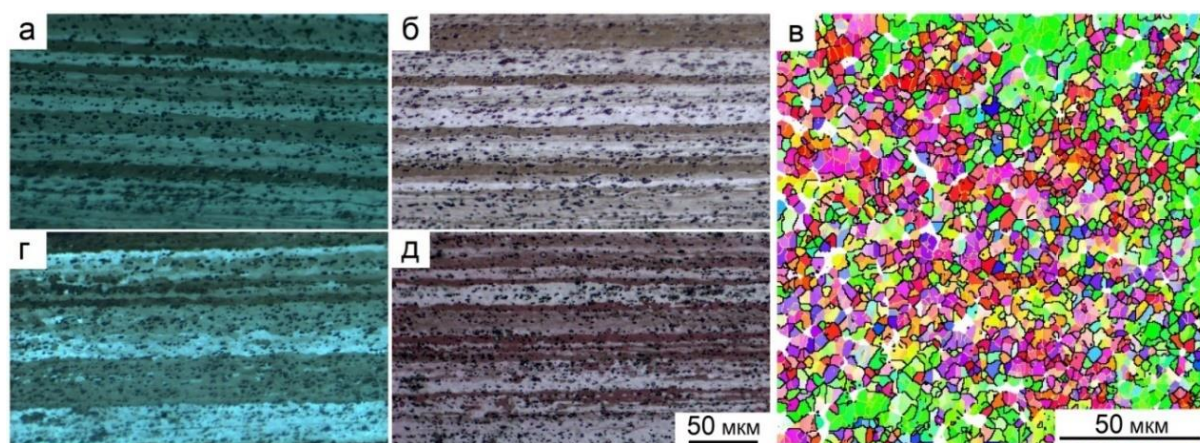


Рис. 4.47 – Зеренная структура листов сплавов после 20 мин отжига при температурах 460 (а,б,в) и 540°C (г,д) сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,05Sc (а,г) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc (б,д); EBSD карта сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc по режиму С, 20 мин, 460°C (в).

Сплавы системы Al–Mg–Ce–Fe–(Zr–Sc). В сплавах Al–Mg–Ce–Fe с 0,3Zr и 0,2Zr\0,1Sc структура перед началом сверхпластической деформации частично рекристаллизованная. В сплаве с 0,3Zr при температуре 500°C доля рекристаллизованного объема $\approx 50\%$, а размер зерна в рекристаллизованном объеме равен $5,5 \pm 0,3$ мкм (рис. 4.48а). В сплаве с добавкой скандия структура сохраняет около 90% нерекристаллизованного объема при 500°C (рис. 4.48б).

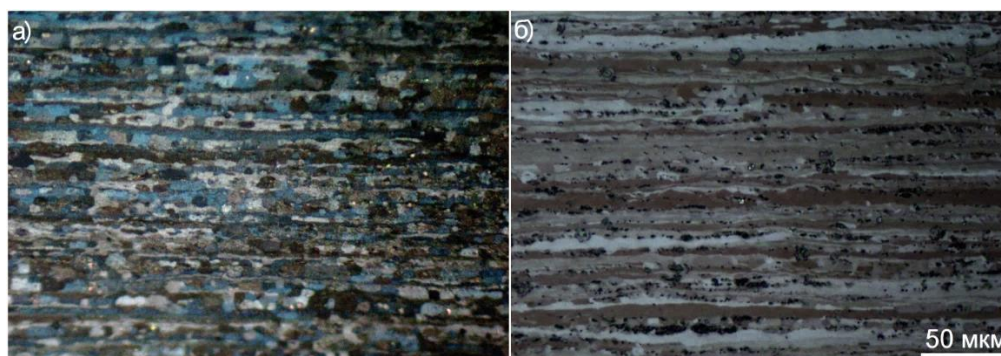


Рис. 4.48 – Микроструктура перед СПД при 500°C, 20 мин сплава Al–Mg–Ce–Fe–Zr (а) и Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc (б).

Сплав системы Al–Mg–Er–Zr. В листах сплава с добавками Er и Zr после рекристаллизационного отжига при температуре 480°C в течение 20 мин, формируется частично рекристаллизованная ($\approx 70\%$) структура (рис. 4.49) со средним размером рекристаллизованного зерна $4,6 \pm 0,2$ мкм.

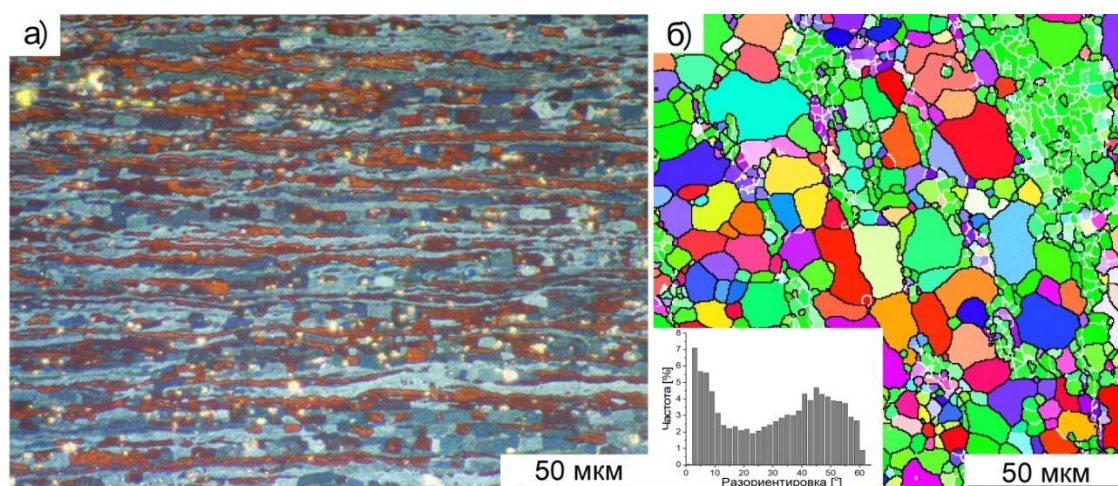


Рис. 4.49 – Микроструктура сплава Al–Mg–Er–Zr, 480°C, 20 мин: световой микроскоп (а), EBSD карта (б)

Таким образом, эвтектические частицы демонстрируют высокую термическую стабильность, сохраняя размер около 1 мкм после гомогенизации и деформации. Средний

размер зерна во всех сплавах не превышает 10 мкм, а в сплавах с добавками 0,3 Zr; 0,2 Zr\0,1Sc и 0,3Er\0,3Zr формируется частично или полностью нерекристаллизованная структура.

Выводы по главе 4

1. Исследуемые сплавы имели гетерогенную структуру с матрицей из алюминиевого твердого раствора и объёмной долей фаз эвтектического происхождения около 2% в сплавах Al–Mg–Mn–(Cr) и Al–Mg–Er–Zr, и 4–7% в сплавах с добавками Fe, Ni или Fe, Ce. Средний размер частиц вторых фаз эвтектического происхождения после гомогенизационного отжига составил 0,8–1,6 мкм, а после термомеханической обработки, включающей горячую и холодную прокатку 0,6–0,9 мкм.
2. Установлено, что в исследуемых сплавах Al–(4,8–5,8)%Mg–(0,6–0,9)%Fe–(0,9–1,0)%Ni с добавками 0,6%Mn, (0,1–0,15)%Cr или 0,1%Sc, (0,1–0,2)%Zr при условии литья со скоростями охлаждения 3–15K/с преимущественно кристаллизуется фаза Al₉FeNi эвтектического происхождения и алюминиевый твердый раствор. В исследуемом сплаве Al–4,8Mg–0,6Fe–0,8Ce в литом состоянии кроме твердого раствора на основе алюминия обнаружены фазы Al₁₁Ce₃ и Al₁₀CeFe₂, а при добавлении в сплав (0,6–0,7)%Mn и (0,1–0,15)%Cr кристаллизуются фазы Al₂₀Mn₂Ce, Al₁₀Fe₂Ce и Al₁₃Fe₄, при этом хром растворяется в фазе Al₂₀Mn₂Ce, а Mn в фазах Al₁₀Fe₂Ce и Al₁₃Fe₄ без изменения типа кристаллической решетки.
3. Показано, что сплавах Al–4,8Mg–0,6Fe–0,8Ce и Al–5,8Mg–0,5Fe–1,0Ni не содержащих дисперсоидообразующих элементов после рекристаллизационного отжига холоднокатаных листов формируется рекристаллизованная структура со средним размером зерна 8,3±0,5 мкм и 8,6±0,7 мкм, соответственно, что в 7 раз меньше, чем средний размер зерна в двойном сплаве Al–Mg с близким содержанием магния и режимом получения листа, т.е. наличие крупных труднодеформируемых частиц Fe–, Ce– и Ni содержащих фаз способствует формированию микрозеренной структуры в листах сплавов Al–Mg.
4. В исследуемых сплавах системы Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–(Zr) при термомеханической обработке формируются марганцовистые дисперсоиды со средним размером 75±10 мкм, а при дополнительном введении Zr когерентные алюминиевой матрице дисперсоиды фазы Al₃Zr со средним размером 15±1 нм. Наличие таких дисперсоидов совместно с частицами Al₉FeNi эвтектического происхождения приводит к формированию после отжига

холоднокатанных листов при $0,97T_{пл}$, равноосной микрозеренной структуры в сплавах со средним размером зерна от 4 до 6 мкм в зависимости от состава. Применение технологии с промежуточным гетерогенизационным отжигом не обеспечивает уменьшения размера рекристаллизованного зерна.

5. Показано, что в процессе гомогенизационного отжига сплава $Al-4,8Mg-0,6Fe-0,8Ce-0,6Mn-0,1Cr$ в течении 24ч при температуре $360^{\circ}C$ выделяются дисперсоиды квазикристаллической марганцовистой фазы средним размером 38 ± 5 нм, содержащие кроме алюминия и марганца, железо и хром. При повышении температуры гомогенизации до $500^{\circ}C$ выделяется фаза типа Al_6Mn со размерами частиц 40–250 нм, в которой также обнаружено растворение железа и хрома. После термомеханической обработки, включающей горячую и холодную прокатку и рекристаллизационный отжиг при $0,97T_{пл}$ в случае предварительной низкотемпературной гомогенизации средний размер зерна составляет $4,7 \pm 0,2$ мкм, а в случае высокотемпературного отжига $5,3 \pm 0,2$ мкм.
6. Установлено, что сплаве $Al-4,9Mg-1,2Mn$ в процессе низкотемпературного гомогенизационного отжига при $360^{\circ}C$ в течении 8 ч из пересыщенного алюминиевого раствора выделяется квазикристаллическая марганцовистая I-фаза со средним размером дисперсоидов 40 ± 3 нм. Дисперсоиды обеспечивают формирование нерекристаллизованной структуры после отжига холоднокатанных листов до температуры $400^{\circ}C$. При повышении температуры отжига холоднокатанных листов до $540^{\circ}C$ формируется рекристаллизованная зеренная структура со средним размером зерна $9,3 \pm 0,3$ мкм.
7. В сплаве $Al-4,8Mg-0,9Fe-0,9Ni-0,2Zr-0,1Sc$ после одноступенчатого низкотемпературного гомогенизационного отжига при температуре $400^{\circ}C$ обнаружены дисперсоиды метастабильной $L1_2$ фазы $Al_3(Sc,Zr)$, образованные как по непрерывному, так и прерывистому механизмам распада пересыщенного твердого раствора. Прерывисто сформированные веерообразные частицы обнаружены вблизи высокоугловых границ зерен. Непрерывно образующиеся дисперсоиды компактной формы формировались вблизи дислокаций и малоугловых границ зерен.
8. В сплаве $Al-4,8Mg-0,9Fe-0,9Ni-0,2Zr-0,1Sc$ после двухступенчатых режимов отжига с высокотемпературной второй ступенью при $470-500^{\circ}C$ не обнаружено веерообразных частиц, а только непрерывно образующиеся дисперсоиды фазы $Al_3(Sc,Zr)$, вблизи дислокаций, малоугловых границ зерен и в свободных от дислокаций участках. Высокая плотность дисперсоидов средним размером 14 ± 1 нм формировалась при двухступенчатом

режиме отжига 400°C и 470°C. Повышение температуры превой ступени до 430°C, второй ступени до 500°C привело к росту среднего размера дисперсоидов до 20 ± 2 нм.

9. В сплавах системы Al–Mg с добавками Fe и Ni или Ce и Fe, легированных совместно 0,2%Zr и 0,3%Er, 0,2%Zr и (0,05–0,1)%Sc благодаря формированию при гомогенизационном отжиге наноразмерных когерентных дисперсоидов Al_3Zr , $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$ и $\text{Al}_3(\text{Er}, \text{Zr})$ после отжига прокатанных листов при $0,87\text{--}0,92T_{\text{пл}}$ формируется преимущественно нерекристаллизованная зеренная структура.
10. Показано, что для формирования наиболее однородной мелкозернистой структуры сплавы, легированные Мп в качестве дисперсоидобразующего элемента, необходимо получать по технологии с повышенным обжатием при холодной прокатке, а для сплавов с основными дисперсоидообразующими элементами Zr, Sc обжатие при холодной прокатке не должно превышать 50% для формирования нерекристаллизованно/частично нерекристаллизованной структуры перед началом сверхпластической деформации.

Глава 5. Исследование влияния эвтектикообразующих элементов на показатели сверхпластичности сплавов

5.1 Сплавы с исходной рекристаллизованной структурой

5.1.1 Промышленный сплав Alnovi–U

Разрабатываемые сплавы сравнивали со сплавом Alnovi–U, используемым сейчас в промышленности для сверхпластической формовки при повышенных скоростях. Данный сплав имеет широкий диапазон температур формовки, однако, лучшие показатели СП проявляет при температурах 500–520°C. Как показали испытания со скачковым повышением скорости деформации, при этих температурах показатель m максимально смещен в сторону более высоких скоростей деформации и оптимальная скорость деформации на уровне 10^{-3} с^{-1} (рис. 5.1б). При этом показатель m больше 0,3 до скорости деформации 10^{-2} с^{-1} .

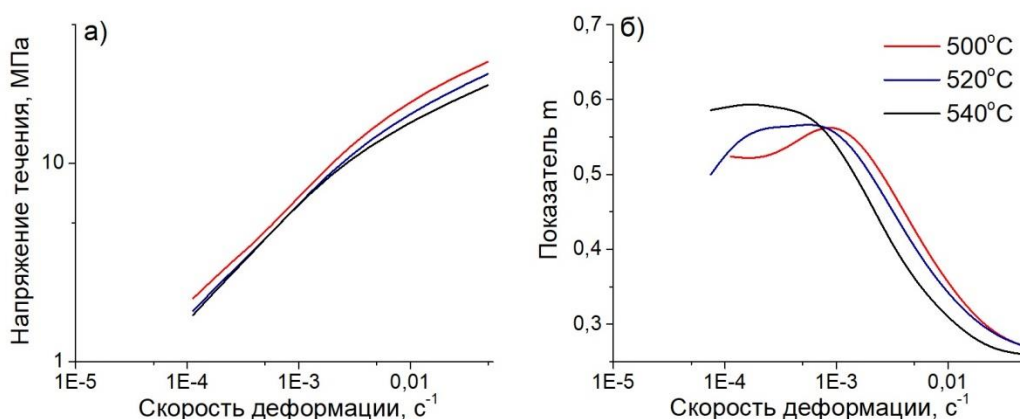


Рис. 5.1 – Зависимость напряжения течения (а) и зависимость показателя скоростной чувствительности m (б) от скорости деформации сплава Alnovi–U.

Относительное удлинение достигает 250–300% при скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, однако, при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} относительное удлинение равно 200–250% (рис. 5.2).

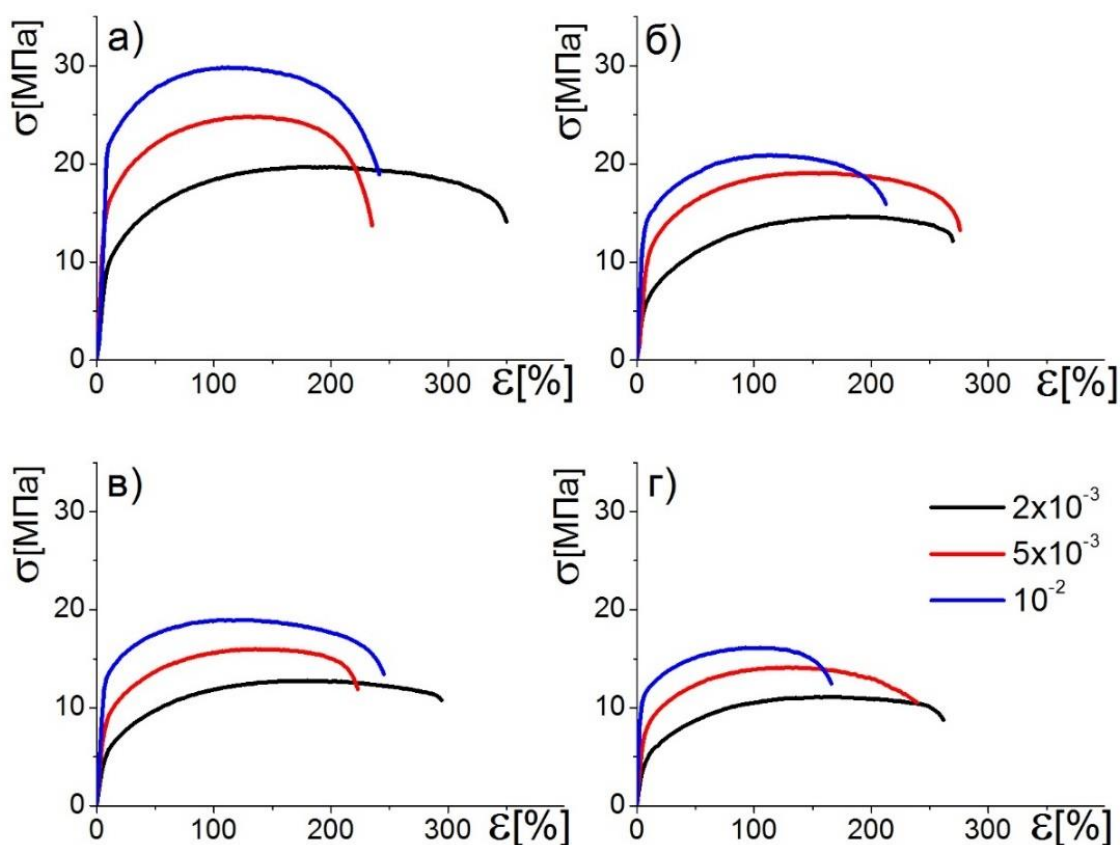


Рис. 5.2 – Относительное удлинение сплава Al-0.1%Ni при разных скоростях деформации и температурах: 460°C (а), 500°C (б), 520°C (в), 540°C (г).

5.1.2 Анализ показателей сверхпластичности экспериментальных сплавов

Первая группа исследуемых сплавов с добавками Mn и Cr имела полностью рекристаллизованную структуру перед СПД.

Сплавы Al-Mg-Mn(-Cr). Образцы из листов сплава системы Al-Mg-Mn-Cr, полученные по разным режимам гомогенизации, испытывали для определения оптимального режима отжига с точки зрения улучшения показателей сверхпластичности. Стоит отметить, что по результатам испытаний скачковым повышением скорости, все образцы проявляют признаки сверхпластичности (рис. 5.3). Максимум скорости деформации и максимум показателя m наблюдается в листах с наименьшим зерном, гомогенизированных при повышенной температуре. Однако, оптимальные скорости деформации у данных сплавов меньше требуемой скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . По результатам испытаний при оптимальных постоянных скоростях деформации сплавы с добавками совместно марганца и хрома имеют лучшие свойства, чем сплав без добавки хрома. При более высоких скоростях деформации они демонстрируют относительное

удлинение более 250%, что соизмеримо с промышленным листом сплава Alnovi–U близкого состава.

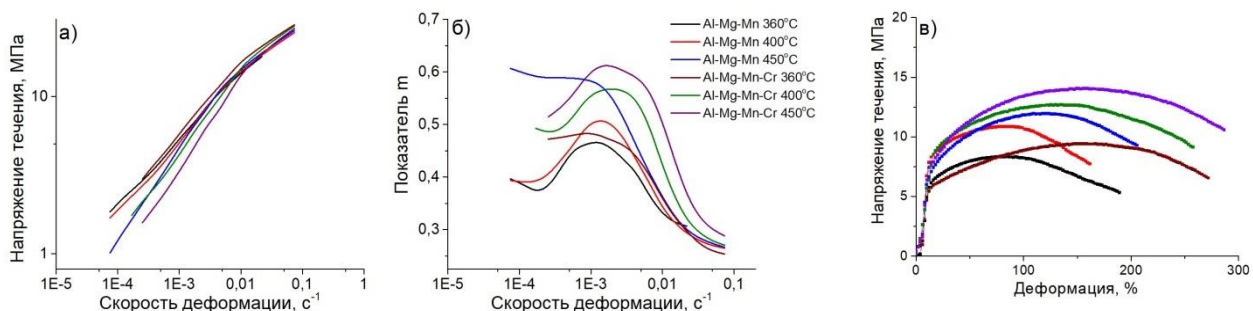


Рис. 5.3 – Зависимость напряжения течения (а), зависимость показателя m от скорости деформации (б) и относительные удлинения при оптимальных скоростях деформации (в) сплавов системы Al–Mg–Mn–(Cr) при температуре испытания 540°C.

Сплавы Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–(Zr). Если в сплав системы **Al–Mg–Fe–Ni** добавить **Mn**, **Cr**, то показатель скоростной чувствительности m увеличивается на порядок. Относительное удлинение сплава **Al–Mg–Fe–Ni** без **Mn**, **Cr** при скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ достигает все лишь 200%. Несмотря на достаточно мелкозернистую исходную структуру, сплав имеет плохие показатели СП, так как в процессе деформации происходит динамический рост зерен. Относительное удлинение сплава **Al–5,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr** при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ достигает 400%, а напряжение течения 14 МПа (рис. 5.46). Для сравнения, у сплава Alnovi–U относительное удлинение при скорости $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ не превышало 200% (рис. 5.2).

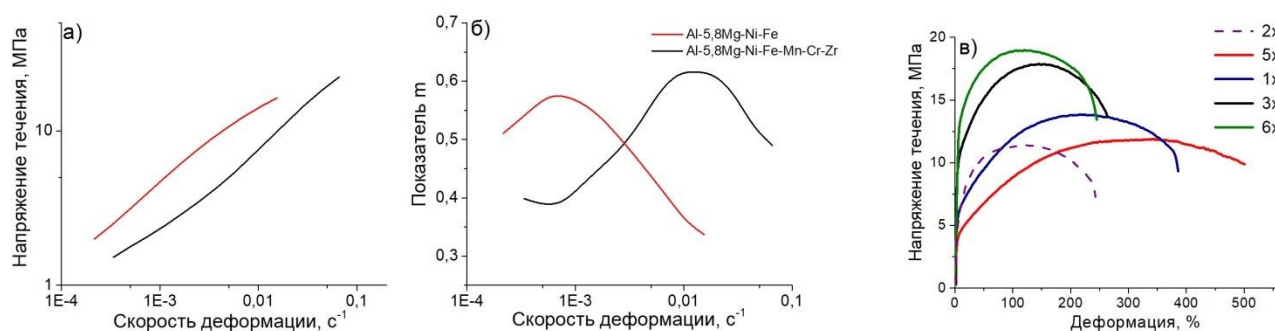


Рис. 5.4 – Зависимость напряжения течения (а) и показателя скоростной чувствительности m (б) от скорости деформации и относительное удлинение сплава Al–5,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr при разных скоростях деформации и температуре 540°C (б). Пунктиром указана зависимость напряжения течения от деформации сплава Al–5,8Mg–Fe–Ni.

Повышение скорости деформации исследуемого сплава в 3 раза до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ приводит к росту напряжения течения до 18 МПа, при этом относительное удлинение составляет 280%. Для получения деталей сложной геометрии, можно использовать скорость деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, которая обеспечивает относительное удлинение более 500% при напряжении течения 11 МПа, при этом в 5 раз сокращает время формовки.

Листы сплава Al-5,8Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr, полученного по технологии с гетерогенизационным отжигом, также проявляют сверхпластичность. Однако, из-за большего среднего размера зерна напряжения течения немного выше, а оптимальная скорость ниже, чем у листов, полученных по технологии без гетерогенизации. (рис. 5.5а). При испытаниях с постоянной скоростью деформации 10^{-2} с^{-1} относительные удлинения образцов близки, а напряжение течения выше на 5–7 МПа (рис. 5.5б).

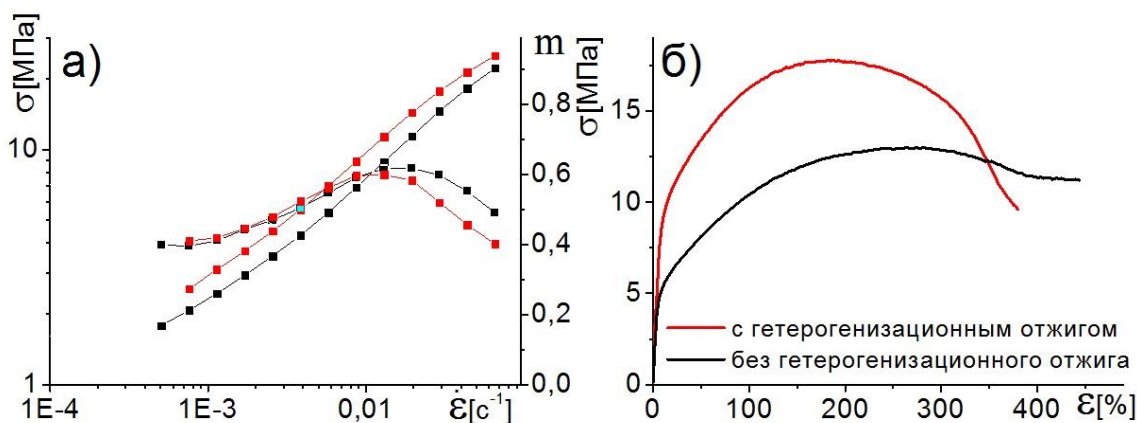


Рис. 5.5– Зависимости напряжения течения и показателя m от скорости деформации (а) и относительное удлинение (б) сплава системы Al-5,8Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-Zr при постоянной скорости деформации 10^{-2} с^{-1} и температуре 540°C .

Дополнительная гетерогенизация структуры по Al_3Mg_2 фазе не приводит к улучшению показателей сверхпластичности – напряжение течения и оптимальные скорости деформации, определенные по результатам скачковых испытаний, лучше в образцах, полученных без гетерогенизационного отжига.

Для сплава Al-4,8Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-(Zr) была проведена серия испытаний со скачковым повышением скорости деформации при температурах 500, 520 и 540°C , для определения оптимальных условий деформации сплава. Из графика на рисунке 5.6 видно, что наибольший показатель m , при наибольшей скорости деформации и при наименьшем напряжении течения сплав проявляет при температуре 520°C .

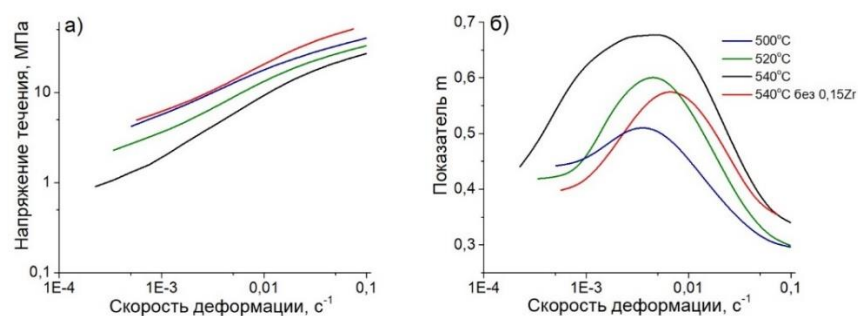


Рис. 5.6 – Зависимости напряжения течения (а) и показателя m (б) от скорости деформации сплава Al–4,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr с Zr и без при разных температурах.

Сплав был испытан в диапазоне скоростей деформации от 2×10^{-3} до $6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.7). Отметим, что максимальное удлинение достигается при температуре 540°C и скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и равно 600% (рис. 5.7б), но удлинения больше 300% получены при скоростях деформации вплоть до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Относительные удлинения сплава без циркония соизмеримы со значениями для сплава с Zr, при незначительном на 1–2 МПа большем напряжении течения (рис. 5.7в,г).

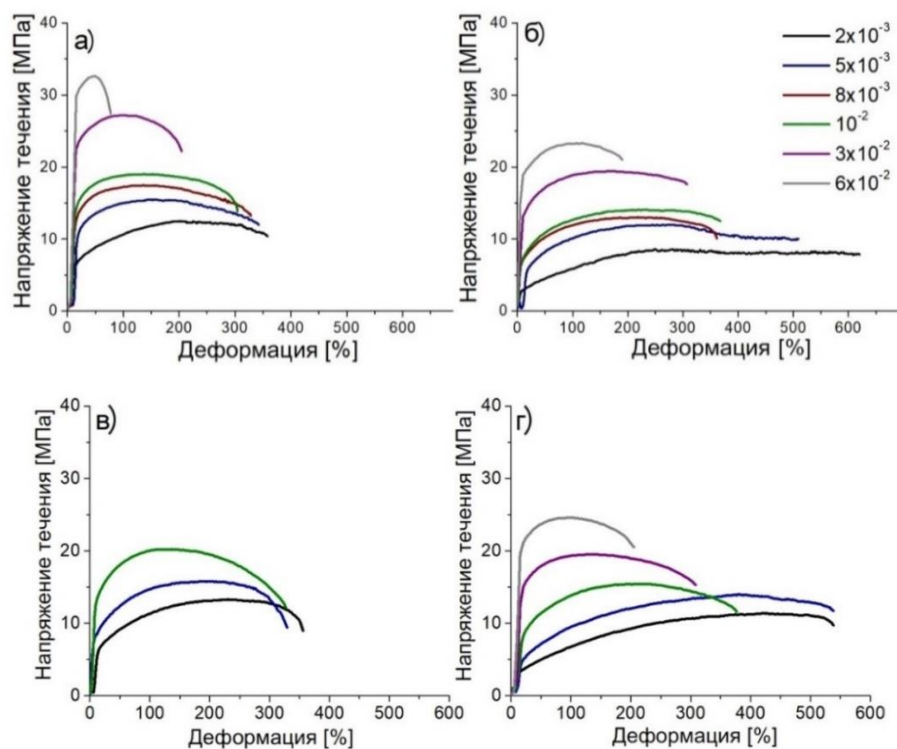


Рис. 5.7 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al–4,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr при 500°C (а), 540°C (б) и сплава Al–4,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr при 500°C (в), 540°C (г).

Сплавы системы Al–Mg–Fe–Ce–(Mn–Cr). Для сплава **Al–Mg–Fe–Ce** без дисперсоидов по результатам скачковых испытаний при 500 и 540°C (рис. 5.8а) оценен диапазон скоростей деформации, который соответствовал показателю чувствительности $m > 0,3$. Показатель $m \geq 0,3$ при скоростях деформации ниже $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и максимален ($\approx 0,6$) при скорости деформации менее $1 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при 500°C и в диапазоне скоростей деформации $(4-8) \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при 540°C.

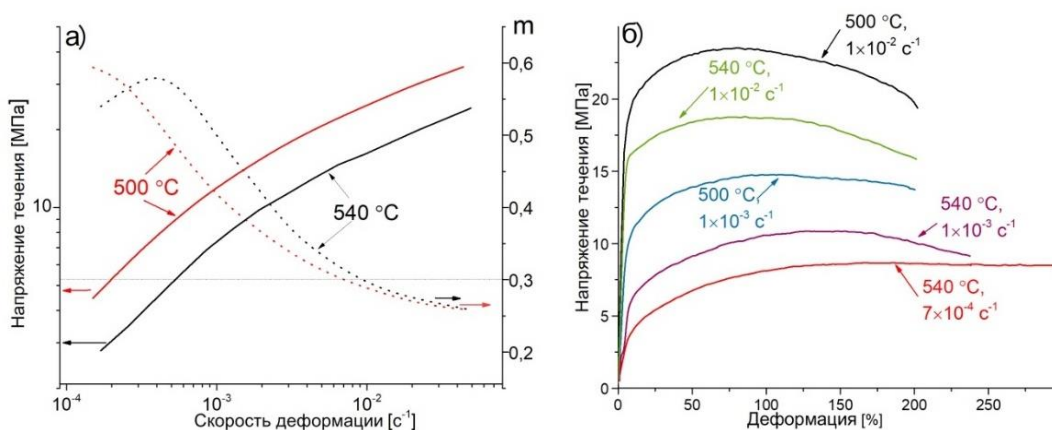


Рис. 5.8 – Зависимость напряжения течения и показателя m от скорости деформации (а), кривые напряжения–деформации при различных постоянных скоростях деформации и температурах (б) для сплава Al–Mg–Fe–Ce.

Сплав имеет относительное удлинение 200% при скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температурах испытания 500 и 540°C (рис.5.8б). Относительное удлинение 300% и напряжение течения 8 МПа были получены при скорости деформации $7 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и 540°C (скорость деформации и температура, соответствующие максимальному уровню показателя скоростной чувствительности m). Стоит отметить, что показатели сверхпластичности в данном сплаве с крупными эвтектическими частицами и без дисперсоидов, на таком же уровне, как и у сплава Alnovi–U.

Рассмотрим сплав **Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr**, полученный по двум режимам гомогенизационного отжига (глава 4, пункт 4.3.2). Образцы из листов сплава испытывали скачковым повышением скорости деформации в интервале от 8×10^{-5} до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ при 500°C и 540°C (рис. 5.9а). По величине показателя скоростной чувствительности m определен диапазон скоростей деформации (рис. 5.9б). Показатель скоростной чувствительности $> 0,4-0,6$ соответствовал диапазону скоростей деформации $1 \times 10^{-3}-3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ как при 500°C, так и при 540°C. Показатель m составлял $\approx 0,3$ вплоть до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.

Сравнение листов сплава, которые были предварительно получены по режимам L и 2Н проводили при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при 540 и 500°C (рис. 5.9в). Образцы, которые были получены по режиму L, показали более низкие значения напряжения течения и большее относительное удлинение. Максимальное относительное удлинение равное 430% наблюдали при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре 540°C (рис. 5.9в). Листы, полученные с предварительным гомогенизационным отжигом по низкотемпературному режиму L, испытывали при 540°C при более высоких постоянных скоростях деформации. Относительное удлинение превысило 210% при скорости деформации вплоть до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$, 270% при $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и 300% при $2,5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.9г). Удлинение 240% получено и при более низкой температуре 500°C и постоянной скорости деформации $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

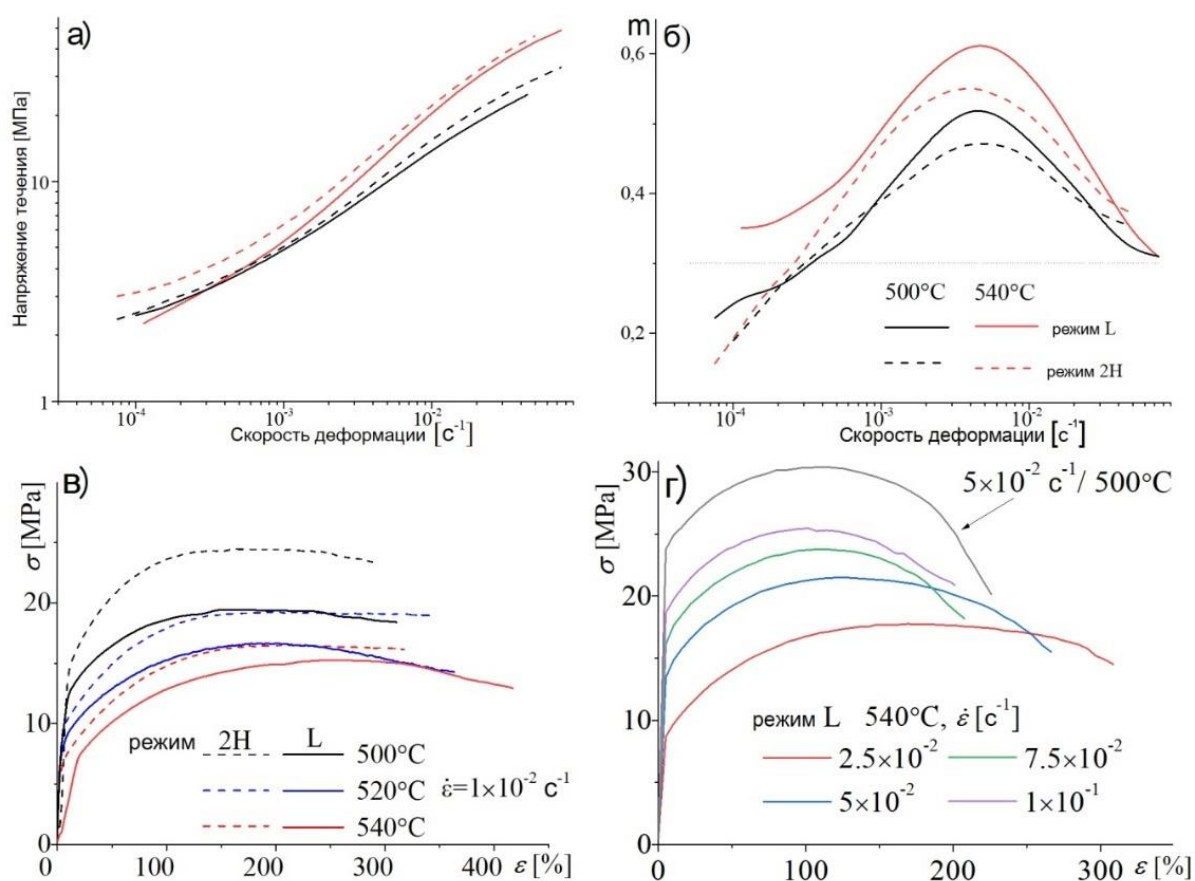


Рис. 5.9 – Зависимости напряжения течения (а) и показателя m (б) от скорости деформации, кривые деформации при различных температурах и постоянных скоростях деформации (в и г) сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr, полученного методом наполнительного литья (15K/с).

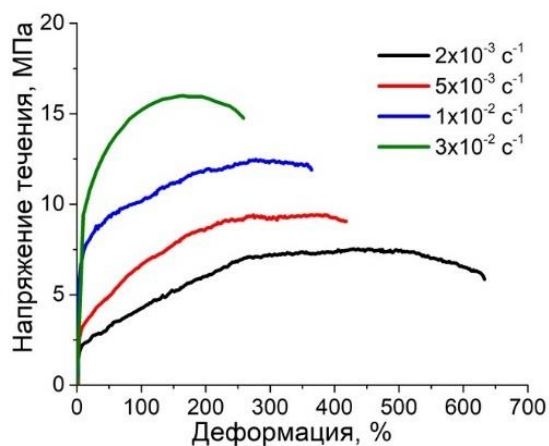


Рис. 5.10 – Зависимости напряжения течения от скорости деформации при 540°C сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr, полученного методом полунепрерывного литья.

Образцы из листов слитка, полученного методом полунепрерывного литья с меньшей скоростью охлаждения около 3К/с демонстрируют показатели сверхпластичности на том же уровне, что и сплавы, отлитые при 15 К/с (рис. 5.10). Максимальное удлинение 620% достигается при скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, и при скорости 10^{-2} с^{-1} удлинение равно 350%.

Отметим, что исследуемый сплав показал, по крайней мере, в три–пять раз более высокие оптимальные скорости деформации и более высокие значения относительного удлинения по сравнению со сверхпластичными сплавами на основе Al–Mg–Mn [12–14]. При этом, снижение скорости охлаждения при литье с 15 до 3К/с не привело к снижению показателей сверхпластичности сплава.

Показатели сверхпластичности в листах сплавов, полученных на алюминии марки А85 для сплава Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr несколько ухудшаются, что связано с увеличением среднего размера зерна и огрублением частиц вторых фаз (рис. 5.11, сплошные линии). Относительное удлинение составило примерно 250% при скорости 10^{-2} с^{-1} , в то время как сплав на алюминии марки А99 имел относительное удлинение 400% при данной скорости. Также увеличивается напряжение течения в сплавах с повышением содержания примесей.

В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr повышенное содержание примесей, полученное при использовании А85 марки алюминия, не повлияло существенно на свойства. Сплав демонстрировал близкие удлинения и напряжения течения со сплавом, полученным с использованием алюминия А99. Относительное удлинение при температуре испытаний 540°C даже при скоростях выше 10^{-2} с^{-1} больше 300% (рис.5.11б).

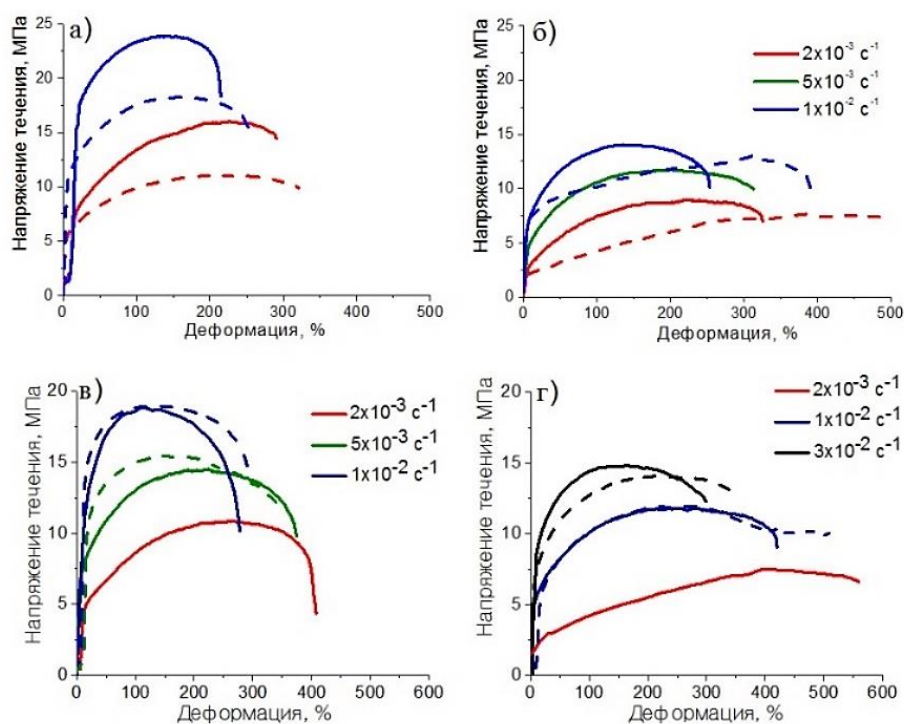


Рис. 5.11 –Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (а,б) и сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (в,г) и на алюминии А85 при температурах 500°С (а,в) и 540°С (б,г). Пунктиром указаны зависимости напряжения течения от деформации на А99 при одних условиях.

5.2 Экспериментальные сплавы с исходной нерекристаллизованной структурой

Вторая группа сплавов имела частично или полностью нерекристаллизованную структуру перед СПД, а рекристаллизация проходила в процессе деформации. Данные сплавы содержали Zr, Er и Sc.

Сплав **Al–Mg–Ni–Fe–0,3Zr** показал относительное удлинение выше 400% при температурах 500–520°С и скоростях деформации вплоть до 10^{-2} c^{-1} (рис. 5.12а). В сплаве **Al–Mg–Ce–Fe–0,3Zr** близкие напряжения течения и также оптимальная температура деформации составила около 500°С. Сплав проявляет максимальное относительное удлинение 500% при скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (рис. 5.12б). Напряжения течения в сплаве Al–Mg–Ce–Fe–0,3Zr при более высокой температуре выше (рис. 5.12в), хотя обычно с увеличением температуры снижается напряжение. Это связано с тем, что микроструктура сплава уже полностью рекристаллизована перед СПД при температуре 520°С, что и приводит к росту напряжения течения, так как проходит динамический

рост зерна. В отличие от деформации при 500°C, при которой исходная структура частично рекристаллизованная, и в процессе деформации идет динамическая рекристаллизация с образованием новых мелких зерен.

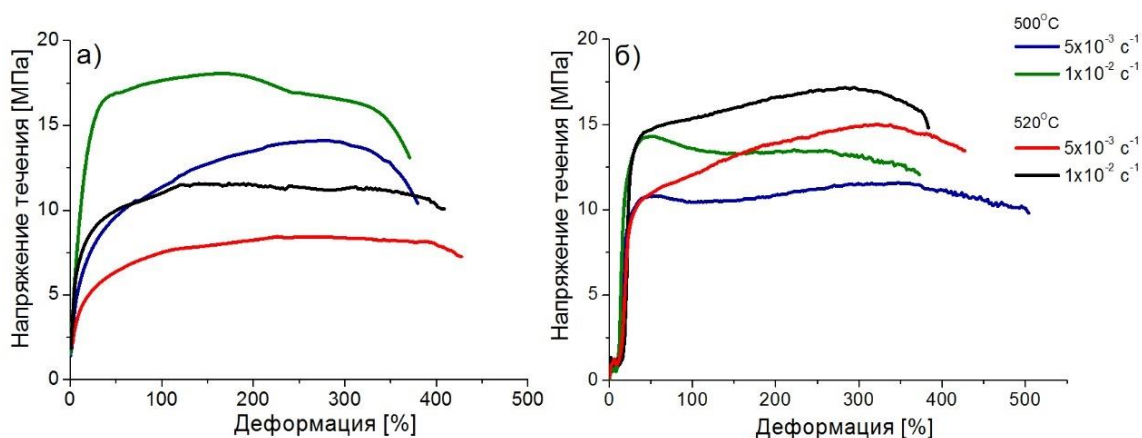


Рис. 5.12 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al-Mg-Ni-Fe-0,3Zr (а) и Al-Mg-Ce-Fe-0,3Zr (б) при разных температурах.

В сплаве Al-Mg-Er-Zr максимальное удлинение в 480–550% (рис. 5.13б) достигается при температуре деформации 480°C и широком диапазоне скоростей деформации $2 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$. При температуре 440°C удлинение 300% достигается при скоростях деформации $2 \times 10^{-3} - 10^{-2} \text{ c}^{-1}$, а при температуре 520°C во всем исследуемом диапазоне скоростей деформации.

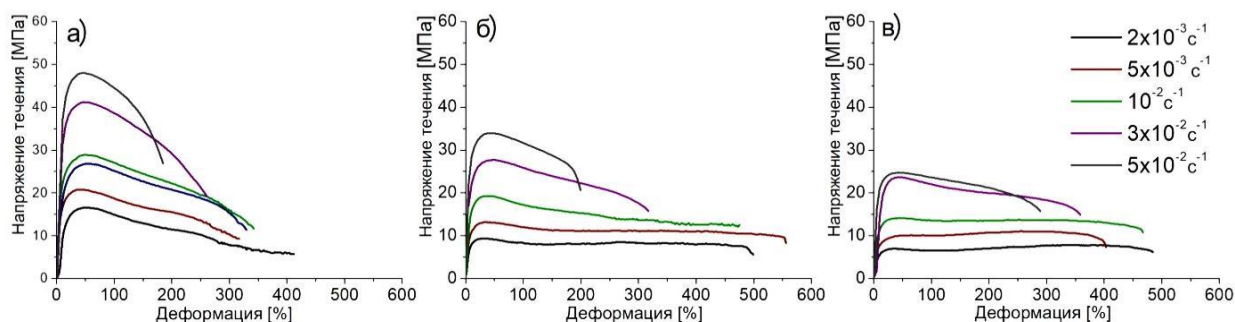


Рис. 5.13 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al-Mg-Er-Zr при разных скоростях деформации и температурах: 440°C (а), 480°C (б) и 520°C (в).

Значения напряжений течения закономерно уменьшаются с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации. Разупрочнение, вероятно, связанное с динамической рекристаллизацией выражено при температуре 440°C и при повышенных

скоростях при 480–520°C. Вероятно, с увеличением температуры испытаний исходная доля рекристаллизованного объёма растёт, а формирование рекристаллизованной структуры завершается раньше, уже после 50% деформации.

Показатель скоростной чувствительности m рассчитан по данным скорости деформации и напряжения течения для деформации в 50% (рис. 5.14), 100 % и 300% по уравнению:

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}}$$

Максимальный уровень показателя $m=0,8$ соответствовал скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температуре 520°C. Показатель скоростной чувствительности m практически во всем диапазоне испытаний равен или больше 0,5 (рис. 5.14).

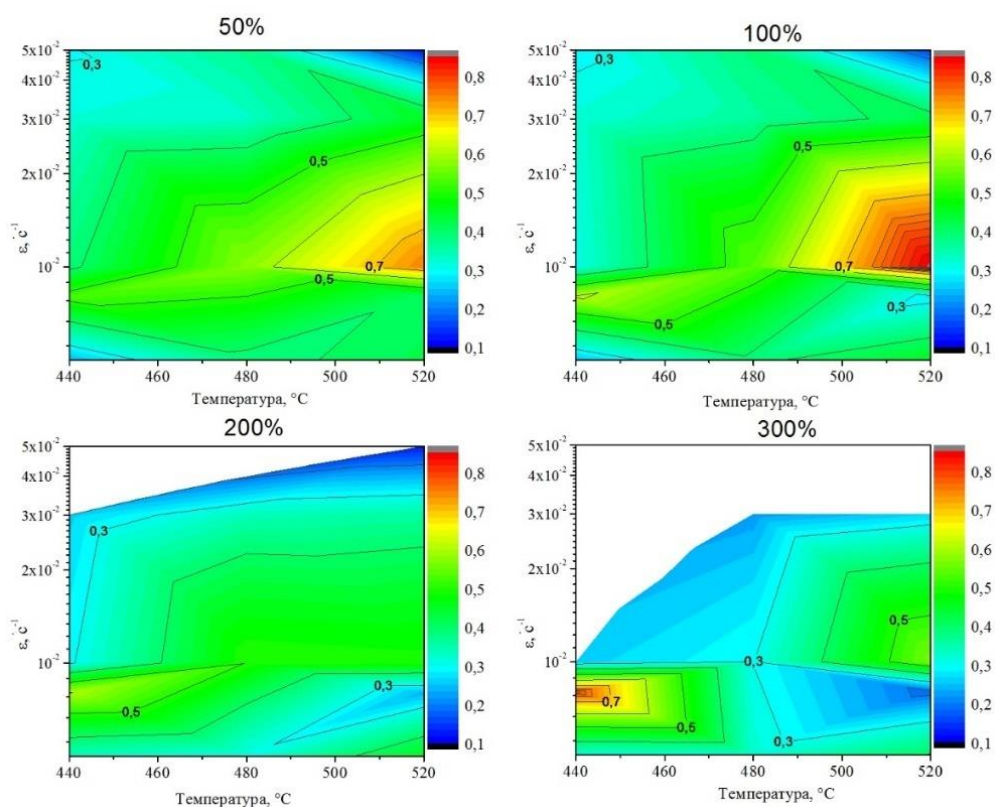


Рис. 5.14 – Зависимость показателя скоростной чувствительности m от скорости деформации и температуры при деформациях: 50% (а), 100% (б), 200% (в), 300% (г).

Для листов сплава **Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc**, полученных по разным режимам (глава 4, пункт 4.3.2), сравнивали показатели сверхпластичности при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и в интервале температур 500–540°C (рис. 5.15).

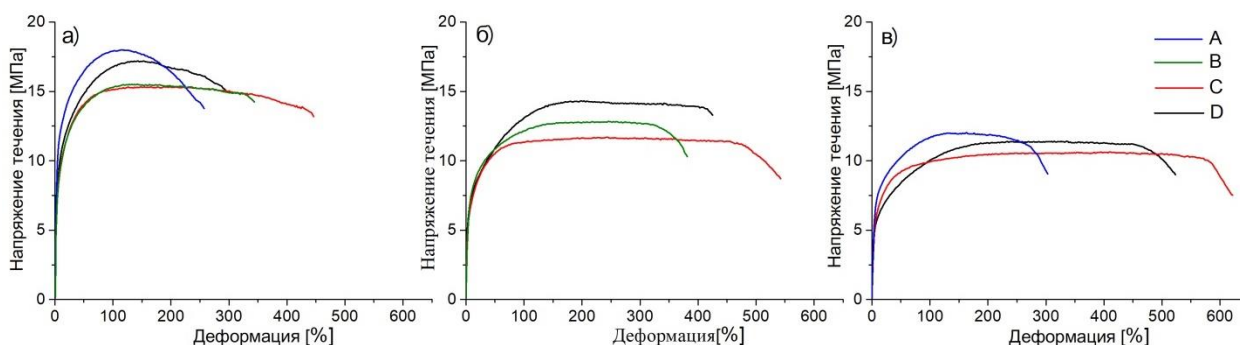


Рис. 5.15 – Зависимости напряжения течения от деформации при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и разных температурах: 500°C (а); 520°C (б); 540°C (в).

Напряжение течения уменьшается в 1,5 раза, а максимальное удлинение увеличивается с 450 до 650% при повышении температуры испытания с 500 до 540°C. Листы, обработанные по режиму С, показали максимальное удлинение выше 600% и минимальные значения напряжения течения по сравнению с листами, обработанными по другим режимам. Режим гомогенизационного отжига оказывает существенное влияние на показатели сверхпластичности исследуемого сплава с небольшими добавками Zr и Sc, а гомогенизационный отжиг необходимо тщательно контролировать для получения высокой плотности наноразмерных частиц фазы $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$.

В сплавах Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,05Sc стоит отметить, что снижение в 2 раза содержания скандия минимально сказывается на показателях сверхпластичности сплава. В образцах, полученных по оптимальной технологии при скоростях вплоть до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ сплавы показывали относительное удлинение 300% и выше при температурах 500–540°C.

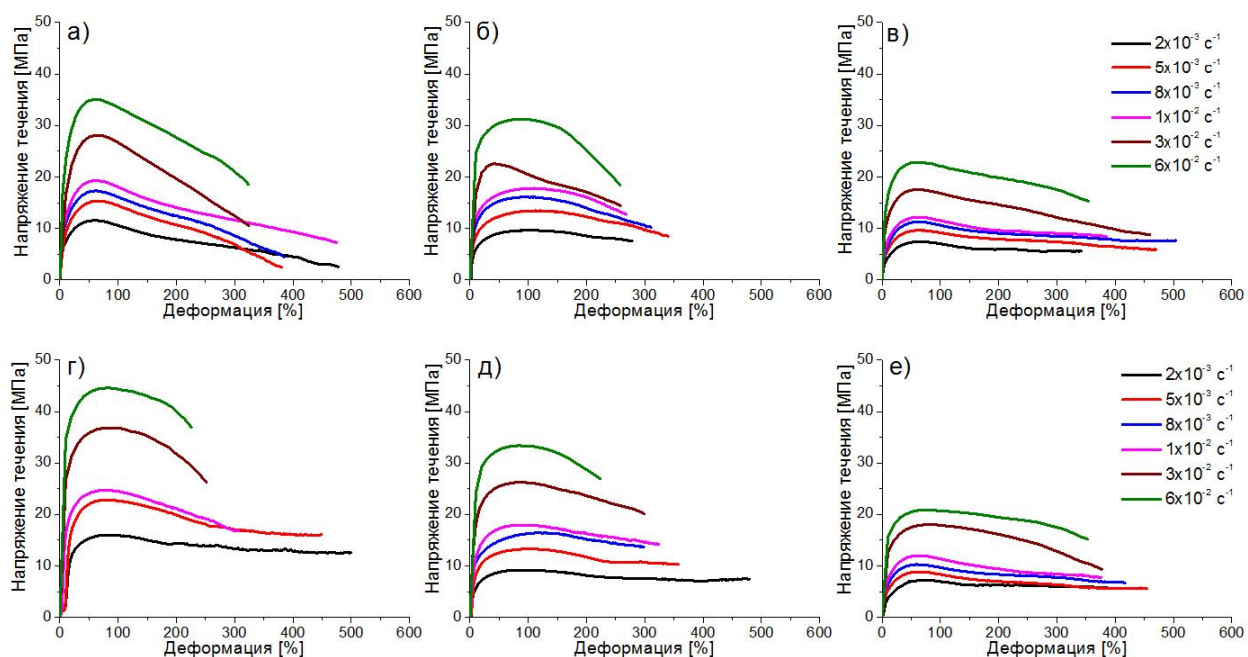


Рис. 5.16 – Зависимости напряжения течения от деформации при разных скоростях деформации сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc (а,б,в) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,05Sc (г,д,е), полученных методом наполнительного литья (15К/с) при температурах: 460°C (а,г), 500°C (б,д) и 540°C (в,е).

Образцы сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc, полученного полунепрерывным литьем слитков (со скоростью охлаждения при литье 3К/с), и прокатанные далее по оптимальному режиму также проявляли высокоскоростную сверхпластичность. Образцы были испытаны при температурах 420, 460, 500 и 540°C в диапазоне постоянных скоростей деформации от 2×10^{-3} до $1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ (рис. 5.17). Значения напряжений течения закономерно уменьшаются с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации. Наблюдали разупрочнение, характерное для сплавов с исходной нерекристаллизованной структурой. Наиболее вероятной его причиной является динамическая рекристаллизация.

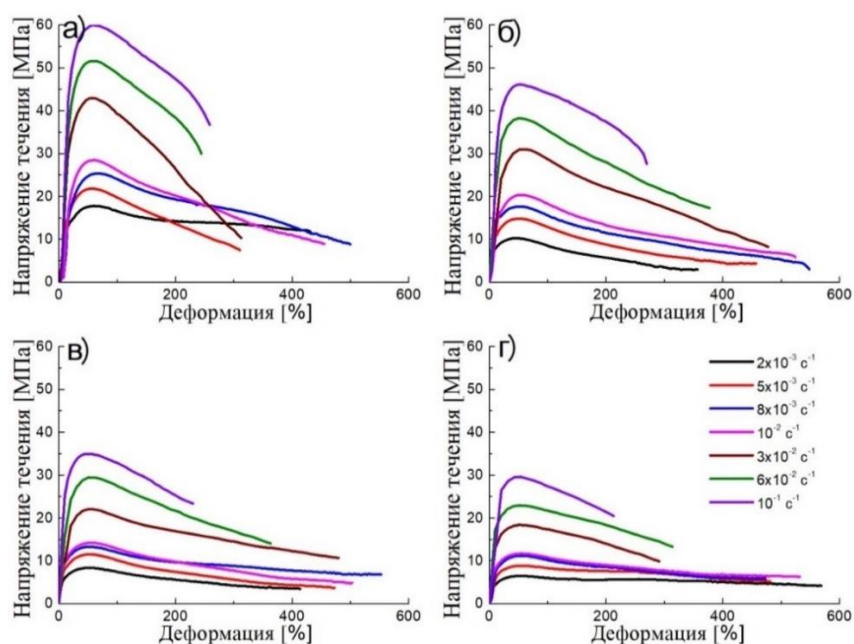


Рис. 5.17 – Зависимости напряжения течения от деформации при разных скоростях деформации сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc полученного методом полунепрерывного литья (3К/с) и по оптимальному режиму гомогенизационного отжига: 420°C (а); 460°C (б); 500°C (в) и 540°C (г)

Значение показателя скоростной чувствительности m больше 0,3 при постоянных скоростях деформации до $1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ в исследуемом температурном диапазоне, что подтверждает сверхпластичное состояние в данных условиях. Максимальный уровень показателя m соответствовал скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ при температуре 460°C. Максимальное значение показателя m незначительно увеличилось с 0,41 до 0,50 при увеличении деформации с 50 до 300% (рис. 5.18). Повышение m с увеличением степени деформации указывает на динамическую рекристаллизацию и увеличение числа высокоугловых границ в процессе СПД.

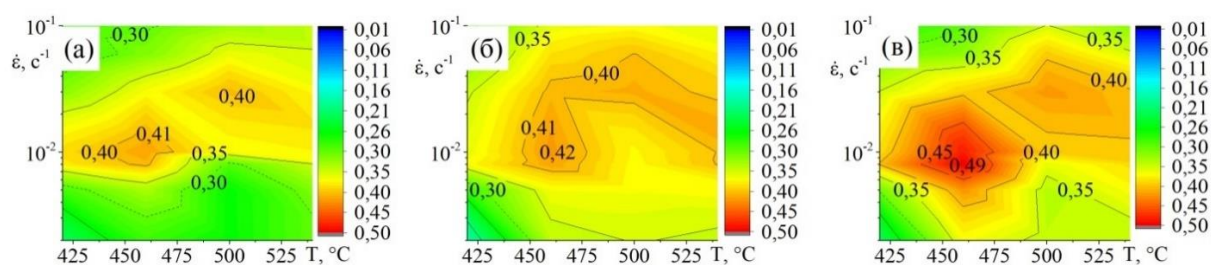


Рис. 5.18 – Зависимость показателя скоростной чувствительности m от скорости деформации и температуры: деформация 50% (а), деформация 100% (б), деформация 300% (в).

Среднее значение относительного удлинения варьировалось от 210 до 605% (рис. 5.17) по результатам испытаний при постоянных скоростях деформации. При температуре 460°C и постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ достигнуто максимальное удлинение в 605%. Эти условия испытаний соответствовали максимальной скоростной чувствительности деформации. Тем не менее, достаточное для сверхпластической формовки удлинение 300% и $m \geq 0,3$ наблюдали при скорости деформации до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ при температуре 460°C. Данная скорость на два порядка больше, чем применяемые сейчас скорости, что позволяет сократить время формовки в разы.

В сплаве **Al–Mg–Ce–Fe–0,2Zr–0,1Sc** относительные удлинения немного ниже, а напряжения течения выше, чем у сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc. Максимальное удлинение в 350–380% достигается при температуре 500°C и скоростях деформации $2 \times 10^{-3} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.20). Показатель m определенный при 100% деформации максимален при этой температуре и скорости деформации $8 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и равен 0,55.

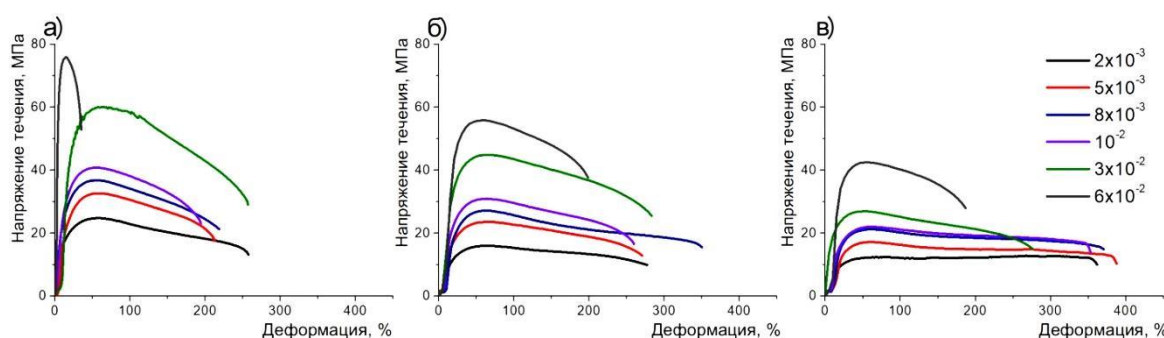


Рис. 5.20 – Зависимости напряжения течения от деформации сплава Al–Mg–Ce–Fe–0,2Zr–0,1Sc при разных температурах: 420°C (а); 460°C (б); 500°C (в).

5.3. Анализ эволюции структуры сплавов при сверхпластической деформации

5.3.1 Сплавы с исходной перед СПД рекристаллизованной структурой

Сплав Al–4.8Mg–0,9Ni–0,9Fe–0,6Mn–0,15Cr–0,1Zr. Для анализа эволюции структуры сплава Al–4.8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr была выбрана постоянная скорость деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температура 540°C. Зеренная структура представлена на рисунке 5.21.

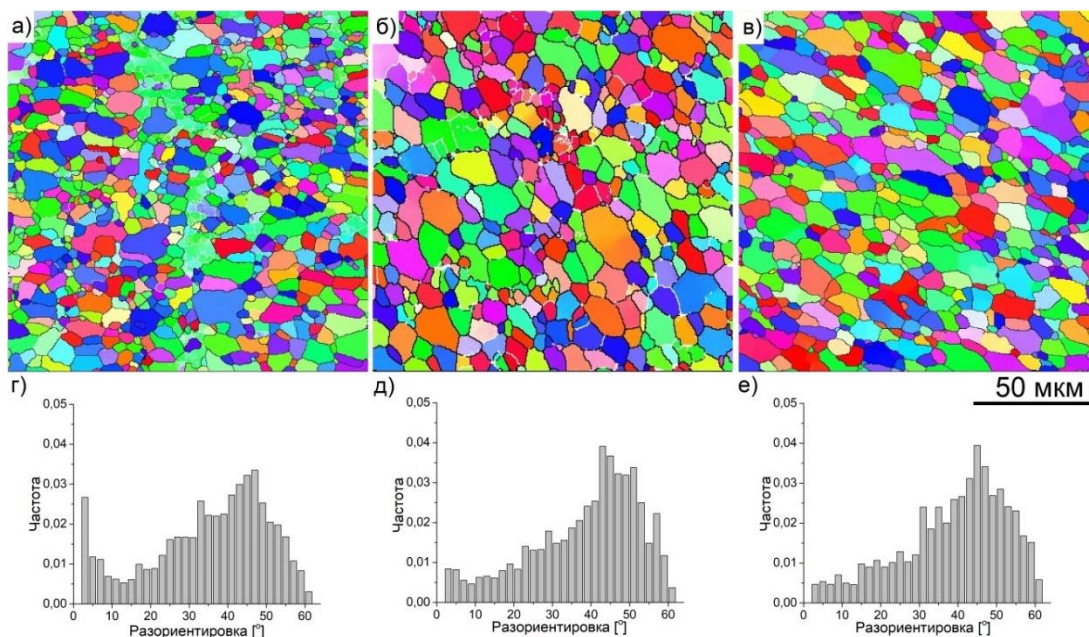


Рис. 5.21 – Микроструктура сплава Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr до и после сверхпластической деформации при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} , 540°C : исходное состояние (а,г); после 100% деформации (б,д) и после 300% деформации (в,е).

С увеличением степени деформации размер зерна увеличивается в продольном направлении, при этом происходит формирование малоугловых границ зерен, что наблюдается и в других сплавах с исходной полностью рекристаллизованной структурой [65,97]. Средний размер зерна в образцах исходном до и после деформации на 100 и 300% соответственно равен: $4,8 \pm 0,4$, $6,5 \pm 0,5$ и $7,4 \pm 0,5$ мкм.

Сплав Al–4,8Mg–0,6Fe–1Ce. Зеренную структуру сплава Al–Mg–Fe–Ce проанализировали после 200% деформации при 500°C и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и после 300% деформации при 540°C и $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.22). В основном зерна сохраняли высокоугловую ориентировку границ при деформации. Размер зерна значительно увеличился после деформации 300% при 540°C и $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ с 8 до 15 мкм (рис. 5.22б). При деформации со скоростью $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при 500°C средний размер зерна практически не изменился (7,5 и 7,8 мкм), однако, зерна вытягивались вдоль направления деформации.

Для сплава Al–4,8Mg–0,6Fe–1Ce–0,6Mn–0,1Cr проанализировано изменение зеренной структуры сплава после 200% деформации при 500°C и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.23в,г). При сверхпластической деформации доля малоугловых границ увеличивается с 2–3 до 15–20%. В листах, предварительно гомогенизированных при высокой температуре (500°C , режим 2Н), средний размер зерна увеличился до 5,8 мкм, а КФ уменьшился до 0,6. И наоборот, средний размер зерна незначительно уменьшился с 4,2 до 3,9 мкм (рис. 5.23в), а

КФ увеличился до 0,93 при сверхпластической деформации в листах, предварительно гомогенизированных при по низкотемпературному режиму (360°C, режим L).

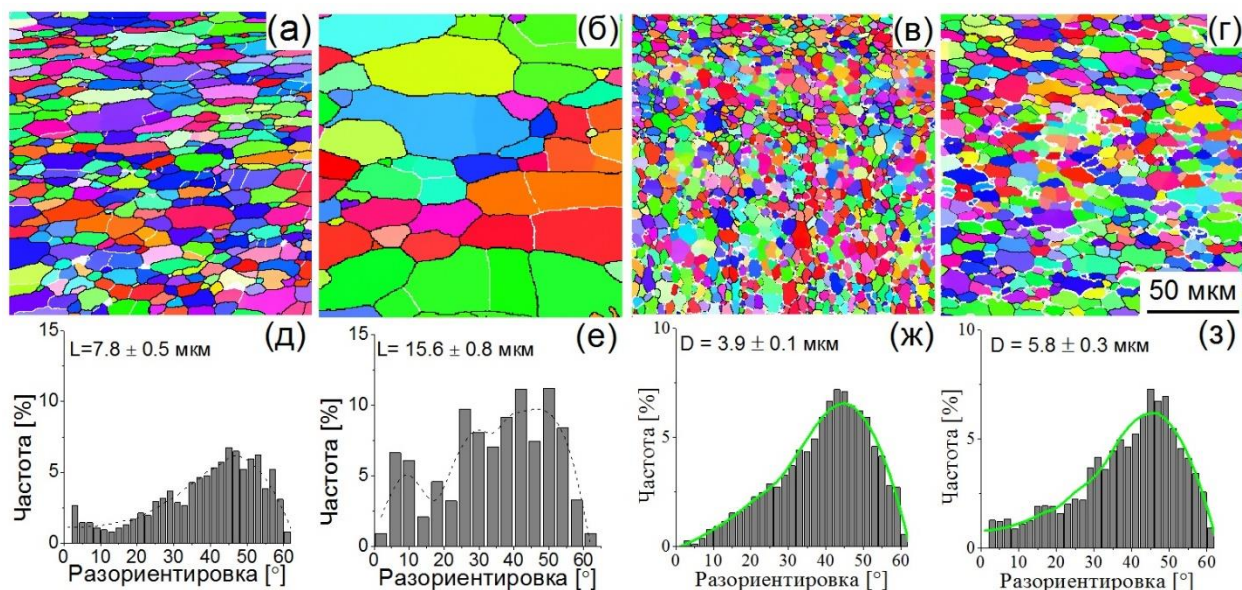


Рис. 5.22 – Карты EBSD с соответствующими распределениями углов разориентации границ зерен листов после 200% сверхпластической деформации сплава Al–Mg–Fe–Ce при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} , 500°C (а,д); $7 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, 540°C (б,е) и сплава Al–Mg–Fe–Ce–Mn–Cr при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ 500°C, которые были предварительно обработаны с использованием режима гомогенизации L (в, ж) и режима 2Н (г,з).

На эволюцию структуры при сверхпластической деформации повлияли параметры частиц дисперсоидов. При сверхпластической деформации в образцах, с дисперсоидами типа Al_6Mn наблюдали образование малоугловых границ и динамический рост зерна, характерный для сверхпластического течения [81–83]. В образцах, полученных по низкотемпературному режиму и содержащих частицы квазикристаллов после гомогенизации, динамический рост зерен не выявлен, в процессе деформации происходило увеличение фракции малоугловых границ и некоторое уменьшение среднего размера зерна. Благодаря меньшему размеру дисперсоидов полученных при низкотемпературной гомогенизации (режим L), они эффективно стабилизируют рост зерен согласно закону Зинера, что приводит к росту удлинения и снижению напряжения течения.

При анализе дислокационной структуры в процессе сверхпластической деформации во всех сплавах с исходной рекристаллизованной структурой отмечена

выраженная дислокационная активность с повышением плотности дислокаций в теле зерен (рис. 5.24б).

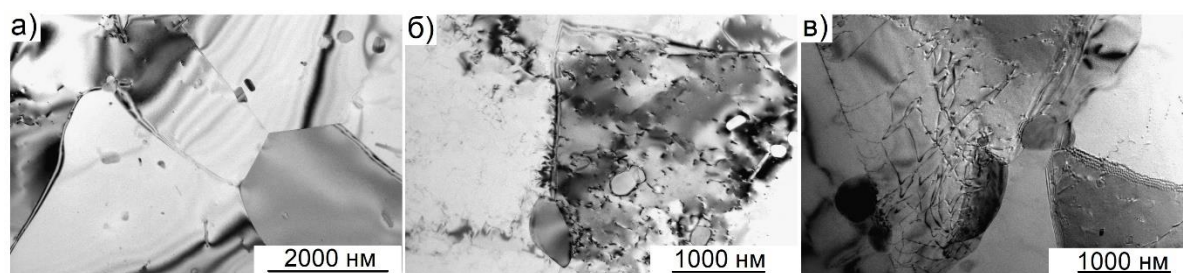


Рис. 5.24 – Эволюция дислокационной структуры в процессе сверхпластической деформации сплава Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr: после деформации на 10% (а), после деформации на 100% (б), после деформации на 300% (в).

5.3.2 Сплавы с исходной перед СПД не рекристаллизованной структурой

Сплав Al–4,8Mg–0,9Fe–0,9Ni–0,2Zr–0,1Sc. Эволюция зеренной структуры в процессе сверхпластической деформации сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc была проанализирована при температуре 460°C и постоянных скоростях деформации 2×10^{-3} , 1×10^{-2} , $6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.25).

Перед началом сверхпластической деформации наблюдали преимущественно не рекристаллизованную зеренную структуру с высокой долей малоугловых границ и незначительной долей рекристаллизованного объема (3%) (рис. 5.25, табл. 5.1). После деформации 100% доля рекристаллизованного объема увеличилась до 20–40%. При скорости деформации $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ доля высокоугловых границ значительно выросла, средний угол разориентировки зерен увеличился до 45°, а после 300% деформации микроструктура представлена в основном (60%) рекристаллизованной равноосной зеренной структурой с высокоугловыми границами (табл. 5.1). При увеличении скорости деформации с 2×10^{-3} до $6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ средний размер зерен, образовавшихся после 300% деформации, уменьшился с 3,4 до 2,7 мкм.

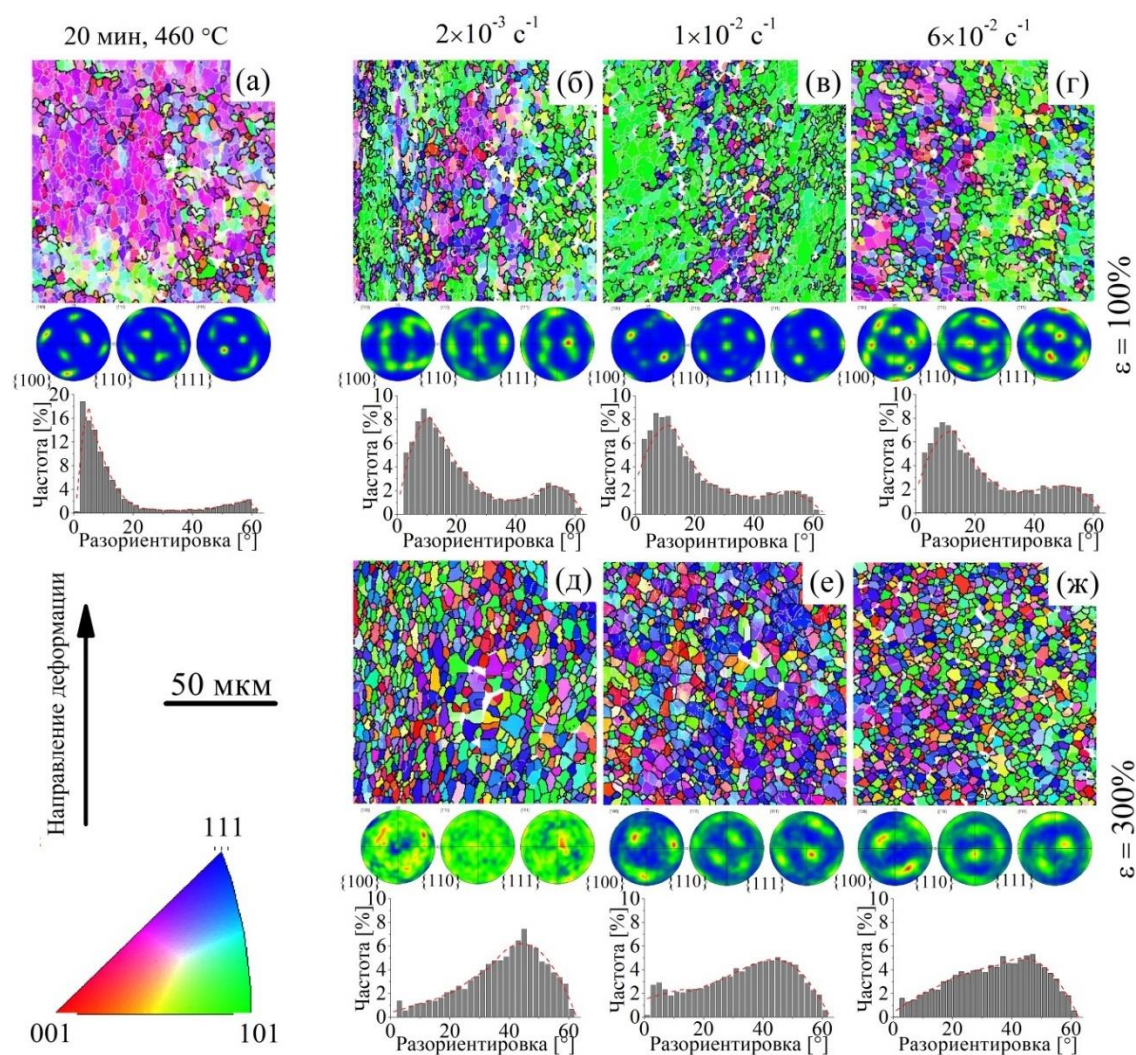


Рис. 5.25 – Эволюция микроструктуры и текстуры в процессе сверхпластической деформации: исходная структура (а), после деформации на 100% (б – г), после деформации на 300% (д – ж).

Таблица 5.1 – Размер зерна и объёмная доля рекристаллизованного, деформированного объёмов и субзерен в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc.

Параметр		Скорость деформации, с ⁻¹					
	Исходное состояние	2×10 ⁻³	1×10 ⁻²	6×10 ⁻²	2×10 ⁻³	1×10 ⁻²	6×10 ⁻²
		ε =100%			ε =300%		
L, мкм	3,6±0,2	1,9±0,1	1,9±0,1	2,4±0,1	3,4±0,2	3,0±0,1	2,7±0,1
V _{рекритал}	0,03	0,40	0,28	0,20	0,59	0,36	0,32
V _{субзерен}	0,78	0,50	0,61	0,65	0,38	0,59	0,63
V _{деформ}	0,19	0,10	0,11	0,15	0,03	0,05	0,05

Перед началом сверхпластической деформации и после 100% деформации наблюдали острую текстуру. При низкой скорости $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ текстура существенно размывается после 300%. Гораздо слабее размывание текстуры при более высоких скоростях деформации 1×10^{-2} и $6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ после тех же 300%. Размытие текстуры с увеличением степени деформации и эволюция зеренной структуры предполагают два процесса, сопровождавших сверхпластическую деформацию. Во-первых, динамическая рекристаллизация способствовала образованию рекристаллизованных зерен в начале деформации и, во-вторых, ЗГС как основной механизм СПД также ослаблял текстуру.

Сплав Al-4,8Mg-0,6Fe-1Ce-0,2Zr-0,1Sc. В сплаве Al-Mg-Fe-Ce-Zr-Sc наблюдали аналогичные изменения зеренной структуры. Первоначально структура почти полностью нерекристаллизованная (примерно на 80%) со средним размером зерна в рекристаллизованных участках $4,4 \pm 0,5 \text{ мкм}$.

Таблица 5.2 – Размер зерна и объёмная доля рекристаллизованного, деформированного объёмов и субзерен в сплаве Al-Mg-Fe-Ce-Zr-Sc

Параметр	Исходное	$\varepsilon = 100\%$	$\varepsilon = 300\%$
D, мкм	$4,4 \pm 0,5$	$4,4 \pm 0,4$	$3,8 \pm 0,6$
$V_{\text{рекристал}}$	0,19	0,53	0,62
$V_{\text{субструт.}}$	0,71	0,45	0,37
$V_{\text{деформ}}$	0,1	0,02	0,01

После деформации 100% доля рекристаллизованного объёма увеличилась до 45%, а после деформации 300% доля рекристаллизованного объёма выросла до 60%, при этом, средний размер зерна в рекристаллизованных участках не изменился, т.е. микроструктурные изменения подтверждают протекание динамической рекристаллизации при СПД (рис 5.26)

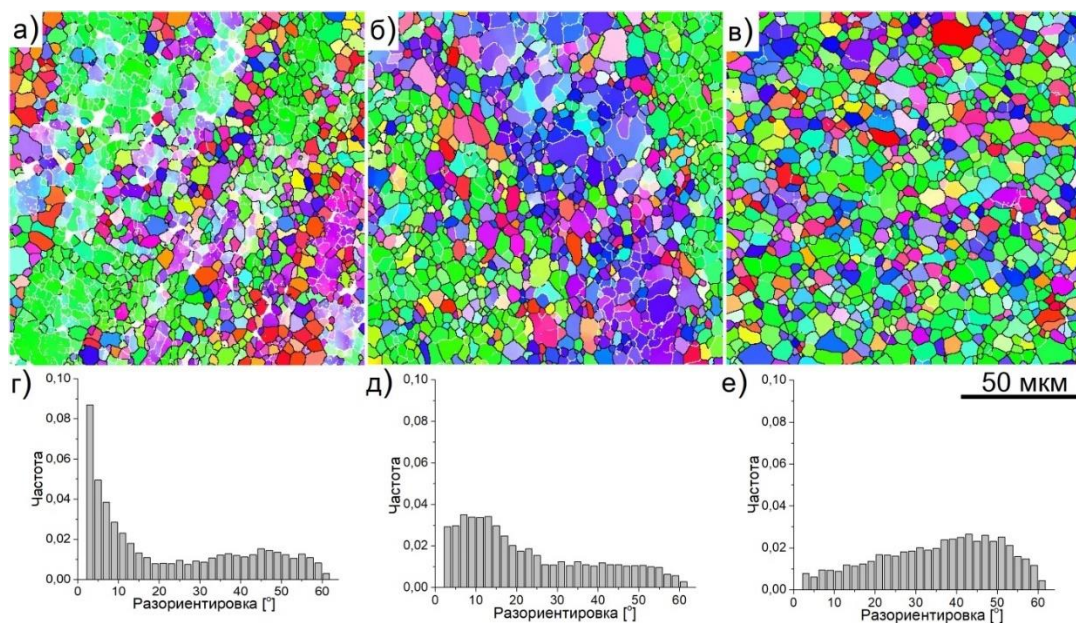


Рис. 5.26 – Эволюция микроструктуры сплава Al–Mg–Fe–Ce–Zr–Sc в процессе сверхпластической деформации: исходная структура (а,г), после деформации на 100% (б,г) и после деформации на 300% (в,е).

Сплав Al–4,8Mg–0,3Zr–0,3Er. Эволюция зеренной структуры сплава Al–Mg–Er–Zr была изучена после сверхпластической деформации при температуре 480°C и постоянной скорости $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рис. 5.27). Перед началом сверхпластической деформации наблюдали частично рекристаллизированную зеренную структуру с высокой долей малоугловых границ и долей рекристаллизованного объема ($\approx 70\%$) со средним размером рекристаллизованных зерен $4,6 \pm 0,3$ (рис. 5.27, табл. 5.3). После деформации на 100% доля рекристаллизованного объема 70–75%, а деформированный объем практически полностью исчез (табл. 5.3). После деформации 300% средний размер зерна уменьшается до $3,7 \pm 0,2$ мкм. В образцах перед началом сверхпластической деформации и после 10% деформации наблюдали текстуру, однако уже после 100% деформации текстура существенно размывается. Отметим, существенно большую неоднородность зеренной структуры, формирующейся в сплаве при СПД, по сравнению с другими исследованными в работе сплавами.

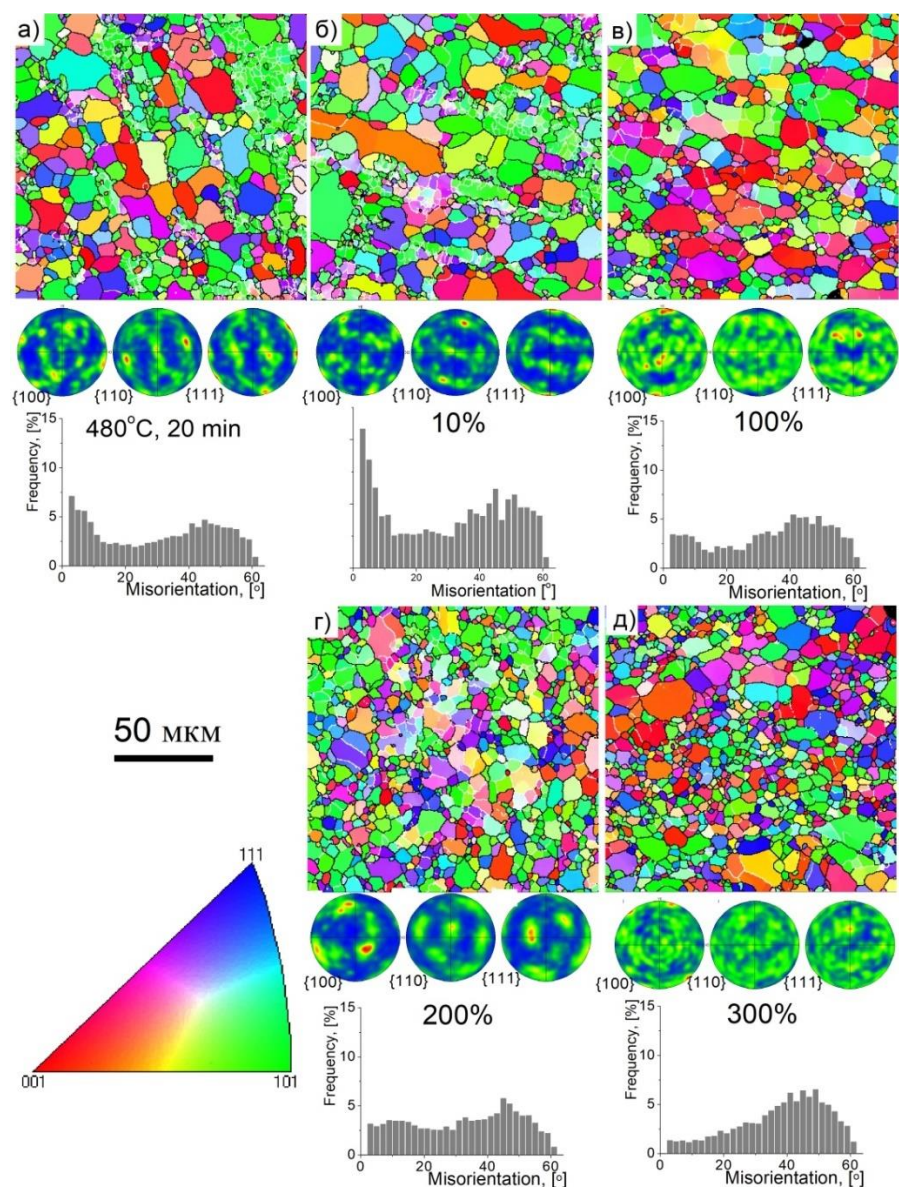


Рис. 5.27 – Эволюция микроструктуры и текстуры в процессе сверхпластической деформации при 480°C и скорости деформации 10^{-2} с^{-1} : исходная структура (а), после деформации на 10% (б), после деформации на 100% (в), после деформации на 200% (г) и после деформации на 300% (д).

Таблица 5.3 – Размер зерна и объёмная доля рекристаллизованного, деформированного объёмов и субзерен в сплаве Al–Mg–Er–Zr

Параметр	Исходное	$\varepsilon = 10\%$	$\varepsilon = 100\%$	$\varepsilon = 200\%$	$\varepsilon = 300\%$
L, мкм	$4,6 \pm 0,3$	$4,0 \pm 0,3$	$5,0 \pm 0,4$	$4,5 \pm 0,3$	$3,7 \pm 0,2$
$V_{\text{рекристал}}$	0,73	0,75	0,70	0,63	0,76
$V_{\text{субструт.}}$	0,22	0,20	0,30	0,36	0,23
$V_{\text{деформ}}$	0,05	0,05	0	0,01	0,01

При анализе поведения дислокационной структуры в процессе сверхпластической деформации в сплавах с нерекристаллизованной структурой отмечено, что уже после 10% деформации возрастает плотность дислокаций (рис. 5.28б). После 100 и 300% деформации плотность дислокаций снижается (рис. 5.28в,г), что свидетельствует в пользу прохождения динамической рекристаллизации при СПД и объясняет разупрочнение на кривых.

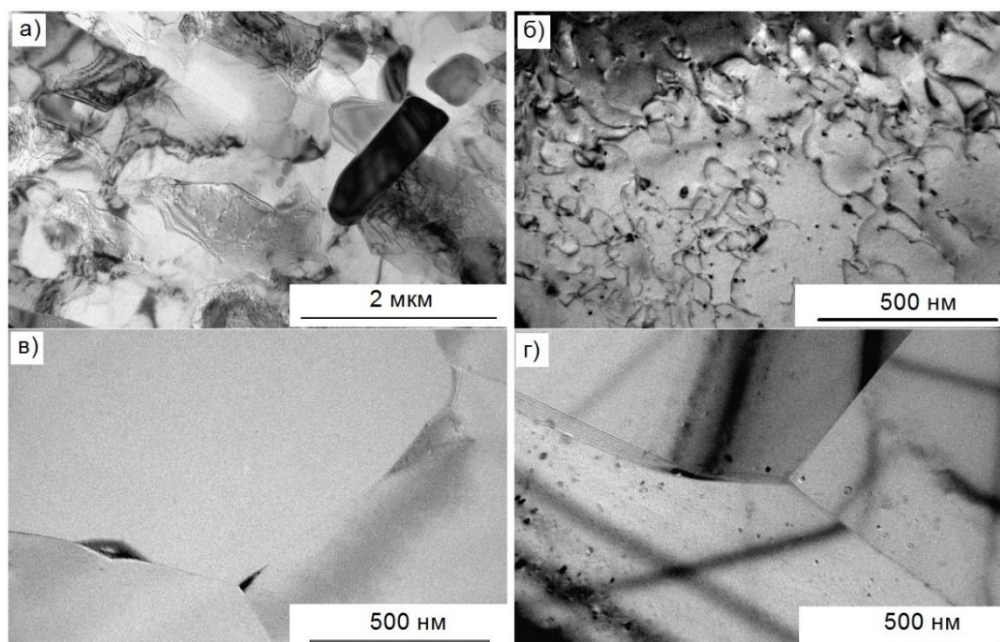


Рис. 5.28 – Эволюция дислокационной структуры в процессе сверхпластической деформации сплава Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc: исходная структура (а), после деформации на 10% (б), после деформации на 100% (в), после деформации на 300% (г).

5.4 Анализ остаточной пористости образцов после сверхпластической деформации

Важным показателем после сверхпластической деформации является остаточная пористость. Для определения её значения образцы сплавов Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr, Al–Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc, Mg–Fe–Ce–Mn–Cr с 6-7% крупных частиц, и Al–Mg–Er–Zr содержащего менее 2% крупных частиц, были растянуты на 100 и 300% при оптимальных для каждого сплава режимах деформации, обеспечивающих высокие относительные удлинения (рис. 5.29). В сплавах с Fe, Ni пористость незначительна, размер пор составил 5–20 мкм и объёмная доля пор не превысила 2% после деформации 300% (рис. 5.29а,д,б,е).

В сплаве с Се, Fe и Mn размер пор равен 5 ± 1 мкм и объёмная доля пор 5% до 100% деформации, а при 300% развивается значительная пористость с размерами областей пор от 10 до 80 мкм и их объёмной долей 10% (рис. 5.29в,ж).

В образцах сплава с Er, несмотря на самую маленькую долю крупных частиц второй фазы, остаточная пористость после сверхпластической деформации (рис. 5.29г,з). наибольшая. Размер пор составил 10–15 мкм и объёмная доля пор 10% после 100% деформации, и 25% пор, сливающихся в агломераты размером до 100 мкм, обнаружили после деформации 300%. Такие значения могут приводить к серьёзному снижению свойств конечного изделия, и, вероятно, вызваны неоднородностью зеренной структуры сплава формирующейся из-за динамической рекристаллизации.

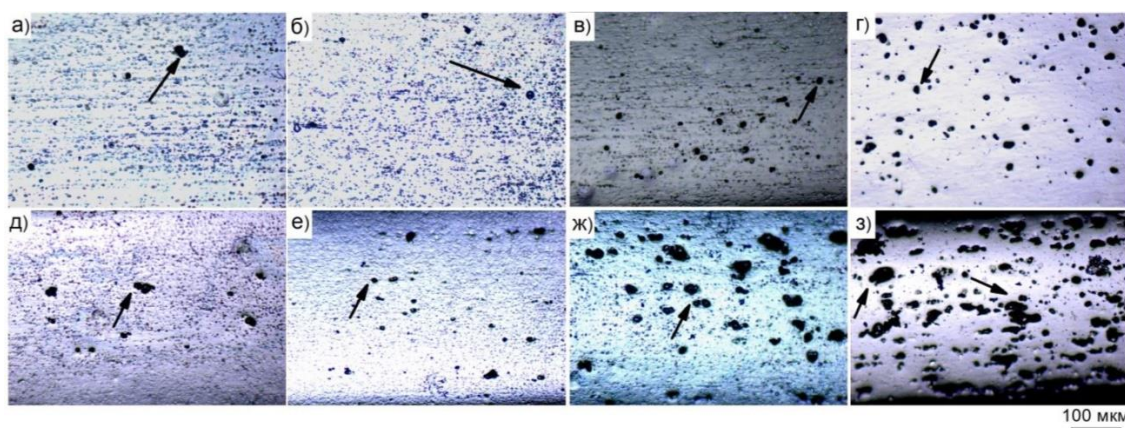


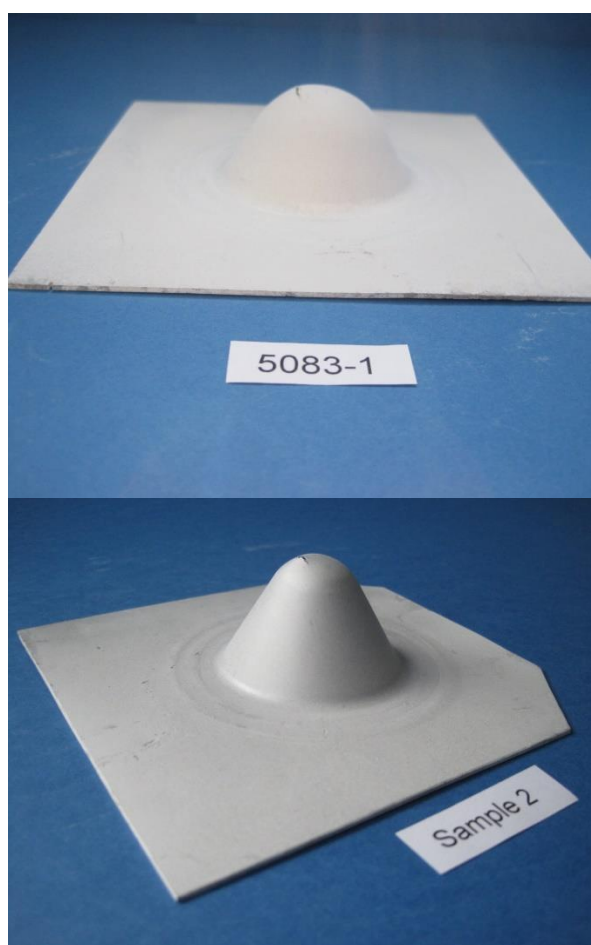
Рис. 5.29 – Пористость в образцах после деформации на 100% (а,б,в,г) и 300% (д,е,ж,з) сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (а,д) и Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (в,ж) при температуре 540°C и скорости деформации 10^{-2} c^{-1} , сплавов Al–Mg–Fe–Ni–Zr–0,1Sc (б,е) при температуре 460°C и Al–Mg–Er–Zr (г,з) при температуре 480°C и скорости деформации 10^{-2} c^{-1} . Черными стрелками указаны поры.

5.5 Сверхпластическая формовка модельных деталей

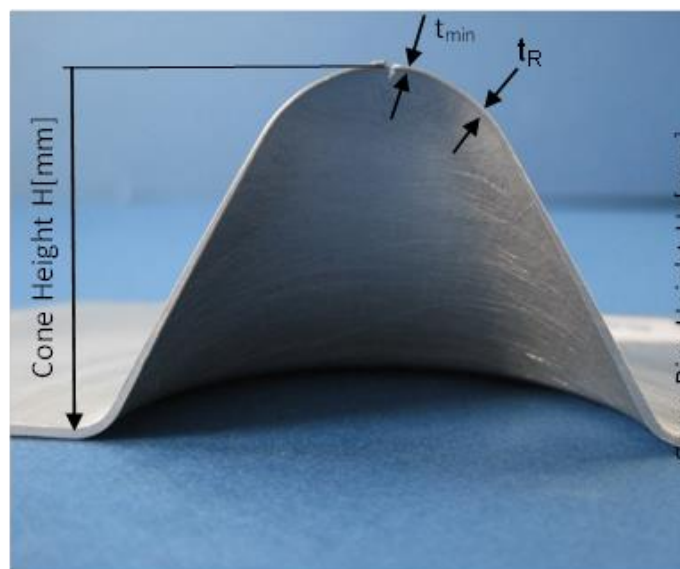
Для сравнения формруемости разработанного сплава Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr со сплавом AA5083 была использована промышленная технологическая проба выдувкой конуса из листа. Тест был проведен на предприятии FormTech, Германия (табл.5.4). Размеры листовых заготовок составляли 150×150 мм, при толщине листа 1.2 мм. Расчет кривой давление – время для реализации заданной скорости деформации осуществляли по данным испытаний на одноосное растяжение. Сравнения полученных результатов представлены в таблице 5.4.

Таблица 5.4 – Показатели промышленного теста сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr и AA5083sp

Материал	Т формовки, °C	Скорость деформации на стадии 1, с ⁻¹	Высота купола, мм	Толщина купола min, мм
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	495	1×10^{-2}	29,5	0,36
AA5083sp	552	1×10^{-2}	22,6	0,53
	545	1×10^{-3}	27,0	0,5



а



б

Рис. 5.30 – Внешний вид деталей (а) и схема измерения высоты купола и толщины детали (б) при проведении теста на формруемость (FormTech)

Скорость $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ является оптимальной для разработанного сплава, в то время как для промышленного сплава AA5083sp оптимальная скорость деформации

соответствует $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, что на порядок ниже. При одинаковой скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ экспериментальный сплав имеет высоту купола на 25% выше, чем AA5083sp. При сопоставлении полученных значений при оптимальных скоростях деформации показано, что деформация разработанного сплава (высота конуса) на 15% больше, чем сплава AA5083 (таблица 5.4), т.е. экспериментальный сплав демонстрирует большие допустимые деформации при на порядок большей скорости деформации. На рисунке 5.30 представлен внешний вид куполообразных деталей и схема измерения высоты купола и толщины детали при проведении теста на формуемость (cone test).

Для проведения сверхпластической формовки из экспериментальных листов сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr получены карточки размером $150 \times 150 \text{ мм}$ и толщиной 1.17 мм . На рисунке 5.32 представлены модельные детали, полученные методом сверхпластической формовки. Для поддержания постоянной скорости деформации в процессе сверхпластической формовки были рассчитаны зависимости давления от времени формовки по результатам испытаний с постоянной скоростью деформации (рисунок 5.31). Соответственно, деталь №1 типа «крест» (рис. 5.32а) формовали при скорости $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, а деталь №2 типа «купол» при скоростях деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рисунки 5.32б).

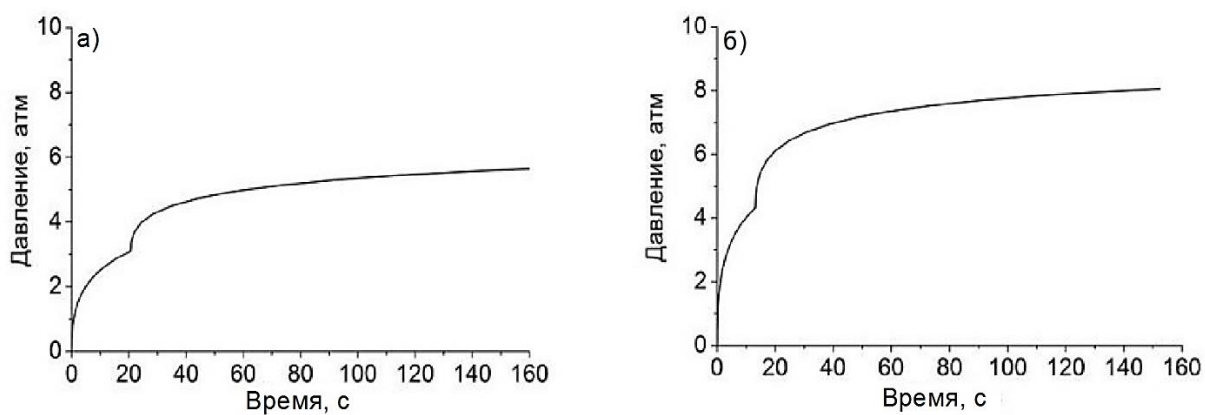


Рисунок 5.31 – Рассчитанные графики зависимости давления от времени формовки и скоростей деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а) и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (б).



а



б

Рисунок 5.32 – Модельные детали, полученные методом сверхпластической формовки: модель «крест» (а), модель «купол» (б)

С целью демонстрации возможностей получения тонкого поверхностного рельефа методом сверхпластической формовки с использованием разработанного сплава была проведена формовка листа в металлическую матрицу с декоративным сложным рисунком. Деталь диаметром 115 мм после формовки представлена на рисунке 5.33. Как видно из фотографии поверхности полученной детали, металл полностью воспроизводит гравюру матрицы (рис. 5.33в).



а



б



в

Рисунок 5.33 – Модельная деталь со сложным рельефом, полученная методом сверхпластической формовки из разработанного сплава

Таким образом, экспериментальные сплавы способны проявлять высокоскоростную сверхпластичность с относительным удлинением 400–600%, при скоростях деформации на порядок, чем сплав-аналог Al₉₀Vi₁₀–U.

Выводы по главе 5

1. Промышленный сплав Al₉₀Vi₁₀–U, и его полученные в лабораторных условиях аналоги Al–4,9Mg–1,2Mn и Al–4,9Mg–1,2Mn–0,1Cr с размерами зерен 7–9 мкм проявляют признаки сверхпластичности при температурах 0,95–0,97T_{пл} скоростях деформации 10^{–3}–10^{–2} с^{–1} с удлинениями 200–300%.
2. Сплав системы Al–4,8Mg–0,8Ce–0,6Fe, содержащий только крупные частицы эвтектического происхождения и не содержащий дисперсоидов демонстрирует признаки сверхпластичности только в области низких скоростей деформации 7×10^{–4} с^{–1} при температуре 0,97T_{пл} с относительным удлинением не более 300%. Низкие удлинения обусловлены существенным динамическим ростом зерна с 8,5±0,3 мкм перед деформацией до 15,6±0,8 мкм после 300% деформации.
3. Сплавы Al–(4,8–5,8)%Mg–(0,9–1,0)%Ni–(0,6–0,9)%Fe–(0,1Zr) и Al–4,8%Mg–0,8Ce–0,6Fe с добавками 0,6Mn и 0,15Cr с исходной перед сверхпластической деформацией рекристаллизованной структурой и средним размером зерна 4–6 мкм проявляют сверхпластичность при скоростях деформации 2×10^{–3} – 3×10^{–2} с^{–1} с относительным удлинением 300–600% при температуре 0,97T_{пл}, при этом, удлинение снижается с увеличением скорости деформации. Анализ эволюции структуры при сверхпластической деформации со скоростью 1×10^{–2} с^{–1} выявил незначительный рост зерна с 4,8±0,4 до 7,4±0,5 мкм до в сплавах с вытягиванием вдоль направления растяжения и увеличением доли малоугловых границ зерен, и увеличение плотности дислокаций в теле зерен. В случае применения низкотемпературной гомогенизации к сплаву Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr приводящей к выделению наноразмерных частиц I-фазы, относительные удлинения в сплаве увеличиваются, а динамического роста зерен не наблюдается.
4. Показано, что при использовании алюминия А85 взамен А99 приводящего к увеличению содержания примесей кремния и железа показатели сверхпластичности сплава Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr не ухудшаются, а в сплаве Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr относительное удлинение при скорости деформации 10^{–2} с^{–1} снижается в 1.6 раза, а напряжение течения повышается на 10%, что объясняется увеличением среднего размера зерна.
5. На примере сплава Al–5,8%Mg–0,8%Ni–0,6%Fe–0,6%Mn–0,15%Cr–0,1%Zr с 6% частиц микронных размеров эвтектического происхождения показано, что использование в

технологической цепочке получения листа гетерогенизационного отжига, нацеленного на выделение крупных частиц Al_3Mg_2 фазы, не оказывает существенного эффекта на показатели сверхпластичности.

6. Сплавы $\text{Al}-4,8\%\text{Mg}-0,9\text{Ni}-0,9\text{Fe}$ и $\text{Al}-4,8\%\text{Mg}-1\text{Ce}-0,6\text{Fe}$ с добавкой $0,3\%\text{Zr}$ и частично нерекристаллизованной структурой перед началом сверхпластической деформации демонстрируют 400–430% относительного удлинения при температуре 500°C ($0,91T_{\text{пл}}$) и постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$.
7. Показано, что введение совместно с $0,2-0,3\%\text{Zr}$ в сплавы $\text{Al}-4,8\%\text{Mg}-0,9\text{Ni}-0,9\text{Fe}$ и $\text{Al}-4,8\%\text{Mg}-1\text{Ce}-0,6\text{Fe}$ малых добавок $(0,05-0,1)\%\text{Sc}$ и в сплав $\text{Al}-4,8\%\text{Mg}$ добавки $0,3\%\text{Er}$ обеспечивает высокоскоростную сверхпластичность с удлинениями более 300% при постоянных скоростях деформации до $6 \times 10^{-2}-1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ в температурном диапазоне $420-500^\circ\text{C}$. После 10% сверхпластической деформации в сплавах значительно повышается плотность дислокаций в теле зерен, а при больших степенях деформации наблюдаются признаки динамической рекристаллизации, а именно, формируются зерна с малой плотностью дислокаций, увеличивается доля высокоугловых границ зерен при сохранении размера зерна в рекристаллизованном объеме 3–5 мкм.
8. В образцах сплавов системы $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Ni}-\text{Fe}-(\text{Zr}-\text{Sc}-\text{Mn}-\text{Cr})$ остаточная пористость не превышает 10% после 300% деформации при скорости деформации 10^{-2} c^{-1} , в сплаве системы $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Ce}-\text{Fe}-\text{Mn}-\text{Cr}$ объемная доля пор достигает 15%. Наибольшая остаточная пористость выявлена в сплаве $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Er}-\text{Zr}$, после 100% остаточная пористость достигает 10%, а после 300% деформации – 25%.
9. Испытаниями на двухосное растяжение формовкой в конус показано, что разработанный сплав $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Ni}-\text{Fe}-\text{Mn}-\text{Cr}$ способен к сверхпластической формовке при на порядок больших скоростях деформации, чем промышленный магниевый сплав АА5083sp. Методом сверхпластической формовки со скоростями $(0,5-1) \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ получены модельные детали сложной формы точно воспроизводящие гравюру матрицы.

Глава 6 Влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и показатели сверхпластичности исследуемых сплавов с разными параметрами структуры

Из сплавов Al–4,8Mg–1,2Mn–0,1Cr, Al–4,9Mg–0,9Ni–0,6Fe–0,6Mn–0,1Cr–0,1Zr, Al–4,7Mg–0,8Ce–0,6Fe–0,6Mn–0,1Cr и Al–4,8Mg–0,9Ni–0,9Fe–0,2Zr–0,1Sc были получены образцы размером $28 \times 28 \times 56$ мм³ для всесторонней изотермическойковки отлитые со скоростью охлаждения при литье примерно 3 К/с. Размер зерна в исходных слитках варьировался от 80 до 1000 мкм (рис. 6.3 а,б,в). Проводили до 6 циклов ($\epsilon=12,6$) ВИК при температуре 350°С. Параметры ВИК выбирали по данным литературы.

Размер эвтектических частиц в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc, полученном литем со скоростью охлаждения около 3К/с после отжига составил $1,2 \pm 0,1$ мкм и КФ=0,8. В процессе ВИК частицы кристаллизационного происхождения эффективно измельчаются и более равномерно распределяются по объёму образца (рис.6.1). Средний их размер послековки при 350°С составил $0,6 \pm 0,1$ мкм после 2, $0,5 \pm 0,1$ мкм после 4 и 6 полных циклов, при этом КФ=0,9. Таким образом, ВИК обеспечивает получение равноосных компактных частиц фаз эвтектического происхождения.

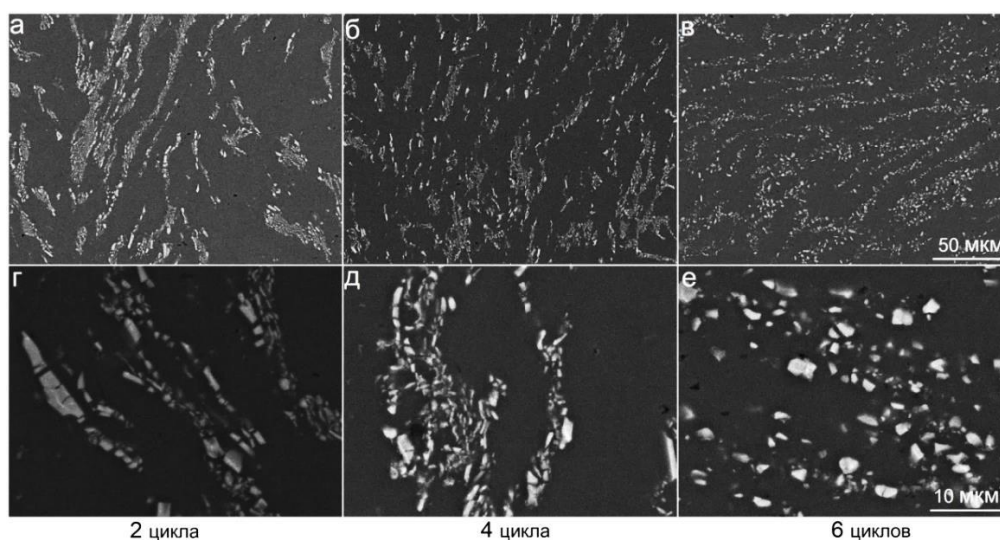


Рис. 6.1 – Изменение морфологии фазы Al₉FeNi в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc в процессе ВИК при 350°С после 2 циклов (а,г), 4 циклов (б,д) и 6 циклов (в,е).

Зеренная структура сплава эффективно измельчается в процессе ВИК. После 2 циклов прорабатывается $21 \pm 5\%$ объёма образца (рис. 6.2а,г), после 4 циклов структура представлена зернами размером 3–5 мкм в $82 \pm 4\%$ объёма образца (рис. 6.2б,д), а после 6

циклов образец представлен однородной рекристаллизованной структурой в $92\pm 5\%$ объема (рис. 6.2в,е), только отдельные участки периферийных зон остаются слабодеформированными.

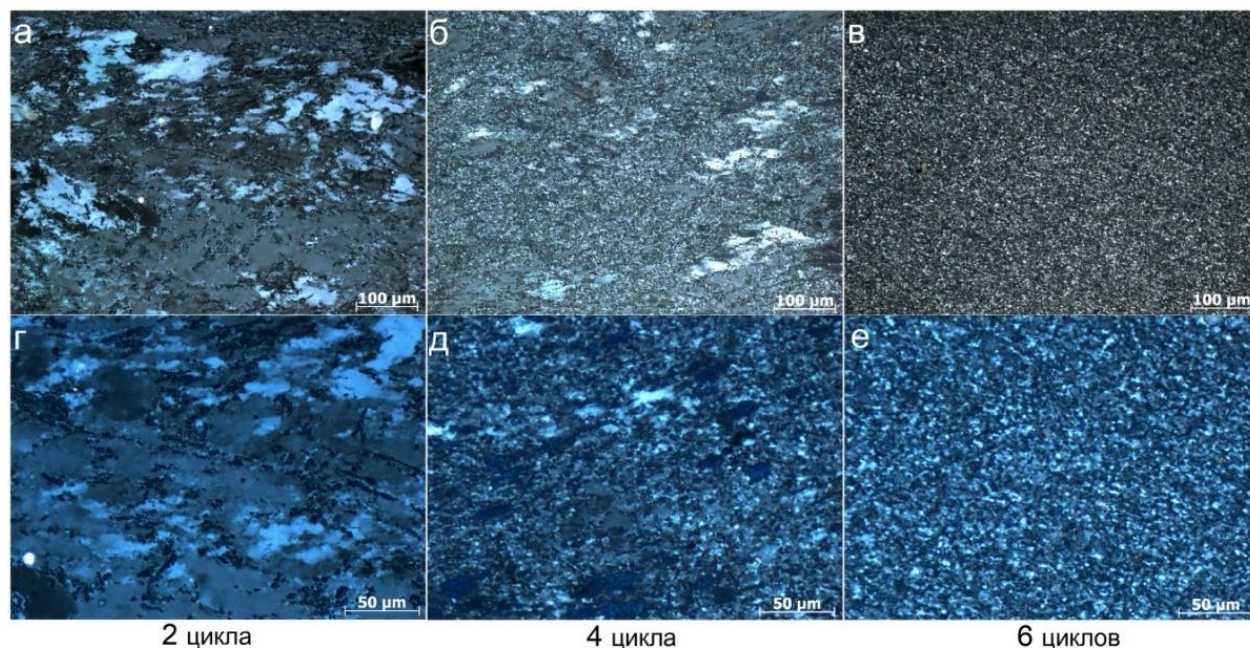


Рис.6.2 – Изменение микроструктуры в сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc в процессе ВИК при 350°C после 2 циклов (а,г), 4 циклов (б,д) и 6 циклов (в,е).

Эволюцию зеренной структуры (рис. 6.3) в зависимости от объемной доли частиц вторых фаз во времяковки можно проследить на примере сплавов с разной объемной долей частиц эвтектических фаз. Для этого были получены три сплава системы Al–4,8Mg–(1,1–3,9)% Ni–0,2Zr–0,1Sc с содержанием частиц Al_3Ni фазы 3, 5, 9% и средним размером $0,8\pm 0,1$ мкм с разбросом от 0,3 до 2,8 мкм и $KФ=0,8$. Структура после первого цикла остается практически нерекристаллизованной, при этом наблюдали появление деформационных полос в теле зерен и незначительное уменьшение поперечного размера зерен в направлении последнего обжатия при осадке. Некоторое число рекристаллизованных зерен появляется в отдельных участках центрального сечения только при объемной доле частиц 9%. Таким образом, при малых степенях деформации, вероятно, доминирует возврат. Зеренная структура после 5 циклов имела смешанный тип с участками нерекристаллизованных исходных зерен, имеющих дендритную структуру и участками мелких рекристаллизованных зерен средним размером около 1 мкм. С увеличением объемной доли эвтектических частиц при прочих равных структурных

параметрах существенно уменьшается доля исходных зерен с 50% при содержании 3% частиц до 5% в случае 9% частиц. Таким образом, структура сплава с 9% частиц является практически полностью рекристаллизованной и однородной после 5 полных цикловковки, что означает, что частицы при всесторонней ковке обеспечивают ускорение зародышеобразования при рекристаллизации и вносят значительный эффект в формирование ультрамелкозернистой структуры.

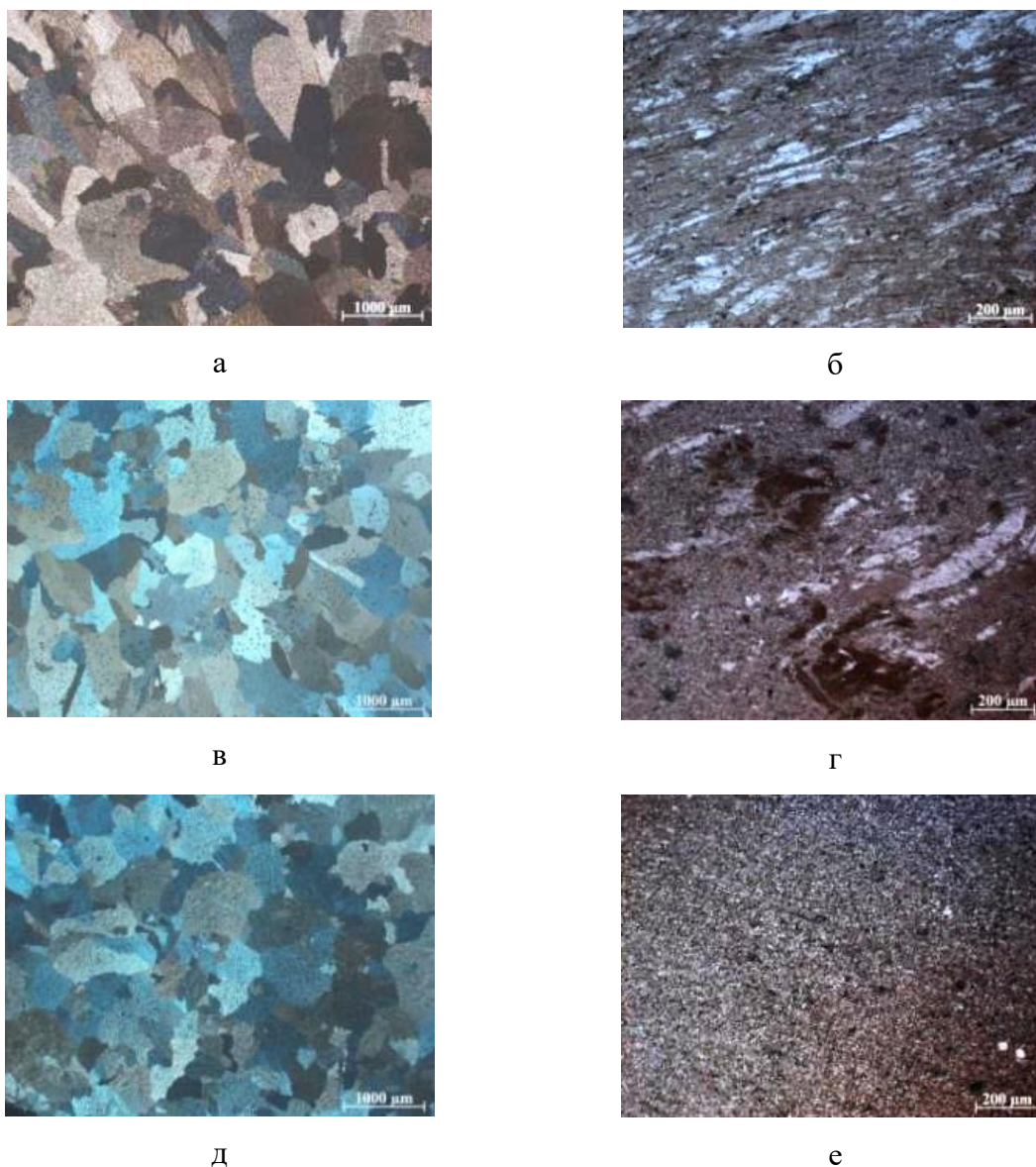


Рис. 6.3 – Зеренная структура сплавов с 3% (а,б), 5% (в,г) и 9% (д,е) в гомогенизированном состоянии (а,в,д) и после 5 циклов (б,г,е) при температуре 350°C.

Сравнение микроструктуры сплавов разных составов проводили после 6 циклов ВИК, когда в сплаве с 6% частиц наблюдали доминирование мелкозернистой структуры.

В сплавах наблюдали бимодальное распределение зерен по размерам с участками зеренной структуры размерами 10–100 мкм и участками равноосных мелких зерен размером 1–10 мкм (рис. 6.4г,д,е) в сплавах Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr. В сплаве Al–Mg–Mn–Cr и Al–Mg–Ni–Zr–Sc с наименьшей долей крупных частиц наблюдается самая большая неоднородность зеренной структуры по сечению образца. В сплавах со Sc и Zr при увеличении объемной доли частиц фазы эвтектического происхождения с 3 до 9% наблюдали увеличение однородности зеренной структуры с ростом доли рекристаллизованных мелкозернистых участков как после 3 циклов ВИК, так и после 5 циклов. При прочих равных в сплаве с 6% частиц размером 0,6 мкм формируется однородная рекристаллизованная структура в 95% объема образца после 6 циклов ВИК, а в сплаве с 9% частиц близкого размера после 5 циклов. При 3% объемной доле крупных частиц зеренная структура остается неоднородной после ВИК. Таким образом, среди разрабатываемых экспериментальных сплавов наиболее однородной зеренной структурой после ВИК обладал сплав Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc с повышенной объемной долей 6% частиц вторых фаз размером $0,5 \pm 0,1$ мкм и наноразмерными L12 дисперсоидами. Средний размер зерна в этом сплаве после всестороннейковки по результатам EBSD анализа составил $1,7 \pm 0,2$ мкм.

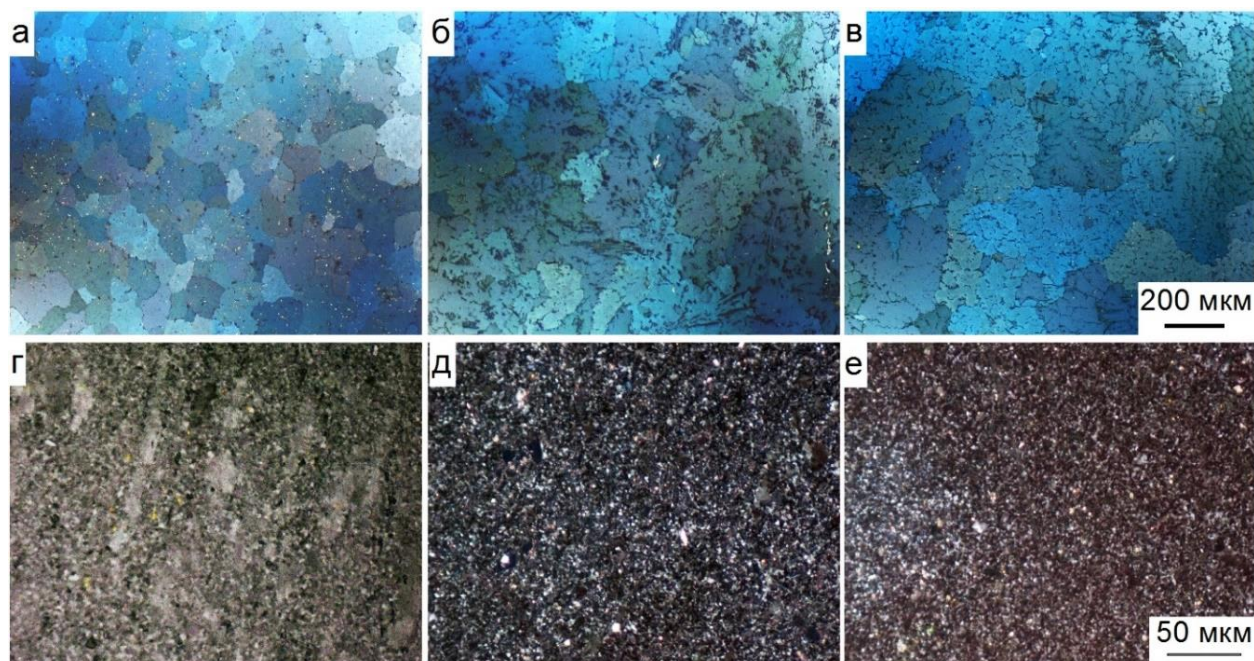


Рис. 6.4 – Микроструктура после гомогенизационного отжига (а,б,в) и ВИК (г,д,е) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,г), Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (б,д) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (в,е).

Анализ EBSD-карты образца Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc с наиболее однородной структурой, показал, что размер зерна в сплаве равен $1,7 \pm 0,2$ мкм (рис. 6.5). Структура преимущественно представлена высокоугловыми границами, доля субструктурного состояния занимает 68%, доля рекристаллизованного объема - 15%.

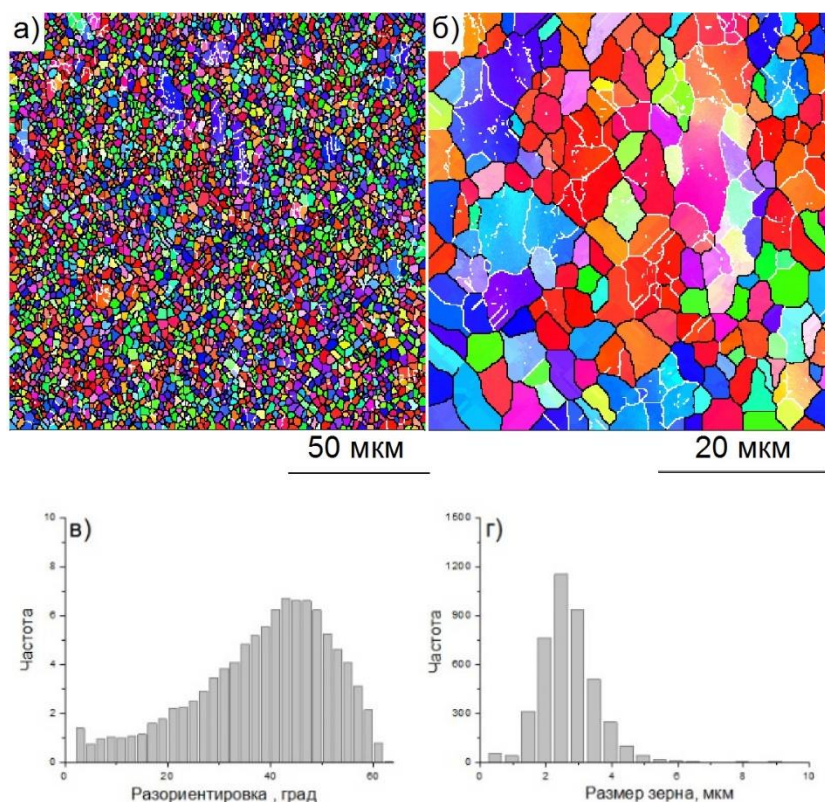


Рис. 6.5 – Карты EBSD после ВИК сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc. Гистограмма распределения границ зерен (v) и размера зерен (г).

ПЭМ анализ образцов вырезанных из центрального участка заготовок на равном расстоянии от центра (рис. 6.6) обнаружил во всех образцах после ВИК смешанную структуру с присутствием мало и высокоугловых границ зерен. Наблюдали дислокации в теле зерен и стенки из дислокаций. Частицы дисперсоидов (рис. 6.6д,е) в сплавах Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc сохранили компактную форму, а в сплаве Al–Mg–Mn–Cr, исходные вытянутые дисперсоиды марганцовистой фазы успешно фрагментировались и имели размер послековки 50 ± 6 нм (рис. 6.6г). В сплаве Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc частицы фазы $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ не изменили морфологию и размер (15 ± 1 нм) и сохранили когерентность алюминиевой матрице в процессе ВИК.

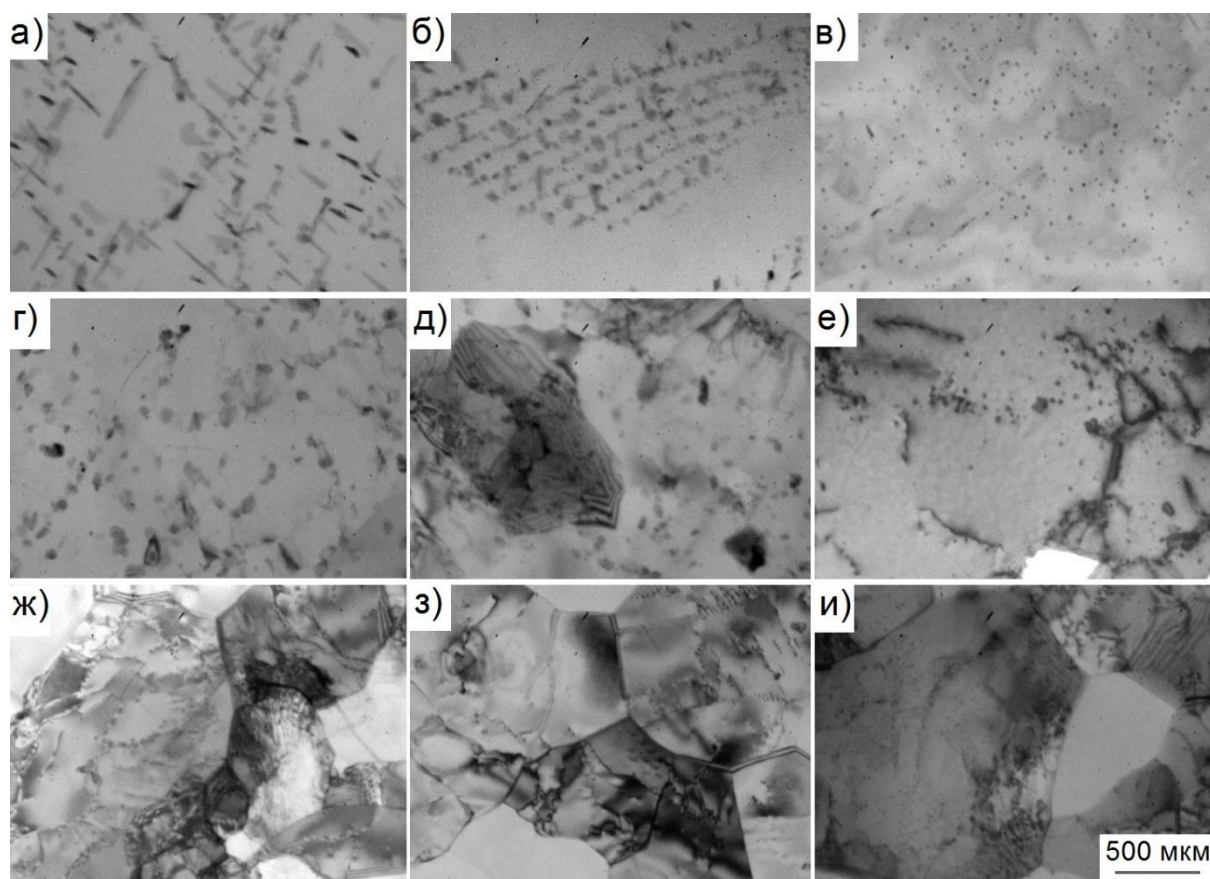


Рис. 6.6 – ПЭМ структура образцов сплавов после гомогенизационного отжига (а,б,в) и после всесторонней изотермическойковки со степенью деформации $\epsilon=12.6$ (г,д,е,ж,з,и) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,г,ж), Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (б,д,з) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (в,е,и).

Анализ термической стабильности структуры послековки был проведен при температурах 460 ($0,87T_{пл}$) и 540°C ($0,97T_{пл}$) (рис. 6.7). Термическая стабильность зеренной структуры, сформированной в процессе всестороннейковки, напрямую зависит от параметров частиц дисперсоидов. После отжига при температуре 460°C, 20 мин в образцах идут процессы собирательной рекристаллизации, крупные зерна резко увеличиваются в размерах, и доля мелких зерен сокращается. В сплавах без скандия при отжиге в 540°C, 20 мин размер зерна резко вырастает до 50–100 мкм и мелкозернистые области больше не наблюдаются, что говорит о термической нестабильности структуры, сформированной ВИК. Размер зерна в сплавах при высокотемпературном режиме отжига равен 28 ± 2 мкм в сплаве Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr (рис. 6.7е), 15 ± 2 мкм в сплаве Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (рис. 6.7ж). Сплав со скандием демонстрирует рекристаллизованное зерно $3,6 \pm 0,5$ мкм после отжига при 460°C и сохраняет микрозеренную структуру со средним

размером зерен $8,5 \pm 0,5$ мкм при повышении температуры отжига до подсолидусной – 540°C (рис. 6.7з).

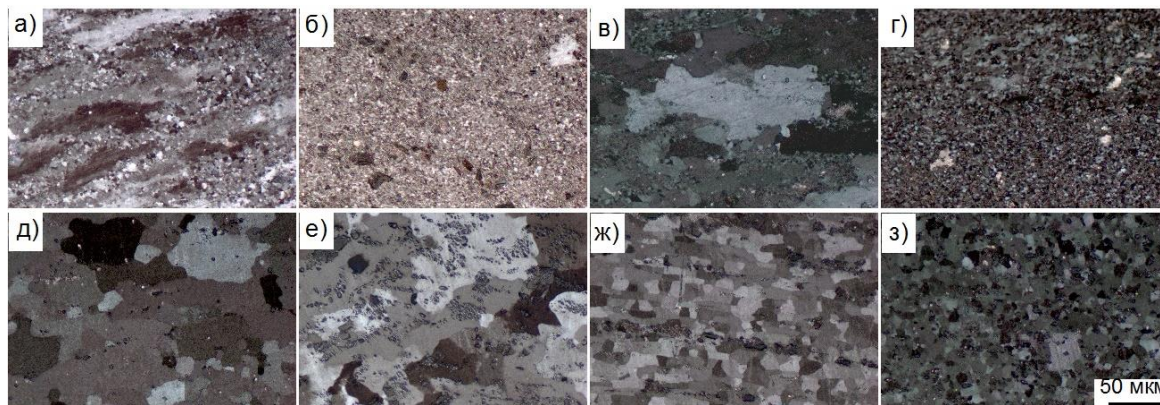


Рис. 6.7 – Зеренная структура после 6 циклов ковки и отжига при температурах 460°C (а,б,в,г) и 540°C (д,е,ж,з) сплавов Al–Mg–Mn–Cr (а,д) Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr (б,е), Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (в,ж) и Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (г,з).

Сравнивая микроструктуры сплавов с разными параметрами частиц вторых фаз можно сделать вывод, что для наиболее однородной и термически стабильной структуры после всесторонней ковки необходимы сплавы с бимодальным распределением частиц вторых фаз, при этом дисперсоиды нанометрических размеров необходимы для сдерживания динамической и статической рекристаллизации, а крупные частицы вторых фаз микронных размеров обеспечивают динамическую рекристаллизацию из большого числа центров, что приводит к повышению однородности микроструктуры.

Из образцов сплавов после ВИК были получены образцы для анализа показателей сверхпластичности. Испытания проводили при скорости 10^{-2} с^{-1} и температуре 460°C (рис. 6.8). Из-за неоднородности зеренной структуры после нагрева до температуры СПД сплавы Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr ожидаемо не проявляли признаков сверхпластичности (относительное удлинение $\approx 150\%$) (рис. 6.8а). Сплав Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc показал относительное удлинение 600% при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} , и 250% при увеличении скорости на порядок (рис. 6.8б). Близкие относительные удлинения сплав проявлял в образцах, полученных по традиционной технологии, включающей горячую и холодную деформацию прокаткой, однако, характер кривых отличается. Напряжение течения в образцах подвергнутых ВИК возрастает с увеличением степени деформации, что может говорить о динамическом росте зерна в

процессе сверхпластической деформации в образце, рекристаллизованная структура которого сформирована ВИК.

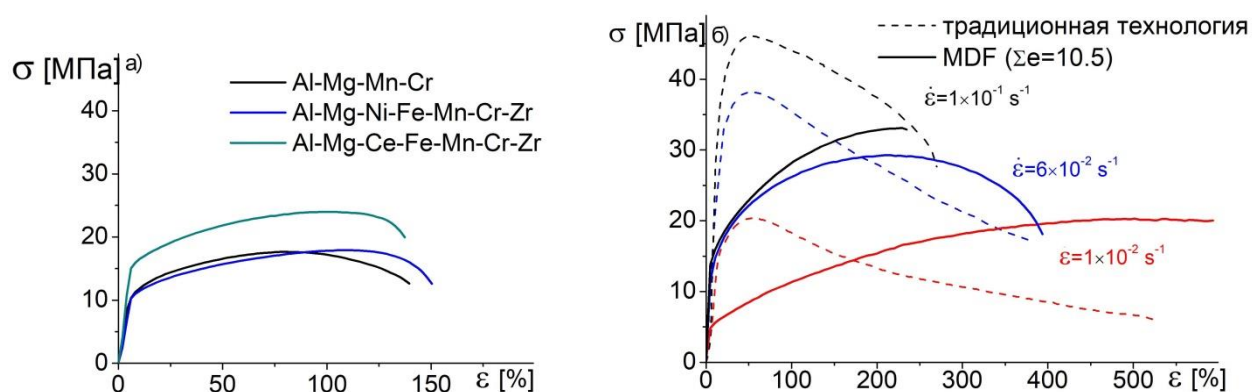


Рис. 6.8 – Зависимость напряжения течения от деформации при температуре 460°C в образцах после ВИК сплавов: Al–Mg–Mn–Cr, Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr, Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr при скорости деформации 10^{-2} c^{-1} (а) и сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc в сравнении с традиционной технологией (б).

Выводы по главе 6

1. Установлено, что всесторонняя изотермическая ковка с накопленной деформацией $\sum \epsilon = 12.6$ при температуре 350°C в образцах исследуемых сплавов уменьшает средний размер грубых частиц фаз кристаллизационного происхождения в 2 раза, обеспечивает уменьшение размера вытянутых марганцовистых дисперсоидов в 2–3 раза, и позволяет получить ультрамелкозернистую структуру до 90% объема образцы, при этом однородность зеренной структуры повышается с увеличением объемной доли околomикронных частиц фаз эвтектического происхождения.
2. Показано, что нагрев подвергнутых всесторонней ковке образцов сплавов, легированных марганцем в качестве основного дисперсоидообразующего элемента до температуры 460°C приводит к значительной неоднородности зеренной структуры с присутствием областей мелких размеров до 5 мкм и крупных зерен размером более 50 мкм, что не обеспечивает сверхпластичного состояния, а в сплаве легированном дисперсоидообразующими скандием и цирконием сохраняется однородная зеренная структура со средним размером зерен $3,6 \pm 0,5 \text{ мкм}$, которая обеспечивает сплаву сверхпластичное состояние с относительным удлинением до 250–600% в интервале постоянных скоростей деформации $1 \times 10^{-2} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$.

Глава 7. Сравнение механических свойств сплавов при комнатной температуре

Уровень прочностных свойств сплавов при комнатной температуре в отожженном состоянии выше, чем у стандартных сплавов с близким содержанием магния. Максимальный предел текучести демонстрируют сплавы с Zr и Sc в системе Al–Mg–Fe–Ni, предел текучести и предел прочности равны 270 и 385 МПа, в сплаве системы Al–Mg–Fe–Ce 220 и 350 МПа, соответственно. Близкий уровень механических свойств демонстрирует сплав с Er и Zr. В целом стоит отметить, что сплавы с Fe–Ni имеют более высокий уровень прочностных свойств, чем сплавы легированные Fe–Ce. При этом сплавы с Fe–Ni менее чувствительны к чистоте алюминия, применяемого для плавки. При использовании алюминия А85, механические свойства сплава системы Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr не снижаются, а у сплава Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr предел текучести снижается на 20 МПа, при сохранении предела прочности и характеристик пластичности.

Таблица 7.1 – Механические свойства экспериментальных сплавов в отожженном состоянии при комнатной температуре

Сплав	Механические свойства		
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Al–4,9Mg–0,3Er–0,3Zr	244±6	378±6	17±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Zr–0,3Zr	202±3	320±4	18±1
Al–5,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	215±3	330±5	20±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr	205±4	342±6	19±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr	190±5	360±5	22±1
Al–4,8Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–Zr (A85)	203±2	360±5	20±1
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–0,1Sc	270±5	385±3	14±2
Al–Mg–Ce–Fe	130±2	280±5	20±1
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr	193±2	329±4	22±1
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr (A85)	176±3	326±4	23±1
Al–Mg–Ce–Fe–0,3Zr	217±5	334±5	18±2
Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc	221±4	352±6	14±1
Alnovi–U	175±3	340±5	30±1

Режим гомогенизационного отжига сплава Al–Mg–Mn значительно влияет на механические свойства при комнатной температуре (табл. 7.2). Дисперсоиды среднего размера 35 ± 3 нм с квазикристаллической структурой, формирующиеся в результате низкотемпературной гомогенизации, и сохраняющие размер при термомеханической обработке, повышают температуру начала рекристаллизации и обеспечивают более высокие значения предела текучести и предела прочности, чем листы, полученные с использованием высокотемпературной гомогенизации содержащие частицы дисперсоидов среднего размера 85 ± 5 нм. Так, после смягчающего отжига при 270°C (выше температуры сольвуса фазы Al_3Mg_2 сплава $\approx 260^{\circ}\text{C}$), листы, полученные по низкотемпературному режиму, имеют предел текучести и предел прочности выше на 37 и 14 МПа, соответственно, чем листы, полученные по высокотемпературному режиму гомогенизации. Более высокие прочностные свойства в листах, полученных по низкотемпературной гомогенизации, наблюдали и после отжига при 400°C , объяснить рост свойств можно совокупным влиянием дисперсных частиц на способность тормозить движение дислокаций и повышением стойкости к рекристаллизации.

Таблица 7.2 – Механические свойства сплава Al–Mg–Mn.

Режим	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %
гомогенизационного отжига	Отжиг 265°C , 20 мин			Отжиг 400°C , 20 мин		
360°C , 8 часов	360 ± 2	442 ± 2	9 ± 1	212 ± 7	375 ± 8	22 ± 2
450°C , 8 часов	323 ± 6	428 ± 5	11 ± 1	173 ± 8	355 ± 10	25 ± 3

Механические свойства исследуемых сплавов после 100% СПД снижаются: предел текучести на 7–13%, предел прочности на 3–8% при сохранении характеристик пластичности, а в сплаве Alnovi–U на 17 и 12%, соответственно, а относительное удлинение снижается в 1,8 раза (табл. 7.3).

Снижение прочности можно объяснить формированием при СПД рекристаллизованной структуры в сплавах со Sc, ростом зерна в сплавах с Mn и остаточной пористостью, развивающейся при сверхпластическом течении.

Таблица 7.3 – Механические свойства сплавов после сверхпластической деформации.

Сплав	Температура деформации, скорость деформации, степень деформации	Механические свойства до деформации (отжиг 20 минут при температуре деформации)			Механические свойства после сверхпластической деформации		
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr	500°C, 10^{-2} с ⁻¹ , 100%	193±2	329±4	22±1	170±3	320±6	23±1
	500°C, 5×10^{-2} с ⁻¹ , 100%				181±5	350±8	23±2
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc	460°C, 10^{-2} с ⁻¹ , 100%	270±5	385±3	14±2	235±8	355±10	13±2
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc (ВИК)	460°C, 10^{-2} с ⁻¹ , 100%	230±5	346±5	24±1	206±10	315±10	12±2
Alnovi–U	520°C, 2×10^{-3} с ⁻¹ , 100%	175±5	340±5	30±1	145±4	300±5	17±1

Для оценки возможности снижения свойств из-за коррозионного воздействия сплавы выдержали в растворе, имитирующем морскую воду, в течение 15 и 30 суток, а также был проведен экспресс-тест (сутки в концентрированном растворе), результаты которого хорошо коррелируются с результатами стандартного теста. После извлечения образцов из раствора, была визуальна оценена поверхность листов и определены механические свойства (табл. 7.4).

Для сравнения был испытан и промышленный лист сплава Alnovi–U. Состояние поверхности и механические свойства сплавов Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr и Alnovi–U не изменились. У образцов сплава Al–Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr в результате выдерживания 15 суток изменений не наблюдали, после 30 суток в коррозионно-агрессивной среде, снизился предел прочности в среднем с 342 до 320 МПа, относительное удлинение снизилось, но в пределах доверительного интервала при сохранении предела текучести на прежнем уровне.

Таблица 7.4 – Механические свойства сплавов после отжига и вылеживания в коррозионно–агрессивной среде искусственной морской воды.

Сплав	Состояние	Механические свойства		
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Al–4,8Mg–0,9Fe–0,9Ni–0,1Zr–0,1Sc	Отжиг	270±5	385±3	14±2
	Отжиг+экспресс–тест на коррозию	265±5	380±5	12±1
Al–5,8Mg–Fe–Ni–Mn–Cr–Zr	Отжиг	215±3	330±5	20±1
	Отжиг+экспресс–тест на коррозию	210±5	320±5	18±1
Al–4,8Mg–1Ce–0,6Fe–0,6Mn–0,1Cr	Отжиг	193±2	329±4	22±1
	Отжиг+экспресс–тест на коррозию	195±5	330±5	24±1
	Отжиг+15 суток коррозии	194±3	331±3	24±2
	Отжиг+30 суток коррозии	196±2	332±3	26±2
Al–4,8Mg–0,7Fe–0,9Ni–0,6Mn–0,1Cr–0,1Zr	Отжиг	203±3	342±5	19±1
	Отжиг+15 суток коррозии	198±5	333±6	16±2
	Отжиг+30 суток коррозии	198±5	320±5	15±3
Alnovi–U	Отжиг	175±5	340±5	30±1
	Отжиг+15 суток коррозии	180±1	348±5	29±1
	Отжиг+30 суток коррозии	181±3	351±5	28±2

Для сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc показано, что послековки значительно повысились прочностные свойства, до уровня термически упрочняемых сплавов на основе алюминия, но при снижении пластичности при комнатной температуре (табл. 7.5). Предел текучести и предел прочности повысились на 40 и 17%, соответственно, однако, удлинение снизилось более чем в 4 раза.

Таблица 7.5 – Механические свойства сплава Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc полученного по разным режимам ТМО.

Сплав	Состояние	Механические свойства		
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc	ТМО	270±5	385±3	14±2
	ВИК	440±5	465±6	3±1
	ВИК + 460°С, 20 мин	230±5	346±5	24±1

Выводы по главе 7

1. Установлено, что исследуемые сплавы с марганцем в качестве основного дисперсоидообразующего элемента имеют повышенные на 10–20% по сравнению со сплавом аналогом Alnovi–U прочностные свойства в отожженном состоянии при значениях относительного удлинения около 20%. При этом, в целом сплавы с Fe–Ni имеют более высокие прочностные свойства, чем сплавы с Fe–Ce: предел текучести выше на 10 МПа при дополнительном легировании Mn, Cr и на 50 МПа при легировании Sc и Zr.

2. Показано, что использование алюминия марки А85 не снижает уровня механических свойств в сплаве $\text{Al-4,8Mg-1Ni-0,6Fe-0,6Mn-0,15Cr-0,1Zr}$. В сплаве $\text{Al-4,8Mg-1Ce-0,6Fe-0,6Mn-0,05Cr}$ при сохранении предела прочности и характеристик пластичности предел текучести снижается на 15 МПа, что можно объяснить формированием более крупного рекристаллизованного зерна.
3. Установлено, что листы сплава Al-Mg-Mn после смягчающего отжига при 400°C, полученные по низкотемпературному режиму гомогенизационного отжига 360°C, 8 часов, имеют предел текучести и предел прочности выше на 37 и 14 МПа, соответственно, чем листы, полученные с использованием гомогенизации при 450°C, 8 часов.
4. Механические свойства промышленного сплава системы Al-Mg-Mn-Cr и сплавов с Ce и Fe до и после вылеживания в коррозионно-агрессивной среде не отличались, при этом, легирование Fe и Ni приводит к незначительному снижению характеристик пластичности и снижению предела прочности на 20 МПа при сохранении предела текучести на прежнем уровне.
5. На примере сплава $\text{Al-4,8Mg-0,9Ni-0,9Fe-0,2Zr-0,1Sc}$ показано, что всесторонняя изотермическая ковка при формировании рекристаллизованной равноосной структуры повышает прочностные свойства сплава до уровня термически упрочняемых алюминиевых сплавов.
6. Показано, что после 100% сверхпластической деформации со скоростью 10^{-2} с^{-1} в сплавах $\text{Al-4,8Mg-0,9Ni-0,9Fe-0,2Zr-0,1Sc}$ и $\text{Al-4,8Mg-1,0Ce-0,6Fe-0,6Mn-0,1Cr}$ предел текучести снижается не более чем на 22–35 МПа при сохранении относительного удлинения на прежнем уровне, тогда как в сплаве $\text{Al}_{\text{novi}}\text{-U}$ предел текучести снижается на 30 МПа при снижении относительного удлинения в 1,8 раза.

Выводы по работе

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

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

2) Показано, что сплав на основе системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr–(Zr), благодаря формированию структуры с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам – эвтектической Al_9FeNi фазы размером $0,6 \pm 0,1$ мкм с объемной долей 6% и наноразмерных дисперсоидов фаз содержащих марганец, хром и цирконий размерами 15–75 нм, имеет размер зерна перед началом сверхпластической деформации 4–5 мкм. Такая структура обеспечивает способность к сверхпластической деформации при постоянных скоростях деформации от 2×10^{-3} до $3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с относительным удлинением 300–600% и коэффициентом скоростной чувствительности напряжения течения 0,4–0,6. Способность сплава к высокоскоростной сверхпластической формовке подтверждена испытаниями на двухосное растяжение и успешным получением модельных деталей, точно воспроизводящих гравюру матрицы.

3) Установлено, что в сплаве системы Al–Mg–Ce–Fe–Mn–Cr, в процессе низкотемпературного гомогенизационного отжига при 360°C в течение 24 ч выделяются частично когерентные алюминиевому твердому раствору дисперсоиды икосаэдрической квазикристаллической I–фазы обогащенные марганцем, хромом и железом и имеющие средний размер 38 ± 5 нм, которые совместно с крупными, средним размером $0,7 \pm 0,1$ мкм, частицами фаз эвтектического происхождения $Al_{20}Mn_2Ce$, $Al_{10}Fe_2Ce$ и $Al_{13}Fe_4$

обеспечивают сплаву стабильную при сверхпластической деформации структуру с размером зерна $4,7 \pm 0,2$ мкм и сверхпластичное состояние при скоростях деформации $2 \times 10^{-3} - 3 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с относительным удлинением 300–600% и коэффициентом скоростной чувствительности напряжения течения больше 0,3.

4) Показано, что в сплаве системы Al–Mg–Ni–Fe с 0,2%Zr и 0,1%Sc после одноступенчатого гомогенизационного отжига при температурах 400–430°C фаза $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ с $L1_2$ структурой образуется по механизму непрерывного распада твердого раствора, преимущественно гетерогенно на дислокациях и малоугловых границах зерен, в виде наноразмерных дисперсоидов среднего размера 11 ± 1 нм, и механизму прерывистого распада с формированием веерообразных выделений вблизи высокоугловых границ зерен. После двухступенчатых режимов отжига с высокотемпературной второй ступенью признаков прерывистого распада не обнаружено, $L1_2$ дисперсоиды выделяются как гетерогенно вблизи дислокаций и малоугловых границ зерен, так и гомогенно в теле зерен. Высокая плотность распределения дисперсоидов среднего размера 14 ± 1 нм получена при использовании двухступенчатого отжига слитка при 400 и 470°C, а повышение температуры отжига до 500°C приводило к увеличению среднего размера $L1_2$ дисперсоидов до 20 ± 2 нм.

5) Показано, что благодаря высокой плотности распределения $L1_2$ -дисперсоидов зеренная структура листов сплавов Al–Mg–Ni–Fe–Zr–Sc, Al–Mg–Zr–Er, Al–Mg–Ce–Fe–Zr–Sc, полученных горячей и холодной прокаткой остается частично нерекристаллизованной перед началом сверхпластической деформации при температурах до $0,97T_{\text{пл}}$, а в процессе сверхпластического течения происходит динамическая рекристаллизация с формированием зерен, имеющих средний размер в интервале 3–5 мкм, что обеспечивает сплавам сверхпластичность при скоростях деформации $10^{-2} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ с относительным удлинением 300 – 600%.

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

7) В сплаве с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам крупных Al_9FeNi и наноразмерных $L1_2$ $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ всесторонняя изотермическая ковка при температуре 350°C с накопленной деформацией $\sum \epsilon = 12,6$ позволяет сформировать в более

90% объема образца однородную структуру со средним размером зерна $1,7 \pm 0,1$ мкм. Нагрев подвергнутых всесторонней ковке образцов сплавов до температуры сверхпластической деформации 460°C сохраняет однородную структуру со средним размером зерна $3,6 \pm 0,5$ мкм, которая обеспечивает сплаву сверхпластичное состояние с относительным удлинением 250–600% в интервале постоянных скоростей деформации $1 \times 10^{-2} - 1 \times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$.

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

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

Список использованных источников.

- [1] И.И. Новиков, В.К. Портной, Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном, 1981.
- [2] О.А. Кайбышев, Ф.З. Утяшев, Сверхпластичность, измельчение структуры и обработка труднодеформируемых сплавов, Наука М., 2002.
- [3] Р.А. Васин, Ф.У. Еникеев, Введение в механику сверхпластичности, Гилем, Уфа, 1998.
- [4] Д.С. Рылов, Исследование и разработка алюминиевого сплава для сверхпластической формовки с повышенными скоростями деформации, дисс. канд. техн. наук. - М., 2005. - 136 с.
- [5] R. Grimes, R. Dashwood, H. Flower, Processing of high superplastic strain rate aluminium alloys, Alum. Int. Today. 15 (2003) 64–66.
- [6] E. Nes, J.A. Wert, The production of automotive body panels in 5083 SPF aluminium alloy, Scr. Metall. 18 (1984) 1433–1438.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.357-359.59>.
- [7] A.J. Barnes, Industrial applications of superplastic forming: Trends and prospects, in: Mater. Sci. Forum, 2001: pp. 3–16. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.357-359.3>.
- [8] L.D. Hefti, Commercial airplane applications of superplastically formed AA5083 aluminum sheet, J. Mater. Eng. Perform. 16 (2007) 136–141.
<https://doi.org/10.1007/s11665-007-9023-5>.
- [9] И.И. Новиков, Промышленные сплавы для сверхпластической формовки, Цветные Металлы. 5 (1987) 72–78.
- [10] E. Nes, J.A. Wert, High strain rate superplastic aluminium alloys: The way forward?, Scr. Metall. 18 (1984) 1433–1438. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.357-359.357>.
- [11] R. Grimes, R.J. Dashwood, H.M. Flower, Сверхпластичные алюминиевые сплавы для обработки с высокой скоростью деформации, Alum. Int. Today. J. Alum. Prod. Process. Выпуск На Русском Языке. (2004) 10–11.

- [12] X.G. Wang, Q.S. Li, R.R. Wu, X.Y. Zhang, L. Ma, A Review on Superplastic Formation Behavior of Al Alloys, *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2018 (2018).
<https://doi.org/10.1155/2018/7606140>.
- [13] T.G. Langdon, Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement, *Acta Mater.* 61 (2013) 7035–7059.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>.
- [14] V.V. Teleshov, About computation of homogenization regimes for aluminum alloys, *Met. Sci. Heat Treat.* 49 (2007) 320–324.
- [15] C.E. Pearson, The viscous properties of extruded eutectic alloys of lead-tin and bismuth-tin, *J. Inst. Met.* 54 (1934) 111–123.
- [16] A.A. Bochvar, Z.A. Sviderskaya, Superplasticity in Zinc-Aluminum Alloys, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Otd. Tekh. Nauk.* 9 (1945) 821–827.
- [17] W.A. Backofen, I.R. Turner, D.H. Avery, Superplasticity in an Al-Zn Alloy, *Trans. ASM.* 57 (1964) 980–990.
- [18] T.G. Nieh, J. Wadsworth, O.D. Sherby, *Superplasticity in metals and ceramics*, Cambridge university Press, New York, 2005.
- [19] Y. yi PENG, Z. min YIN, B. NIE, L. ZHONG, Effect of minor Sc and Zr on superplasticity of Al-Mg-Mn alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.* 17 (2007) 744–750. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(07\)60167-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(07)60167-8).
- [20] A. Kumar, A.K. Mukhopadhyay, K.S. Prasad, Superplastic behaviour of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy AA7010 containing Sc, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 854–857.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.010>.
- [21] S.W. Lee, J.W. Yeh, Superplasticity of 5083 alloys with Zr and Mn additions produced by reciprocating extrusion, *Mater. Sci. Eng. A.* 460–461 (2007) 409–419.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.01.121>.
- [22] D.Y. Maeng, J.H. Lee, S.I. Hong, The effect of transition elements on the superplastic behavior of Al-Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 357 (2003) 188–195.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00160-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00160-6).

- [23] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, R. Grimes, High strain rate superplasticity in friction stir processed Al-Mg-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 351 (2003) 148–153. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00824-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00824-9).
- [24] V.K. Portnoy, D.S. Rylov, V.S. Levchenko, A. V. Mikhaylovskaya, The influence of chromium on the structure and superplasticity of Al-Mg-Mn alloys, *J. Alloys Compd.* 581 (2013) 313–317. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.07.075>.
- [25] B. Smolej, E.S. Skaza, Influence of Scandium Additions and Various Alloy Sheet Thickness on the Superplastic Properties of Al-Mg and Al-Mg-Mn Alloys, in: *Proc. 12th Int. Conf. Alum. Alloy., The Japan Institute of Light Metals, Yokohama, Japan, 2010*: pp. 890–895.
- [26] J.C. Williams, E.A. Starke, Progress in structural materials for aerospace systems, *Acta Mater.* 51 (2003) 5775–5799. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.08.023>.
- [27] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov, Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al–Mg–Sc–Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 538 (2012) 386–390. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.041>.
- [28] E. Nes, N. Ryum, O. Hunderi, On the Zener, *Acta Mater.* 33 (1985) 11–22.
- [29] Портной В.К., Роль оптимизации гетерогенности в подготовке ультрамелкозернистой структуры сверхпластичных сплавов, *Изв. Вузов. Цветная Металлургия.* 1 (1985) 93–107.
- [30] F.J. Humphreys, The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium, *Acta Metall.* 25 (1977) 1323–1344. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(77\)90109-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90109-2).
- [31] М.. Маркушев, О принципах деформационных методов измельчения зерен алюминиевых сплавов до ультрамелких размеров. I. Мелкозернистые сплавы., *Физика Металлов И Металловедение.* 108 (2009) 46–53.
- [32] М.. Маркушев, О Принципах Деформационных Методов Измельчения Зерен Алюминиевых Сплавов. Ч.2. Ультрамелкозернистые сплавы, *Физика Металлов И Металловедение.* 108 (2009) 169–179.
- [33] N.A. Belov, Quantitative phase analysis of the Al-Zn-Mg-Cu-Ni phase diagram in the

- region of compositions of high-strength nickalines, *Russ. J. Non-Ferrous Met.* 51 (2010) 243–249. <https://doi.org/10.3103/S1067821210030090>.
- [34] A.V. V. Mikhaylovskaya, M.A.A. Ryazantseva, V.K.K. Portnoy, Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 7306–7309. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.042>.
- [35] В.К. Портной, А.О. Никифоров, И.Л. Константинов, А.В. Куманин, Сверхпластичность сплава В95, *Технология Легких Сплавов.* 1 (1984) 5–8.
- [36] Y.N. Mansurov, A.A. Aksenov, V.P. Reva, Influence of the chill-mold casting process on the structure and properties of aluminum alloys with eutectic constituents, *Tsvetnye Met.* (2018) 77–81.
- [37] X.Y. Lü, E.J. Guo, P. Rometsch, L.J. Wang, Effect of one-step and two-step homogenization treatments on distribution of Al₃Zr dispersoids in commercial AA7150 aluminium alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* 22 (2012) 2645–2651. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(11\)61512-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(11)61512-4).
- [38] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, V.S. Levchenko, V.K. Portnoy, The study of the technology parameters on the superplasticity of the new Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr base alloy, *Materwiss. Werksttech.* 45 (2014) 822–827. <https://doi.org/10.1002/mawe.201400287>.
- [39] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov, Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al-Mg-Sc-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 538 (2012) 386–390. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.041>.
- [40] Y.A. Filatov, V.I. Yelagin, V. V Zakharov, New Al-Mg-Sc alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 97–101. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00673-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00673-5).
- [41] П.В.К. Михайловская А.В., Левченко В.С., Сагалова Т.Б., Влияние добавок циркония, хрома и никеля на структуру и показатели сверхпластичности сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu., *Известия Вузов. «Цветная Металлургия».* 4 (2008) 39–44.
- [42] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, A. V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity, *J. Alloys Compd.* 599 (2014) 139–144. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.061>.
- [43] V.S. Zolotarevskiy, R.I. Dobrozhinskaya, V. V. Cheverikin, E.A. Khamnagdaeva, A. V.

- Pozdniakov, V.S. Levchenko, E.S. Besogonova, Strength and substructure of Al–4.7Mg–0.32Mn–0.21Sc–0.09Zr alloy sheets, *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 407–414.
<https://doi.org/10.1134/S0031918X17020144>.
- [44] M. V. Markushev, E. V. Avtokratova, O.S. Sitdikov, Effect of the initial state on nanostructuring and strengthening of middle- and high-strength age-hardenable aluminum alloys under severe plastic deformation (Review), *Lett. Mater.* 7 (2017) 459–464.
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2017-4-459-464>.
- [45] N.O. Korotkova, N.A. Belov, N.N. Avxentieva, A.A. Aksenov, Effect of Calcium Additives on the Phase Composition and Physicomechanical Properties of a Conductive Alloy Al–0.5% Fe–0.2% Si–0.2% Zr–0.1% Sc, *Phys. Met. Metallogr.* 121 (2020) 95–101.
- [46] В.К. Портной, А.В. Михайловская, А.Г. Мочуговский, А.Д. Котов, Способ получения сверхпластичного плакированного материала на основе алюминия, 2011.
- [47] O. Engler, S. Miller-Jupp, Control of second-phase particles in the Al-Mg-Mn alloy AA 5083, *J. Alloys Compd.* 689 (2016) 998–1010.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.070>.
- [48] O. Engler, Z. Liu, K. Kuhnke, Impact of homogenization on particles in the Al – Mg – Mn alloy AA 5454 – Experiment and simulation, *J. Alloys Compd.* 560 (2013) 111–122.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.01.163>.
- [49] G. Lucadamo, N.Y.C. Yang, C.S. Marchi, E.J. Lavernia, Microstructure characterization in cryomilled Al 5083, *Mater. Sci. Eng. A.* 430 (2006) 230–241.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.05.039>.
- [50] I. Nikulin, A. Kipelova, S. Malopheyev, R. Kaibyshev, Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an Al – Mg – Mn alloy, *Acta Mater.* 60 (2012) 487–479. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.10.023>.
- [51] G. Yi, B. Sun, J.D. Poplawsky, Y. Zhu, M.L. Free, Investigation of pre-existing particles in Al 5083 alloys, *J. Alloys Compd.* 740 (2018) 461–469.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.12.329>.
- [52] O. Engler, K. Kuhnke, K. Westphal, J. Hasenclever, Impact of chromium on the microchemistry evolution during solidification and homogenization of the Al-Mg alloy

- AA 5052, *J. Alloys Compd.* 744 (2018) 561–573.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.125>.
- [53] Y. Zhu, D.A. Cullen, S. Kar, M.L. Free, L.F. Allard, Evaluation of Al₃Mg₂ precipitates and Mn-rich phase in aluminum-magnesium alloy based on scanning transmission electron microscopy imaging, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 43 (2012) 4933–4939. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1354-7>.
- [54] A. V. Mikhailovskaya, I.S. Golovin, A.A. Zaitseva, V.K. Portnoi, P. Dröttboom, J. Cifre, Effect of Mn and Cr additions on kinetics of recrystallization and parameters of grain-boundary relaxation of Al-4.9Mg alloy, *Phys. Met. Metallogr.* 114 (2013) 246–255.
<https://doi.org/10.1134/S0031918X13030125>.
- [55] Y.J. Li, L. Arnberg, Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization, *Acta Mater.* 51 (2003) 3415–3428. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00160-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00160-5).
- [56] R.J. Schaefer, F.S. Biancaniello, J.W. Cahn, Formation and stability range of the G phase in the Al–Mn system, *Scr. Metall.* 20 (1986) 1439–1444.
- [57] L. Arnberg, Precipitation Behaviour in DC-cast AA3103 Alloy during Heat Treatment, *Light Met.* (2003) 991–997.
- [58] Y.J. Li, A.M.F. Muggerud, A. Olsen, T. Furu, Precipitation of partially coherent α -Al(Mn,Fe)Si dispersoids and their strengthening effect in AA 3003 alloy, *Acta Mater.* 60 (2012) 1004–1014. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.11.003>.
- [59] G.S. Wang, K. Liu, S.L. Wang, Evolution of elevated-temperature strength and creep resistance during multi-step heat treatments in Al-Mn-Mg alloy, *Materials (Basel)*. 11 (2018) 1–14.
- [60] A. Marie, F. Muggerud, E. Anne, Y. Li, R. Holmestad, Materials Science & Engineering A Dispersoid strengthening in AA3xxx alloys with varying Mn and Si content during annealing at low temperatures, *Mater. Sci. Eng. A.* 567 (2013) 21–28.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.01.004>.
- [61] V. Hansen, J. Gjønnes, B. Andersson, Quasicrystals as part of the precipitation sequence in an industrially cast aluminium alloy, *J. Mater. Sci. Lett.* 8 (1989) 823–826.

<https://doi.org/10.1007/BF01730150>.

- [62] T. Ohashi, N. Fukatsu, K. Asai, Crystallization and precipitation structures of quasicrystalline phase in rapidly solidified Al-Mn-X ternary alloys, *J. Mater. Sci.* 24 (1989) 3717–3724. <https://doi.org/10.1007/BF02385762>.
- [63] A. Mochugovskiy, N. Tabachkova, A. Mikhaylovskaya, Annealing induced precipitation of nanoscale icosahedral quasicrystals in aluminum based alloy, Elsevier B.V., 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.03.126>.
- [64] R.M. Cleveland, A.K. Ghosh, J.R. Bradley, Comparison of superplastic behavior in two 5083 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 351 (2003) 228–236. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00848-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00848-1).
- [65] A. V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, I.S. Golovin, A. V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, Superplastic deformation mechanisms in fine-grained Al-Mg based alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 627 (2015) 31–41. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.099>.
- [66] K. Liu, X.G. Chen, Development of Al-Mn-Mg 3004 alloy for applications at elevated temperature via dispersoid strengthening, *Mater. Des.* 84 (2015) 340–350. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.140>.
- [67] O. Engler, K. Kuhnke, J. Hasenclever, Development of intermetallic particles during solidification and homogenization of two AA 5xxx series Al-Mg alloys with different Mg contents, *J. Alloys Compd.* 728 (2017) 669–681. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.09.060>.
- [68] V.V. Zakharov, Y.A. Filatov, I.A. Fisenko, Scandium Alloying of Aluminum Alloys, *Met. Sci. Heat Treat.* 62 (2020) 518–523.
- [69] V.V. Zakharov, I.A. Fisenko, Alloying Aluminum Alloys with Scandium, *Met. Sci. Heat Treat.* 59 (2017) 278–284.
- [70] В.Ю. Конкевич, А. Хольц, Х. Кауфман, Влияние скандия на структуру и свойства алюминиевых сплавов для реокастинга, *Технология легких сплавов.* (2005) 105–116.
- [71] B. Li, Q. Pan, X. Huang, Z. Yin, Microstructures and properties of Al-Zn-Mg-Mn alloy with trace amounts of Sc and Zr, *Mater. Sci. Eng. A.* 616 (2014) 219–228. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.024>.

- [72] I.N. Fridlyander, O.G. Senatorova, N.A. Ryazanova, A.O. Nikiforov, Grain structure and superplasticity of high strength Al-Zn-Mg-Cu alloys with different minor additions, *Mater. Sci. Forum.* 170–172 (1994) 345–350.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.170-172.345>.
- [73] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh, High strain rate superplasticity in a commercial Al-Mg-Sc alloy, *Scr. Mater.* 50 (2004) 511–516.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.10.021>.
- [74] S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev, Superplasticity of friction-stir welded Al-Mg-Sc sheets with ultrafine-grained microstructure, *Mater. Sci. Eng. A.* 649 (2016) 85–92. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.106>.
- [75] R. Kaibyshev, E. Avtokratova, A. Apollonov, R. Davies, High strain rate superplasticity in an Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to simple thermomechanical processing, *Scr. Mater.* 54 (2006) 2119–2124. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.03.020>.
- [76] V.V. Zakharov, I.A. Fisenko, Effect of Homogenization on the Structure and Properties of Alloy of the Al – Zn – Mg – Sc – Zr System, *Met. Sci. Heat Treat.* 60 (2018) 354–359.
- [77] Y. Miyake, Y. Sato, R. Teranishi, K. Kaneko, Effect of heat treatments on the microstructure and formability of Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy, *Micron.* 101 (2017) 151–155.
<https://doi.org/10.1016/j.micron.2017.07.003>.
- [78] L.-M.M. Wu, W.-H.H. Wang, Y.-F.F. Hsu, S. Trong, Effects of homogenization treatment on recrystallization behavior and dispersoid distribution in an Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy, *J. Alloys Compd.* 456 (2008) 163–169. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.02.054>.
- [79] F. Sun, G.L. Nash, Q. Li, E. Liu, C. He, C. Shi, N. Zhao, Effect of Sc and Zr additions on microstructures and corrosion behavior of Al-Cu-Mg-Sc-Zr alloys, *J. Mater. Sci. Technol.* 33 (2017) 1015–1022. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.12.003>.
- [80] Y. Dongxia, L. Xiaoyan, Zuoren Nie, H. Dingyong, H. Hui, G. Zhahg, Microstructure characteristics of TIG welded Al-Mg alloy with small amount Er addition, *Rare Met. Mater. Eng.* 41 (2012) 1713–1716.
- [81] Z.G. Wu, M. Song, Y.H. He, Effects of Er on the microstructure and mechanical properties of an as-extruded Al-Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 504 (2009) 183–187.

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.11.030>.

- [82] X. Wei, H. Huang, Z. Chen, W. Wang, C. Li, Z. Nie, Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn-Zr-Er weld joints filled with Al-Mg-Mn-Zr and Al-Mg-Mn-Zr-Er weld wires, *J. Rare Earths*. 28 (2010) 627–630. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(09\)60168-X](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(09)60168-X).
- [83] L.Z. He, X.H. Li, X.T. Liu, X.J. Wang, H.T. Zhang, J.Z. Cui, Effects of homogenization on microstructures and properties of a new type Al-Mg-Mn-Zr-Ti-Er alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 527 (2010) 7510–7518. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.077>.
- [84] S.P. Wen, Z.B. Xing, H. Huang, B.L. Li, W. Wang, Z.R. Nie, The effect of erbium on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 516 (2009) 42–49. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.02.045>.
- [85] H. Li, Z. Gao, H. Yin, H. Jiang, X. Su, J. Bin, Effects of Er and Zr additions on precipitation and recrystallization of pure aluminum, *Scr. Mater.* 68 (2013) 59–62. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.09.026>.
- [86] S.P. Wen, W. Wang, W.H. Zhao, X.L. Wu, K.Y. Gao, H. Huang, Z.R. Nie, Precipitation hardening and recrystallization behavior of Al-Mg-Er-Zr alloys, *J. Alloys Compd.* 687 (2016) 143–151.
- [87] Y. dongxia, L. xiaoyan, H. dingyong, H. hui, Effect of minor Er and Zr on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn alloy (5083) welded joints, *Mater. Sci. Eng. A*. 561 (2013) 226–231. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.002>.
- [88] S.P. Wen, K.Y. Gao, H. Huang, W. Wang, Z.R. Nie, Precipitation evolution in Al-Er-Zr alloys during aging at elevated temperature, *J. Alloys Compd.* 574 (2013) 92–97. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.237>.
- [89] A.G. Mochugovskiy, A. V. Mikhaylovskaya, N.Y. Tabachkova, V.K. Portnoy, The mechanism of L12 phase precipitation, microstructure and tensile properties of Al-Mg-Er-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 744 (2019) 195–205. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.135>.
- [90] W. Kang, H.Y. Li, S.X. Zhao, Y. Han, C.L. Yang, G. Ma, Effects of homogenization treatments on the microstructure evolution, microhardness and electrical conductivity of

- dilute Al-Sc-Zr-Er alloys, *J. Alloys Compd.* 704 (2017).
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.02.043>.
- [91] Y. Deng, G. Zhang, Z. Yang, G. Xu, Microstructure characteristics and mechanical properties of new aerospace Al-Mg-Mn alloys with $\text{Al}_3(\text{Sc}_{1-x}\text{Zr}_x)$ or $\text{Al}_3(\text{Er}_{1-x}\text{Zr}_x)$ nanoparticles, *Mater. Charact.* 153 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.04.032>.
- [92] J.A. Wert, Identification of precipitates in 7075 Al after high-temperature aging, *Scr. Metall.* 15 (1981) 445–447. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(81\)90228-3](https://doi.org/10.1016/0036-9748(81)90228-3).
- [93] J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, Grain Refinement in 7075 Aluminum By Thermomechanical Processing., *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.* 12 A (1981) 1267–1276. <https://doi.org/10.1007/BF02642340>.
- [94] J.A. Wert, Grain refinement and grain size control in superplastic forming, *Jom.* (1982) 35–41.
- [95] E. Nes, J.A. Wert, Modeling of recrystallization in alloys with a bimodal particle size distribution, *Scr. Metall.* 18 (1984) 1433–1438.
- [96] М.С. Кищик, Формирование микрозеренной структуры в алюминиевом сплаве 1565ч путем термической и термомеханической обработки, дисс. канд. техн. наук. - М., 2019. - 118 с.
- [97] E.W. Lee, T.R. McNelley, Microstructure evolution during processing and superplastic flow in a high magnesium AlMg alloy, *Mater. Sci. Eng.* 93 (1987) 45–55.
[https://doi.org/10.1016/0025-5416\(87\)90411-3](https://doi.org/10.1016/0025-5416(87)90411-3).
- [98] E.W. Lee, T.R. McNelley, A.F. Stengel, The influence of thermomechanical processing variables on superplasticity in a High-Mg, Al-Mg alloy, *Metall. Trans. A.* 17 (1986) 1043–1050. <https://doi.org/10.1007/BF02661270>.
- [99] E.W. Lee, T.R. McNelley, Superplastic Al-Mg Alloys, *JOM.* 39 (1987) 57.
<https://doi.org/10.1007/BF03257546>.
- [100] T. Kudo, A. Goto, K. Saito, High strain rate blow formability of newly developed Al-Mg-High-Mn alloy, in: *Mater. Sci. Forum*, 2013: pp. 271–277.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.735.271>.

- [101] D. Sorgente, L. Tricarico, Characterization of a superplastic aluminium alloy ALNOVI-U through free inflation tests and inverse analysis, *Int. J. Mater. Form.* 7 (2014) 179–187. <https://doi.org/10.1007/s12289-012-1118-3>.
- [102] R. Kaibyshev, F. Musin, D.R. Lesuer, T.G. Nieh, Superplastic behavior of an Al-Mg alloy at elevated temperatures, *Mater. Sci. Eng.* 342 (2003) 169–177. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00276-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00276-9).
- [103] R. Kaibyshev, F. Musin, E. Avtokratova, Y. Motohashi, Deformation behavior of a modified 5083 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 392 (2005) 373–379. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.10.002>.
- [104] P.K. Shurkin, N.A. Belov, T.K. Akopyan, A.N. Alabin, A.S. Aleshchenko, N.N. Avxentieva, Formation of the structure of thin-sheet rolled product from a high-strength sparingly alloyed aluminum alloy “nikalin,” *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 896–904. <https://doi.org/10.1134/S0031918X17070109>.
- [105] T.K. Akopyan, A.S. Aleshchenko, N.A. Belov, S.P. Galkin, Effect of Radial–Shear Rolling on the Formation of Structure and Mechanical Properties of Al–Ni and Al–Ca Aluminum–Matrix Composite Alloys of Eutectic Type, *Phys. Met. Metallogr.* 119 (2018) 241–250. <https://doi.org/10.1134/S0031918X18010039>.
- [106] N.A. Belov, N.O. Korotkova, S.O. Cherkasov, A.A. Aksenov, Electrical conductivity and hardness of al – 1.5% mn and al – 1.5% mn – 1.5% cu (wt%) cold-rolled sheets: Comparative analysis, *Tsvetnye Met.* (2020) 70–76.
- [107] A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy, Effect of the solid-solution composition on the superplasticity characteristics of Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr Alloys, *Phys. Met. Metallogr.* 115 (2014) 730–735. <https://doi.org/10.1134/S0031918X14070047>.
- [108] A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, M.S. Kishchik, A.A. Tsarkov, S.A. Aksenov, V.K. Portnoy, Superplasticity of high-strength Al-based alloys produced by thermomechanical treatment, *J. Alloys Compd.* 688 (2016) 336–344. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.045>.
- [109] A.D. Kotov, A. V. Mikhaylovskaya, A.A. Borisov, O.A. Yakovtseva, V.K. Portnoy, High-strain-rate superplasticity of the Al–Zn–Mg–Cu alloys with Fe and Ni additions, *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 913–921. <https://doi.org/10.1134/S0031918X1709006X>.

- [110] A.V. Mikhaylovskaya, O.A. Yakovtseva, V.V. Cheverikin, A.D. Kotov, V.K. Portnoy, Superplastic behaviour of Al-Mg-Zn-Zr-Sc-based alloys at high strain rates, *Mater. Sci. Eng. A*. 659 (2016) 225–233. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.02.061>.
- [111] A.D. Kotov, A. V. Mikhailovskaya, V.K. Portnoy, Superplasticity of alloy Al - 11% Zn - 3% Mg - 0.8% Cu - 0.3% Zr with Fe and Ni additives, *Met. Sci. Heat Treat.* 55 (2013) 364–367. <https://doi.org/10.1007/s11041-013-9636-2>.
- [112] А.Д. Котов, Разработка алюминиевого сплава повышенной прочности, обладающего высокоскоростной сверхпластичностью, дисс. канд. техн. наук. - М., 2013. - 105 с.
- [113] Михайловская Анастасия Владимировна, Формирование гетерогенной структуры алюминиевых сплавов, обладающих повышенными скоростями сверхпластической деформации, дисс. канд. техн. наук. - М., 2008. - 138 с.
- [114] А.Д. Котов, А.В. Михайловская, А.А. Борисов, О.А. Яковцева, В.К. Портной, Высокоскоростная сверхпластичность сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu с добавками Fe и Ni, *Физика Металлов И Металловедение*. 118 (2017) 958–966.
- [115] R.A. Michi, J.P. Toinin, D.N. Seidman, D.C. Dunand, Ambient- and elevated-temperature strengthening by Al₃Zr-Nanoprecipitates and Al₃Ni-Microfibers in a cast Al-2.9Ni-0.11Zr-0.02Si-0.005Er (at.%) alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 759 (2019) 78–89. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.018>.
- [116] N.A. Belov, E.A. Naumova, D.G. Eskin, Casting alloys of the Al-Ce-Ni system: Microstructural approach to alloy design, *Mater. Sci. Eng. A*. 271 (1999) 134–142. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00343-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00343-3).
- [117] N.A. Belov, A. V. Khvan, The ternary Al-Ce-Cu phase diagram in the aluminum-rich corner, *Acta Mater.* 55 (2007) 5473–5482. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.06.009>.
- [118] E.T. Stromme, H.B. Henderson, Z.C. Sims, M.S. Kesler, D. Weiss, R.T. Ott, F. Meng, S. Kassoumeh, J. Evangelista, G. Begley, O. Rios, Ageless Aluminum-Cerium-Based Alloys in High-Volume Die Casting for Improved Energy Efficiency, *Jom*. 70 (2018) 866–871. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-2861-9>.
- [119] N.A. Belov, A.A. Aksenov, D.G. Eskin, Iron in aluminium alloys: impurity and alloying element, CRC Press, London, 2002.

- [120] Z.C. Sims, O. Rios, S.K. McCall, T. Van Buuren, R.T. Ott, Characterization of Near Net-Shape Castable Rare Earth Modified Aluminum Alloys for High Temperature Application, *Light Met.* 2016. (2016) 107–114.
<https://doi.org/10.1002/9781119274780.ch19>.
- [121] Z. Zhang, X. Bian, Y. Wang, Microstructural characterization and microhardness of rapidly solidified Al-Ce alloys, *Zeitschrift Fuer Met. Res. Adv. Tech.* 93 (2002) 578–584.
<https://doi.org/10.3139/146.020578>.
- [122] M. Vončina, S. Kores, P. Mrvar, J. Medved, Effect of Ce on solidification and mechanical properties of A360 alloy, *J. Alloys Compd.* 509 (2011) 7349–7355.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.04.059>.
- [123] A.S. Anasyida, A.R. Daud, M.J. Ghazali, Dry sliding wear behaviour of Al – 12Si – 4Mg alloy with cerium addition, *Mater. Des.* 31 (2010) 365–374.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.06.007>.
- [124] O.D. Krainikov, A. V. ; Neikov, Sintered Metals and Alloys Rapidly Solidified High-Temperature Aluminum, *Powder Metall. Met. Ceram.* 51 (2013) 554–565.
- [125] J. Wadsworth, F.H. Froes, Developments in metallic materials for aerospace applications, *JOM.* 41 (1989) 12–19. <https://doi.org/10.1007/BF03220217>.
- [126] N.A. Belov, A. V. Khvan, Structure and phase composition of alloys of the Al-Ce-Cu system in the region of the Al-Al₈CeCu₄ quasi-binary join, *Russ. J. Non-Ferrous Met.* 48 (2007) 45–50. <https://doi.org/10.3103/S1067821207010099>.
- [127] J. Gröbner, D. Mirković, R. Schmid-Fetzer, Thermodynamic aspects of the constitution, grain refining, and solidification enthalpies of Al-Ce-Si alloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 35 A (2004) 3349–3362. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0172-y>.
- [128] Z.M. Shi, K. Gao, Y.T. Shi, Y. Wang, Microstructure and mechanical properties of rare-earth-modified Al-1Fe binary alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 632 (2015) 62–71.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.068>.
- [129] V.S. Zolotarevsky, N.A. Belov, M. V Glazoff, *Casting aluminum alloys*, Elsevier Amsterdam, Amsterdam, 2007.

- [130] L.F. Mondolfo, Aluminum alloys: structure and properties, Butterworths and Co, London, 1976.
- [131] K.N. Ramakrishnan, Investigation of the effect of powder particle size distribution on the powder microstructure and mechanical properties of consolidated material made from a rapidly solidified AlFeCe alloy powder. Part II. Mechanical properties, Mater. Charact. 33 (1994) 129–134. [https://doi.org/10.1016/1044-5803\(94\)90075-2](https://doi.org/10.1016/1044-5803(94)90075-2).
- [132] M. Fass, D. Eliezer, E. Aghion, F.H. Froes, Hardening and phase stability in rapidly solidified Al-Fe-Ce alloys, J. Mater. Sci. 33 (1998) 833–837.
<https://doi.org/10.1023/A:1004378804539>.
- [133] A. KAMIO, H. TEZUKA, T. SATO, T.T. LONG, T. TAKAHASHI, Structure et décomposition des alliages Al-Fe-Ce trempés rapidement à partir du liquide, Keikinzoku. 35 (1985) 439–446.
- [134] G. Waterloo, H. Jones, Microstructure and thermal stability of melt-spun Al-Nd and Al-Ce alloy ribbons, J. Mater. Sci. 31 (1996) 2301–2310.
<https://doi.org/10.1007/BF01152938>.
- [135] M.Y. Murashkin, I. Sabirov, A.E. Medvedev, N.A. Enikeev, W. Lefebvre, R.Z. Valiev, X. Sauvage, Mechanical and electrical properties of an ultrafine grained Al-8.5wt. % RE (RE=5.4wt.% Ce, 3.1wt.% La) alloy processed by severe plastic deformation, Mater. Des. 90 (2016) 433–442. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.163>.
- [136] A.E. Medvedev, M.Y. Murashkin, N.A. Enikeev, R.Z. Valiev, P.D. Hodgson, R. Lapovok, Enhancement of mechanical and electrical properties of Al-RE alloys by optimizing rare-earth concentration and thermo-mechanical treatment, J. Alloys Compd. 745 (2018) 696–704. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.247>.
- [137] T. Chandra, M. Ionescu, D. Mantovani, A. Mogucheva, D. Zyabkin, R. Kaibyshev, Effect of the thermomechanical processing on microstructure and properties of an Al-Ce alloy, Mater. Sci. Forum. 706–709 (2012) 361–366.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.361>.
- [138] R. Ayer, R.R. Mueller, J.C. Scanlon, C.F. Klein, MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE DISPERSED PHASES IN Al-Ce-Fe SYSTEM., Metall. Trans. A (Physical Metall. Mater. Sci. 19 A (1988) 1645–1656.

<https://doi.org/10.1007/BF02645132>.

- [139] M.L. Öveçoglu, C. Suryanarayana, W.D. Nix, Identification of precipitate phases in a mechanically alloyed rapidly solidified Al-Fe-Ce alloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 27 (1996) 1033–1041. <https://doi.org/10.1007/BF02649771>.
- [140] B. Grieb, The Al-Ce-Fe system (aluminum-cerium-iron), *Bull. Alloy Phase Diagrams*. 10 (1989) 669–671.
- [141] M.C. Gao, N. Ünlü, G.J. Shiflet, M. Mihalkovic, M. Widom, Reassessment of Al-Ce and Al-Nd binary systems supported by critical experiments and first-principles energy calculations, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 36 (2005) 3269–3279. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0001-y>.
- [142] Z.C. Sims, D. Weiss, S.K. McCall, M.A. McGuire, R.T. Ott, T. Geer, O. Rios, P.A.E. Turchi, Cerium-Based, Intermetallic-Strengthened Aluminum Casting Alloy: High-Volume Co-product Development, *JOM*. 68 (2016) 1940–1947. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1943-9>.
- [143] H. Qu, W.D. Liu, Y.Y. Liu, Analysis of the valence electron structures of the strengthening phases Al₈Fe₄Ce and Al₄Ce in Al-Fe-Ce alloy, in: *Adv. Mater. Res.*, 2011: pp. 1291–1295. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.194-196.1291>.
- [144] D.G. Eskin, L.S. Toropova, Tensile and elastic properties of deformed heterogeneous aluminum alloys at room and elevated temperatures, *Mater. Sci. Eng. A*. 183 (1994) L1–L4. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90913-X](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90913-X).
- [145] O. Engler, G. Laptyeva, N. Wang, Impact of homogenization on microchemistry and recrystallization of the Al–Fe–Mn alloy AA 8006, *Mater. Charact.* 79 (2013) 60–75. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.02.012>.
- [146] C. Zhang, Y. Wu, X. Cai, F. Zhao, S. Zheng, G. Zhou, S. Wu, Icosahedral phase in rapidly solidified Al-Fe-Ce alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 323 (2002) 226–231. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01353-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01353-3).
- [147] F.G. Courty, E.L. Pires, W. Wolf, F.H. Paes de Almeida, A.L. Costa e Silva, W.J. Botta, C.S. Kiminami, M.J. Kaufman, Insight into the complex ternary phase behavior in Al-Mn-Ce alloys, *J. Alloys Compd.* 727 (2017) 460–468.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.136>.

- [148] A. Inoue, M. Watanabe, H.M. Kimura, F. Takahashi, A. Nagata, T. Masumoto, High Mechanical Strength of Quasicrystalline Phase Surrounded by fcc-Al Phase in Rapidly Solidified Al–Mn–Ce Alloys, *Mater. Trans. JIM*. 33 (1992) 723–729. <https://doi.org/10.2320/matertrans1989.33.723>.
- [149] F.G. Coury, W.J. Botta, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, M.J. Kaufman, Reassessment of the effects of Ce on quasicrystal formation and microstructural evolution in rapidly solidified Al-Mn alloys, *Acta Mater*. 98 (2015) 221–228. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.046>.
- [150] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, Alloys with Nickel, Multicomponent Phase Diagrams. (2005) 223–256. <https://doi.org/10.1016/b978-008044537-3/50007-x>.
- [151] J. Gröbner, D. Kevorkov, R. Schmid-Fetzer, Thermodynamic modeling of Al-Ce-Mg phase equilibria coupled with key experiments, *Intermetallics*. 10 (2002) 415–422. [https://doi.org/10.1016/S0966-9795\(02\)00018-3](https://doi.org/10.1016/S0966-9795(02)00018-3).
- [152] A.E. Medvedev, M.Y. Murashkin, N.A. Enikeev, I. Bikmukhametov, R.Z. Valiev, P.D. Hodgson, R. Lapovok, Effect of the eutectic Al-(Ce,La) phase morphology on microstructure, mechanical properties, electrical conductivity and heat resistance of Al-4.5(Ce,La) alloy after SPD and subsequent annealing, *J. Alloys Compd*. 796 (2019) 321–330. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.006>.
- [153] X.L. Shi, R.S. Mishra, T.J. Watson, Effect of temperature and strain rate on tensile behavior of ultrafine-grained aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 494 (2008) 247–252. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.06.044>.
- [154] M. Murashkin, A. Medvedev, V. Kazykhanov, A. Krokhin, G. Raab, N. Enikeev, R.Z. Valiev, Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultrafine-grained Al 6101 alloy processed via ECAP-conform, *Metals (Basel)*. 5 (2015) 2148–2164. <https://doi.org/10.3390/met5042148>.
- [155] M. Kawasaki, B. Ahn, P. Kumar, J. Il Jang, T.G. Langdon, Nano- and Micro-Mechanical Properties of UltrafineGrained Materials Processed by Severe Plastic Deformation, *Adv. Eng. Mater*. 19 (2017) 1–17. <https://doi.org/10.1002/adem.201600578>.

- [156] R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications, . John Wiley & Sons Inc., New York. USA, 2014.
- [157] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, *Prog. Mater. Sci.* 60 (2014) 130–207. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>.
- [158] M.S. Kishchik, A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, A.O. Mosleh, W.S. AbuShanab, V.K. Portnoy, Effect of multidirectional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al-Mg-Mn alloy, *Materials (Basel)*. 11 (2018). <https://doi.org/10.3390/ma11112166>.
- [159] A. V. Mikhaylovskaya, A.D. Kotov, M.S. Kishchik, A.S. Prosviryakov, V.K. Portnoy, The effect of isothermal multi-directional forging on the grain structure, superplasticity, and mechanical properties of the conventional al–mg-based alloy, *Metals (Basel)*. 9 (2019) 27–31. <https://doi.org/10.3390/met9010033>.
- [160] J.L. Ning, D.M. Jiang, Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al-Mg-Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature, *Mater. Sci. Eng. A*. 452–453 (2007) 552–557. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.11.025>.
- [161] J.L. Ning, D.M. Jiang, X.G. Fan, Z.H. Lai, Q.C. Meng, D.L. Wang, Mechanical properties and microstructure of Al-Mg-Mn-Zr alloy processed by equal channel angular pressing at elevated temperature, *Mater. Charact.* 59 (2008) 306–311. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.01.016>.
- [162] S. Zhao, C. Meng, F. Mao, W. Hu, G. Gottstein, Influence of severe plastic deformation on dynamic strain aging of ultrafine grained Al-Mg alloys, *Acta Mater.* 76 (2014) 54–67. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.004>.
- [163] S. Fritsch, M.F.X. Wagner, On the effect of natural aging prior to low temperature ECAP of a high-strength aluminum alloy, *Metals (Basel)*. 8 (2018). <https://doi.org/10.3390/met8010063>.
- [164] X. Xu, Q. Zhang, N. Hu, Y. Huang, T.G. Langdon, Using an Al-Cu binary alloy to compare processing by multi-axial compression and high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A*. 588 (2013) 280–287. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.09.001>.

- [165] C. Xu, Z. Horita, T.G. Langdon, The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed using high-pressure torsion, *Acta Mater.* 56 (2008) 5168–5176.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.06.036>.
- [166] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications, *Prog. Mater. Sci.* 53 (2008) 893–979.
<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>.
- [167] M. Murashkin, I. Sabirov, D. Prosvirnin, I. Ovid'ko, V. Terentiev, R. Valiev, S. Dobatkin, Fatigue behavior of an ultrafine-grained Al-Mg-Si alloy processed by high-pressure torsion, *Metals (Basel)*. 5 (2015) 578–590. <https://doi.org/10.3390/met5020578>.
- [168] F. Daneshvar, M. Reihanian, K. Gheisari, Al-based magnetic composites produced by accumulative roll bonding (ARB), *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.* 206 (2016) 45–54. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2016.01.003>.
- [169] J. Kavosi, M. Saei, M. Kazeminezhad, A. Dodangeh, Modeling of dislocation density and strength on rheoforged A356 alloy during multi-directional forging, *Comput. Mater. Sci.* 81 (2014) 284–289. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2013.08.029>.
- [170] H. Huang, J. Zhang, Microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy processed by multi-directional forging at different temperatures, *Mater. Sci. Eng. A.* 674 (2016) 52–58. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.052>.
- [171] H. Miura, Y. Nakao, T. Sakai, Enhanced grain refinement by mechanical twinning in a bulk Cu-30mass%Zn during multi-directional forging, *Mater. Trans.* 48 (2007) 2539–2541. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MRP2007123>.
- [172] Y. Nakao, H. Miura, Nano-grain evolution in austenitic stainless steel during multi-directional forging, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 1310–1317.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.10.018>.
- [173] A.K. Ghosh, W. Huang, Severe Deformation Based Process for Grain Subdivision and Resulting Microstructures, *Investig. Appl. Sev. Plast. Deform.* (2000) 29–36.
https://doi.org/10.1007/978-94-011-4062-1_4.
- [174] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, Microstructure and deformation behaviour of submicrocrystalline 304 stainless steel produced by severe plastic deformation, *Mater. Sci.*

- Eng. A. 319–321 (2001) 867–871. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)02028-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)02028-1).
- [175] O.S. Sitdikov, E. V. Avtokratova, O.E. Mukhametdinova, R.N. Garipova, M. V. Markushev, Effect of the Size of Al₃(Sc,Zr) Precipitates on the Structure of Multi-Directionally Isothermally Forged Al-Mg-Sc-Zr Alloy, *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 1215–1224. <https://doi.org/10.1134/S0031918X17120122>.
- [176] O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama, Temperature effect on fine-grained structure formation in high-strength Al alloy 7475 during hot severe deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 516 (2009) 180–188. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.03.037>.
- [177] Г.А. Салищев, Р.М. Галеев, С.В. Жеребцов, А.М. Смыслов, Э.В. Сафин, М.М. Мышляев, Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микрокристаллической и субмикрокристаллической структурами, *Металлы.* 6 (1999) 84–87.
- [178] A. Dziubińska, A. Gontarz, K. Horzelska, P. Pieśko, The Microstructure and Mechanical Properties of AZ31 Magnesium Alloy Aircraft Brackets Produced by a New Forging Technology, *Procedia Manuf.* 2 (2015) 337–341. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2015.07.059>.
- [179] P.E. Armstrong, J.E. Hockett, O.D. Sherby, Large strain multidirectional deformation of 1100 aluminum at 300 K, *J. Mech. Phys. Solids.* 30 (1982) 37–58. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(82\)90012-6](https://doi.org/10.1016/0022-5096(82)90012-6).
- [180] M.R. Jandaghi, H. Pouraliakbar, M.K.G. Shiran, G. Khalaj, M. Shirazi, On the effect of non-isothermal annealing and multi-directional forging on the microstructural evolutions and correlated mechanical and electrical characteristics of hot-deformed Al-Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 657 (2016) 431–440. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.056>.
- [181] S. Asadi, M. Kazeminezhad, Multi Directional Forging of 2024 Al Alloy After Different Heat Treatments: Microstructural and Mechanical Behavior, *Trans. Indian Inst. Met.* 70 (2017) 1707–1719. <https://doi.org/10.1007/s12666-016-0967-8>.
- [182] S. KHANI MOGHANAKI, M. KAZEMINEZHAD, Effects of non-isothermal annealing on microstructure and mechanical properties of severely deformed 2024 aluminum alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* 27 (2017) 1–9. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(17\)60001-3](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60001-3).

- [183] P.N. Rao, D. Singh, R. Jayaganthan, Mechanical properties and microstructural evolution of Al 6061 alloy processed by multidirectional forging at liquid nitrogen temperature, *Mater. Des.* 56 (2014) 97–104. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.10.045>.
- [184] O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Markushev, Effect of temperature of isothermal multidirectional forging on microstructure development in the Al-Mg alloy with nano-size aluminides of Sc and Zr, *J. Alloys Compd.* 746 (2018) 520–531. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.277>.
- [185] Q. Zhu, L. Li, C. Ban, Z. Zhao, Y. Zuo, J. Cui, Structure uniformity and limits of grain refinement of high purity aluminum during multi-directional forging process at room temperature, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* 24 (2014) 1301–1306. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63192-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63192-7).
- [186] P. Berezki, V. Szombathelyi, G. Krallics, Production of ultrafine grained aluminum by cyclic severe plastic deformation at ambient temperature, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 63 (2014). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012140>.
- [187] A.K. Padap, G.P. Chaudhari, S.K. Nath, V. Pancholi, Ultrafine-grained steel fabricated using warm multiaxial forging: Microstructure and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2009) 110–117. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.08.066>.
- [188] R. Łyszkowski, T. Czujko, R.A. Varin, Multi-axial forging of Fe₃Al-base intermetallic alloy and its mechanical properties, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 2902–2914. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0584-2>.
- [189] Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, *Acta Mater.* 61 (2013) 782–817. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038>.
- [190] J. Li, J. Liu, Z. Cui, Microstructures and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy after isothermal multidirectional forging with increasing strain rate, *Mater. Sci. Eng. A.* 643 (2015) 32–36. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.028>.
- [191] H. Petryk, S. Stupkiewicz, R. Kuziak, Grain refinement and strain hardening in IF steel during multi-axis compression: Experiment and modelling, *J. Mater. Process. Technol.* 204 (2008) 255–263. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.11.068>.

- [192] M. Hussain, P.N. Rao, D. Singh, R. Jayaganthan, S. Singh, Comparative Study of Microstructure and Mechanical Properties of Al 6063 Alloy Processed by Multi Axial Forging at 77K and Cryorolling, *Procedia Eng.* 75 (2014) 129–133.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.11.028>.
- [193] M. Wang, L. Huang, W. Liu, Y. Ma, B. Huang, Influence of cumulative strain on microstructure and mechanical properties of multi-directional forged 2A14 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 674 (2016) 40–51. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.072>.
- [194] F. Ahmed, D.P. Mondal, P.K. Singh, M. Pradesh, Multi directional forging of commercially pure aluminum for production of ultra fine grains, *Int. Res. J. Eng. Technol.* 2 (2015) 1439–1443.
- [195] S.K. Moghanaki, M. Kazeminezhad, R. Logé, Heating rate effect on particle stimulated nucleation and grains structure during non-isothermal annealing of multi-directionally forged solution treated AA2024, *Mater. Charact.* 127 (2017) 317–324.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.03.025>.
- [196] M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami, Low temperature superplasticity and its deformation mechanism in grain refinement of Al-Mg alloy by multi-axial alternative forging, *Mater. Trans.* 44 (2003) 2288–2297. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.2288>.
- [197] А.А. Кищик, А.В. Михайловская, В.С. Левченко, В.К. Портной, Формирование Микроструктуры И Сверхпластичность Магналиев, *Физика Металлов И Металловедение.* 6 (2017) 101–108. <https://doi.org/10.7868/s0015323016120081>.
- [198] А.Г. Мочуговский, Особенности распада твердого раствора и сверхпластичность магналиев, легированных цирконием, марганцем и эрбием, *дисс. канд. техн. наук.* - М., 2019. - 135 с.
- [199] Л.З. Румшинский, *Математическая обработка результатов эксперимента*, изд. Наука, Москва, 1971.
- [200] В.К. Портной, А.Н. Ершов, *Методическая рекомендация. Определение показателей сверхпластичности.*, ВИЛС, Москва, 1986.
- [201] А.А. Кищик, А.В. Михайловская, М.С. Кищик, А.Д. Котов, Влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и механические свойства сплава системы

Al–Mg–Mn–Cr, Физика Металлов И Металловедение. 112 (2020) 543–549.

- [202] С.Г. Алиева, М.Б. Альтман, С.. Амбарцумян, Промышленные алюминиевые сплавы: Справочник, Металлургия, Москва, 1984.
- [203] A. V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy, A.G. Mochugovskiy, M.Y. Zadorozhnyy, N.Y. Tabachkova, I.S. Golovin, Effect of homogenisation treatment on precipitation, recrystallisation and properties of Al – 3% Mg – TM alloys (TM = Mn, Cr, Zr), Mater. Des. 109 (2016) 197–208. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.010>.
- [204] А.А. Кищик, А.Д. Котов, А.В. Михайловская, Особенности микроструктуры и сверхпластичности при повышенных скоростях сплава системы Al–Mg–Ni–Fe–Mn–Cr, Физика Металлов И Металловедение. 120 (2018) 1–8.
- [205] A. Kishchik, A. Mikhaylovskaya, A. Kotov, V. Portnoy, Effect of homogenization treatment on superplastic properties of aluminum based alloy with minor Zr and Sc additions, Defect Diffus. Forum. 385 DDF (2018) 84–90. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.84>.