

## ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.5

### МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА СИСТЕМЫ Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc ПОСЛЕ ВСЕСТОРОННЕЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ КОВКИ

© 2023 г. А. А. Кищик<sup>а</sup>, С. А. Аксенов<sup>б</sup>, М. С. Кищик<sup>а</sup>, Д. О. Демин<sup>б</sup>,  
А. Ю. Чурюмов<sup>а</sup>, А. В. Михайловская<sup>а, \*</sup>

<sup>а</sup>Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”,  
Ленинский просп., 4, Москва, 119049 Россия

<sup>б</sup>Национальный исследовательский университет “Высшая школа экономики”, МИЭМ,  
ул. Таллинская, 34, Москва, 123458 Россия

\*e-mail: mihaylovskaya@misys.ru

Поступила в редакцию 03.03.2023 г.

После доработки 12.04.2023 г.

Принята к публикации 29.04.2023 г.

Исследовано влияние всесторонней изотермическойковки (ВИК) на зеренную структуру и параметры частиц вторых фаз кристаллизационного происхождения и дисперсоидов в сплаве Al–4.9Mg–0.9Ni–0.9Fe–0.2Zr–0.1Sc. Методом конечно-элементного моделирования проведен анализ распределения деформаций по объему образца при ковке в закрытом штампе. Предложен метод учета влияния трения и изменения скорости деформации при построении кривых “напряжение–деформация” по результатам ВИК. Увеличение количества циклов ВИК при температуре 350°C привело к уменьшению среднего размера частиц фаз кристаллизационного происхождения в 2 раза и формированию структуры со средним размером зерен  $1.3 \pm 0.2$  мкм, не изменив параметры дисперсоидов. ВИК обеспечивает повышение предела текучести сплава на 60%, предела прочности на 20%.

**Ключевые слова:** алюминиевый сплав, всесторонняя изотермическая ковка, зеренная структура, механические свойства, конечно-элементный анализ

DOI: 10.31857/S0015323023600375, EDN: WWSNWC

#### 1. ВВЕДЕНИЕ

Повышение прочности алюминиевых сплавов обеспечит снижение массы конструкций и повышение энергоэффективности транспортной индустрии, поэтому является актуальной задачей промышленности. Формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) рекристаллизованной структуры способно значительно повысить предел текучести сплавов при сохранении или повышении характеристик пластичности и технологичности [1–3]. Самый распространенный метод формирования УМЗ и субмикроструктурной структуры алюминиевых сплавов – интенсивная пластическая деформация (ИПД) [4–7]. В отличие от большинства методов ИПД, всесторонняя изотермическая ковка/осадка (ВИК) позволяет получить массивные образцы в промышленных условиях [8, 9]. ВИК разработана и активно используется для получения УМЗ титановых сплавов [10–14]. Ее эффективность была доказана для сплавов на основе Fe [15, 16], Mg [17–20], Cu [21–23], Al [24–29], металломатричных композиционных

материалов [26, 30, 31], сплавов-интерметаллидов [32] и высокоэнтропийных сплавов [33]. Формирование структуры при высокотемпературной ВИК контролируется статической и динамической/постдинамической рекристаллизацией [34–40]. Стимулирование зарождения новых зерен крупными частицами и ограничение роста зерен дисперсными частицами позволяет управлять структурой через влияние на кинетику рекристаллизации [41, 42]. Повышение однородности структуры и рекристаллизованного объема выявлено в присутствии вторичных частиц  $\beta$ -фазы  $Al_3Mg_2$  в сплаве 1565ч (AA5059), стимулирующих зарождение новых зерен при ВИК [43]. Однако доля вторичных частиц ограничена растворимостью легирующих элементов, а их размер составляет доли микрометра. Частицы кристаллизационного происхождения, плотность распределения и размер которых можно контролировать, меняя состав сплава, скорость кристаллизации и режимы гомогенизационного отжига обеспечивают больше возможностей для управления рекристаллизацией [44–46]. ВИК позволяет

эффективно измельчать частицы и повышать их однородность распределения в матрице [47, 48], способствует фрагментации дисперсоидов Mn-содержащих фаз [49].

Ввиду формирования деформационного дефекта в виде ковочного креста при ВИК для получения однородной структуры в массивной заготовке требуются значительные накопленные деформации, т.е. большое число ковочных операций. Данный недостаток ВИК – результат неравномерного распределения деформации по объему образца вследствие влияния трения. Значение номинальной деформации, рассчитанной на основе значений высот образца до и после осадки, могут значительно отличаться от максимальных и минимальных значений деформации. Применение методов компьютерного моделирования позволяет прогнозировать распределение деформаций по объему образца, обусловленное влиянием трения, и учитывать его при анализе структуры и свойств материала. Цели данной работы заключаются в изучении эволюции структуры и механических свойств, анализе деформационного поведения и разработке имитационной модели осадки с ограничением деформации в одном направлении сложнолегированного сплава системы Al–Mg–Fe–Ni–Zr–Sc. Сплав содержит крупные частицы фазы  $Al_3FeNi$  кристаллизационного происхождения, которые должны способствовать повышению однородности структуры по сечению образца и измельчению зерна через стимулирование зарождения новых зерен при рекристаллизации, а также наноразмерные дисперсоиды фазы  $Al_3(ScZr)$ , которые должны сдерживать рост рекристаллизованных зерен [50–52], что в совокупности должно обеспечить формирование ультрамелкозернистой структуры и рост прочностных характеристик сплава.

## 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Сплав имел следующий состав: Al–4.9Mg–0.9Ni–0.9Fe–0.2Zr–0.1Sc–0.05Si (мас. %) [42]. Слиток размером  $100 \times 40 \times 20$  мм<sup>3</sup> получали литьем в медную водоохлаждаемую изложницу со скоростью охлаждения при литье  $\sim 15^\circ\text{C}/\text{с}$ . Для получения сплава использовали Al марки A85, Mg марки Mg95 и лигатуры: Al–10% Fe, Al–20% Ni, Al–5% Zr и Al–2% Sc.

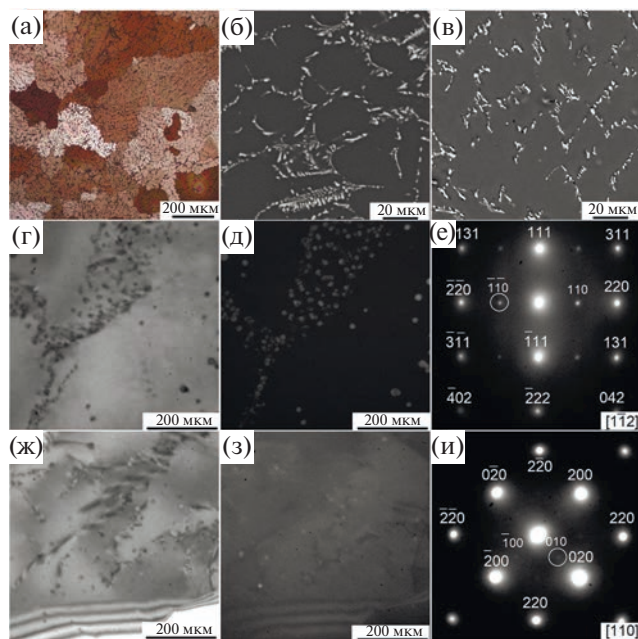
Термическую обработку проводили в печи электросопротивления марки Nabertherm N30/65A с вентилятором с точностью поддержания температуры  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Гомогенизационный отжиг слитка проводили в две ступени (1) 5 ч при  $400^\circ\text{C}$  и (2) 3 ч при  $470^\circ\text{C}$  для устранения дендритной ликвации, распада пересыщенного алюминиевого твердого

раствора и сферодизации частиц фаз кристаллизационного происхождения.

Образцы для ВИК выполнены в форме прямоугольного параллелепипеда с размерами  $18 \times 9 \times 9$  мм<sup>3</sup>. ВИК обеспечивала за одну операцию истинную деформацию ( $\epsilon$ ) 0.8 и за полный цикл смен осей деформации  $\epsilon = 2.4$ . Деформация шла по двум из трех осей, после каждого прохода образец поворачивали на  $90^\circ$  относительно исходного положения, конечная геометрия образца не менялась. Было проведено до 6 полных циклов всестороннейковки при температуре  $350^\circ\text{C}$  с накопленной деформацией до  $\Sigma\epsilon = 14.4$ . Перед каждым проходом оснастку вместе с образцом подогревали до заданной температуры и выдерживали в течение 5 мин. Температуру на поверхности образца контролировали хромель–алюмелевой термопарой через отверстие в оснастке. Для уменьшения трения использовали графитовую смазку. Для изучения механических свойств ковке подвергали образец размерами  $56 \times 28 \times 28$  мм<sup>3</sup>.

С целью определения уравнений состояния материала была выполнена серия испытаний на сжатие образцов с постоянной скоростью деформации на испытательной машине Gleeble 3800. При осадке образцов с размерами  $18 \times 9 \times 9$  мм<sup>3</sup> со скоростью 5 мм/мин скорость деформации меняется от 0.0052 до  $0.011 \text{ с}^{-1}$ . Исходя из этого, были выбраны скорости деформации в испытаниях на Gleeble: 0.005, 0.0075 и  $0.01 \text{ с}^{-1}$ .

Микроструктуру изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan-VEGA3 LMN с приставкой для энерго-дисперсионного анализа (X-MAX80, Oxford Instruments) и светового микроскопа (СМ) Axiovert 200MMAT “Carl Zeiss” в поляризованном свете. Образцы готовили путем механической шлифовки и полировки на установке Struers LaboPol, и конечной электролитической полировки в хлорно-сернистом электролите (A2 производства Struers) при напряжении 15–20 В. Для анализа зеренной структуры в поляризованном свете светового микроскопа образцы предварительно подвергали оксидированию в 10%-ном водном растворе HF в  $\text{H}_3\text{BO}_4$ . Средний размер зерна определяли методом случайных секущих, анализируя  $>300$  измерений на состояние. Доверительный интервал среднего значения определяли при доверительной вероятности 95%. Анализ дисперсоидов проводили при помощи просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM-2100. Объектами исследования служили диски диаметром 3 мм, которые утоняли механическим шлифованием до 0.25 мм, а затем до образования отверстия в струе электролита Struers Electrolyte AII на установке Struers TenuPol-5 при напряжении 22 В и температуре  $0 \pm 2^\circ\text{C}$ . Объекты для анализа микроструктуры после ВИК вырезали из центрального сечения



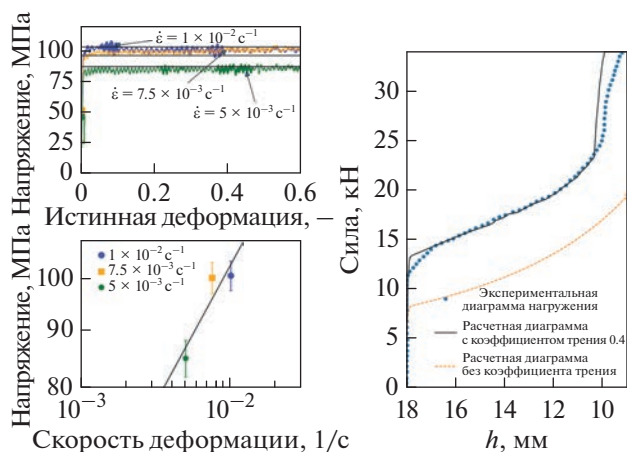
**Рис. 1.** Структура сплава после литья (а, б), гомогенизационного отжига (в–е) и ВИК с  $\Sigma e = 14.4$  (ж–и); а – СМ, б, в СЭМ, г–и – ПЭМ: светлое поле (г, ж), темное поле в рефлексе  $L1_2$ -фазы  $Al_3(Sc,Zr)$  (д, з), электронограмма (е, и).

образца параллельно направлению последней деформации.

Испытания на одноосное растяжение проводили при комнатной температуре на разрывной машине Zwick Z250 со скоростью деформирования 4 мм/мин. Образцы имели размеры рабочей части  $6 \times 1 \text{ мм}^2$  при расчетной длине 15 мм.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

**3.1. Микроструктура сплава после литья и гомогенизационного отжига.** Размер зерна в литом состоянии варьировался от 30 до 500 мкм и в среднем составил  $200 \pm 20 \text{ мкм}$  (рис. 1а). Микроструктура сплава после литья (рис. 1б) и гомогенизации (рис. 1в) представлена дендритами Al твердого раствора, на периферии дендритных ячеек формировались частицы фазы  $Al_9FeNi$  эвтектического происхождения [42]. Объемная доля частиц составила  $6.3 \pm 0.5\%$ , частицы имели в литом состоянии размер  $2.2 \pm 0.5 \text{ мкм}$  с коэффициентом формы (КФ) 0.5. После гомогенизационного отжига частицы  $Al_9FeNi$  фрагментировались и сфероидизировались, средний размер составил  $1.7 \pm 0.3 \text{ мкм}$  и  $KФ = 0.7$ , а также в сплаве наблюдали выделения  $L1_2$ -фазы  $Al_3(Sc,Zr)$  размером 10–12 нм (рис. 1г, 1д). Дисперсоиды декорируют дислокации и дислокационные стенки, а также выделяются в участках свободных от дислокаций, что говорит о действии двух механизмов зарождения – гетерогенном и



**Рис. 2.** Результаты испытаний на одноосное сжатие образцов при постоянных скоростях деформации и их аппроксимация уравнением Бэкофена, представленные как зависимости напряжения от деформации (а) и скорости деформации (б); сравнение экспериментальной диаграммы нагружения при ВИК с результатами конечно-элементного моделирования с отсутствием трения и с выбранным коэффициентом трения (в).

гомогенном. Аналогичные особенности зарождения дисперсоидов фазы  $L1_2 Al_3(Sc,Zr)$  выявлены в [53, 54].

**3.2. Анализ деформационного поведения при ВИК.** При анализе процесса ВИК использовали конечно-элементное моделирование процесса формоизменения образца при ковке в закрытом штампе. Моделирование осуществляли в программном комплексе Abaqus CAE для 1/4 части образца, выбранной из соображений симметрии. Описание деформационного поведения материала осуществляли с помощью уравнения Бэкофена:

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

где  $\sigma$  – напряжение,  $\dot{\epsilon}$  – скорость деформации,  $K$ ,  $m$  – параметры материала. Для определения параметров материала ( $K$  и  $m$ ), результаты испытаний на сжатие с постоянными скоростями деформации (рис. 2а) аппроксимировали с помощью соотношения (1) (рис. 2б). Значения констант материала составили  $K = 314$  и  $m = 0.24$ .

Значение коэффициента трения варьировали от 0.1 до 0.5. По результатам моделирования строили диаграмму нагружения, которую сравнивали с экспериментально измеренными силами, действующими на штамп. В результате многовариантного анализа было выбрано значение коэффициента трения 0.4, обеспечившее наилучшее согласование с экспериментальными данными. Результаты сравнения расчетных и экспериментальных значений напряжений приведены на рис. 2в. Перегиб на кривой нагрузка–перемещение и резкий скачок нагрузки после уменьшения высоты образца с 18

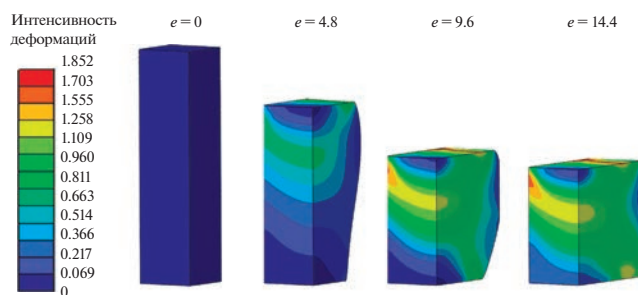


Рис. 3. Распределение накопленных деформаций, формирующееся в одном проходе ВИК (1/4 образца).

до 10 мм связан с увеличением поверхности трения в результате заполнения металлом углов оснастки. На кривой, полученной при моделировании с нулевым трением, этот перегиб отсутствует. Сравнение кривых, полученных с различными коэффициентами трения, позволяет оценить роль трения в процессе ВИК. Результаты моделирования показали, что до момента касания боковых стенок и начала процесса заполнения углов оснастки влияние трения выражается в увеличении силы, действующей на штамп, на 48%. Таким образом, с целью учета трения при расчете кривых “напряжение–деформация” необходимо умножать измеренные значения силы на коэффициент  $k_t = 0.676$ , соответствующий коэффициенту трения 0.4.

На рис. 3 изображено распределение интенсивности деформации по объему образца (на примере 1/4 части образца) на различных стадиях процесса по результатам моделирования первого прохода ВИК с выбранным коэффициентом трения ( $\mu = 0.4$ ). Распределение интенсивности деформации несимметрично по высоте — минимальное значение достигается в зоне стесненной деформации, прилегающей к дну штампа, и составляет 0.0697. В зоне стесненной деформации, прилегающей к пуансону, значения выше за счет воздействия трения о боковые стенки штампа. Максимальное значение деформации по центральной линии образца равно 1.3, что превышает номинальное значение деформации на 63%. Максимум распределения деформации наблюдали не в середине образца, как при свободной осадке [55], а верхней трети образца, что является следствием трения о боковые стенки матрицы, нарушающего симметрию распределения деформаций относительно срединной горизонтальной плоскости.

Максимальные по всему объему образца значения интенсивности деформации превышают номинальное значение более чем в два раза и достигаются в верхней части бруска на кромке, кон-

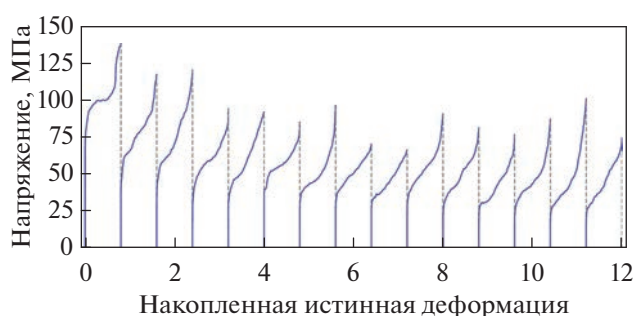


Рис. 4. Зависимости напряжения от деформации для 15 проходов ВИК, рассчитанные с помощью формул (2)–(4).

тактирующей с пуансоном. Полученные распределения необходимо учитывать при анализе кривых деформации и эволюции микроструктуры.

Для расчета кривых напряжение–деформация по экспериментальным диаграммам нагружения использовали следующие формулы:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{h_0}{h_0 - \delta'} \right); \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{\sqrt{3} k_t F (h_0 - \delta')}{2 V_0} \left( \frac{\sqrt{3} (h_0 - \delta') \dot{\varepsilon}_{\text{ref}}}{2 \nu} \right)^m, \quad (3)$$

где  $h_0$  — начальная высота образца;  $F$  — сила, действующая на штамп;  $V_0$  — объем образца;  $\dot{\varepsilon}_{\text{ref}}$  — скорость деформации, для рассчитываемого напряжения ( $0.0075 \text{ с}^{-1}$ );  $\nu$  — скорость движения штампа. Перемещение штампа ( $\delta'$ ) рассчитывали с учетом упругой деформации по формуле:

$$\delta' = \delta - \frac{1}{E} F, \quad (4)$$

где  $E$  — коэффициент упругости, значение которого определяли посредством линейной аппроксимации участка кривой нагружения для упругой деформации.

Кривые напряжение–деформация для каждого прохода, перестроенные с учетом влияния трения и изменения скорости деформации при осадке в матрицу, продемонстрированы на рис. 4. Уровень напряжения по окончании второй стадии деформации (до перегиба на кривой) снижается с  $\sim 100 \text{ МПа}$  при первой осадке до  $\sim 30\text{--}50 \text{ МПа}$  при накопленной деформации 4.8 и более. Снижение напряжения обусловлено процессами рекристаллизации в образце, что показано в разделе 3.3.

**3.3. Анализ эволюции микроструктуры и механических свойств после ВИК.** После 2 циклов ВИК средний размер частиц  $\text{Al}_9\text{FeNi}$  составил  $1.3 \pm 0.1 \text{ мкм}$  при  $\text{КФ} = 0.7$  (рис. 5а). С увеличением числа циклов до 4–5 размер частиц уменьшился до  $1.1 \pm 0.1 \text{ мкм}$

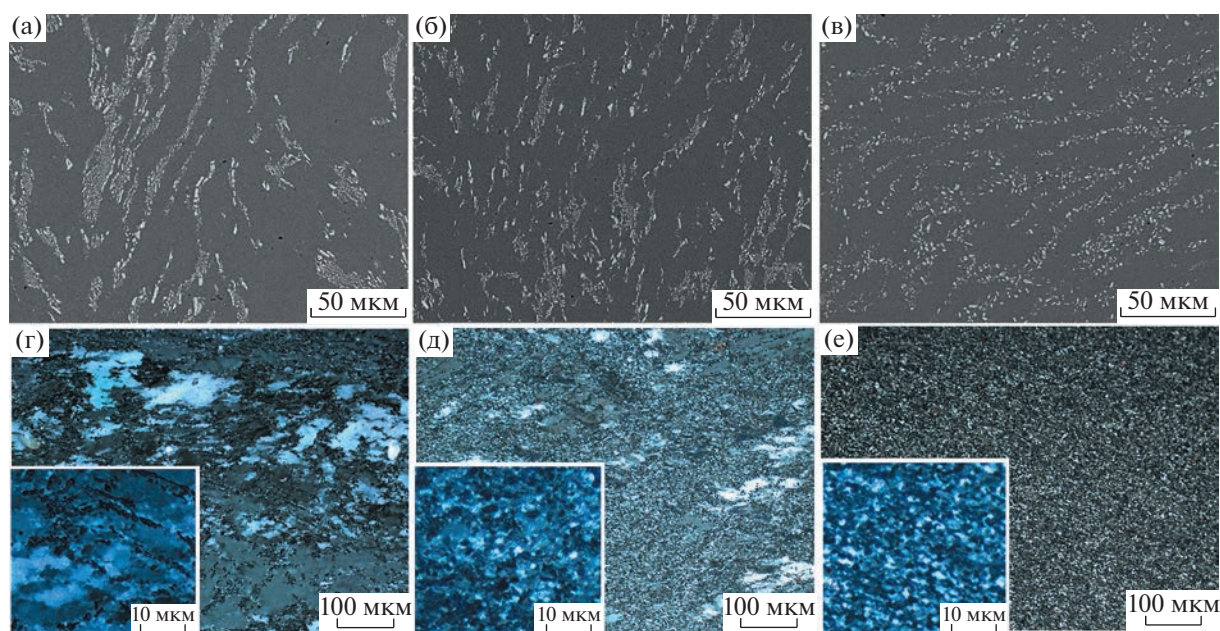


Рис. 5. Микроструктура сплава после всестороннейковки при температуре 350°C: 2 цикла (а, г), 4 цикла (б, д), 5 циклов (в, е): (а–в) СЭМ, (г–е) СМ.

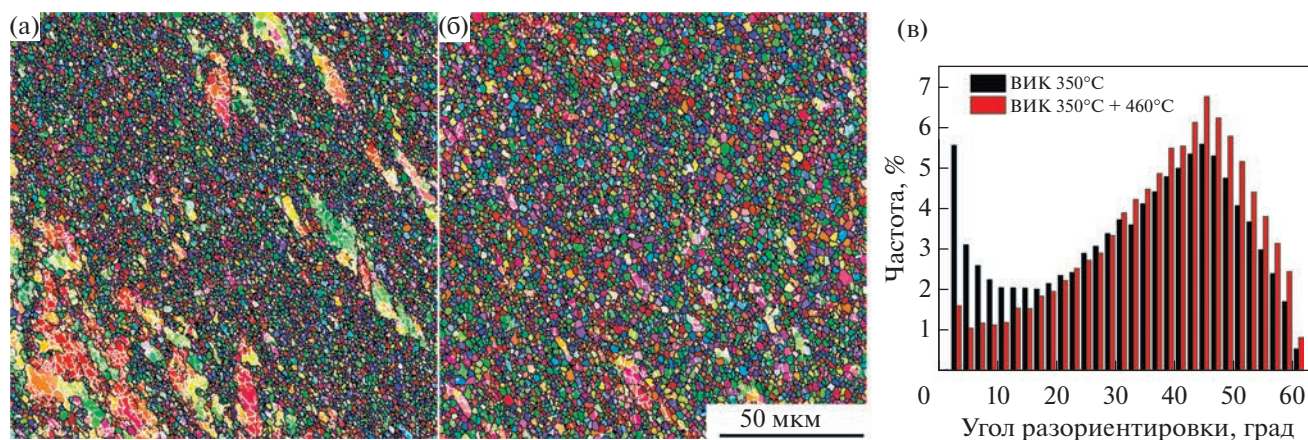


Рис. 6. EBSD-карта (IPF) распределения границ зерен/субзерен после 5 циклов всесторонней изотермической ковки при температуре 350°C (а) и после ковки при температуре 350°C и отжига 460°C (б); гистограмма распределения границ зерен по углам разориентировки (в).

(рис. 5б, 5в), а КФ увеличился до 0.9, т.е. частицы фрагментировались и сфероидизировались. ВИК не повлияла на параметры дисперсоидов  $Al_3(Sc, Zr)$  (рис. 1ж–1и), они сохранили средний размер  $11 \pm 1$  нм и  $L1_2$  тип структуры. Параметры частиц вторых фаз после ВИК не отличались от параметров частиц в листах сплава, полученных горячей и холодной прокаткой [42].

Средний размер зерна в исходном состоянии перед ВИК составлял 200 мкм (рис. 1а). Накопленная деформация  $\Sigma e = 4.8$  привела к образованию новых рекристаллизованных зерен размером 1–2 мкм с объемной долей  $10 \pm 3\%$  (рис. 5г). Увели-

чение накопленной деформации до  $\Sigma e = 9.6$  обеспечило формирование участков с мелкозернистой структурой и средним размером зерна  $2.1 \pm 0.5$  мкм на  $70 \pm 8\%$  объема образца и отдельными вытянутыми зернами размером от 10 до 170 мкм, сохранившими признаки дендритного строения исходной структуры (рис. 5д). При  $\Sigma e = 14.4$  формировалась мелкозернистая рекристаллизованная структура со средним размером зерен  $1.3 \pm 0.2$  мкм (субзерен  $1.1 \pm 0.2$  мкм) на  $\sim 90\%$  площади центрального продольного сечения образца (рис. 5е и рис. 6а). Соотношение мало/высокоугловых границ составляет 18/82% (рис. 6в). Преобладали

**Таблица 1.** Механические свойства исследуемого сплава после разных режимов термомеханической обработки (ТМО) в сравнении с другими сплавами на основе системы Al–Mg, подвергнутыми ВИК

| Сплав                                                | Режим обработки                                      | Средний размер зерна, мкм       | Механические свойства |                  |              |
|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|---------------------------------|-----------------------|------------------|--------------|
|                                                      |                                                      |                                 | $\sigma_{0.2}$ , МПа  | $\sigma_B$ , МПа | $\delta$ , % |
| Al–4.9Mg–0.9Ni–0.9Fe–0.2Zr–0.1Sc (исследуемый сплав) | ВИК 350°C $\Sigma e = 14.4$                          | 1.3                             | 440 ± 5               | 475 ± 5          | 7 ± 1        |
|                                                      | ВИК 350°C $\Sigma e = 14.4$ ; отжиг 30 мин при 460°C | 1.6                             | 230 ± 5               | 345 ± 5          | 24 ± 1       |
|                                                      | ТМО; отжиг 30 мин при 460°C [42]                     | Нерекристаллизованная структура | 270 ± 5               | 385 ± 3          | 14 ± 2       |
| Al–4.9Mg–1.2Mn–0.1Cr                                 | ВИК 350°C $\Sigma e = 12^*$ [49]                     | 1.7                             | 265 ± 3               | 400 ± 4          | 13 ± 1       |
| Al–5.6Mg–0.8Mn–0.7Zn–0.1Cr                           | ВИК 350°C $\Sigma e = 7.2^*$ [39]                    | ~2 мкм и ~35 мкм**              | 300 ± 5               | 405 ± 4          | 17 ± 1       |
| Al–5Mg–0.2Sc–0.18Mn–0.08Zr (1570C)                   | ВИК 325°C $\Sigma e = 12$ [61, 62]                   | 2.2                             | 235 ± 5               | 360 ± 5          | 38 ± 3       |
|                                                      | ВИК 325°C далее 250°C $\Sigma e = 18$ [62]           | 1.9                             | 260 ± 5               | 370 ± 4          | 33 ± 3       |
|                                                      | ВИК 250°C далее 175°C, $\Sigma e = 24$ [63]          | 1.0                             | 315 ± 10              | 385 ± 10         | 32 ± 3       |

\* Накопленная деформация пересчитана по используемой в данной работе методике (уравнения (1), (2)).

\*\* Неоднородная зеренная структура с бимодальным распределением зерен по размерам.

зерна, окруженные высокоугловыми границами с углом разориентировки  $\geq 15^\circ$ , однако присутствовали участки с нерекристаллизованной структурой. Размер крупных зерен на периферии не превышал 30 мкм. Эволюция структуры подтверждает протекание процессов рекристаллизации, которые приводят к снижению напряжения при увеличении накопленной деформации до 4.8. В сплаве Al–Mg–Sc–Zr послековки при более низкой температуре 325°C и  $\Sigma e = 8.4$  размер зерна составлял 2 мкм в результате протекания процессов рекристаллизации [36, 51].

Отжиг при 460°C, подвергнутого ВИК образца, привел к уменьшению соотношения мало/высокоугловых границ до 8/92% с формированием практически однородной рекристаллизованной структуры (рис. 6б, 6в). Средний размер рекристаллизованных зерен после отжига увеличился до  $1.6 \pm 0.2$  мкм, субзерен до  $1.5 \pm 0.2$  мкм (рис. 6б), доля малоугловых границ снизилась (рис. 6в). Высокую дисперсность и стабильность рекристаллизованной структуры в исследуемом сплаве можно объяснить совокупным влиянием крупных частиц фазы  $Al_9FeNi$ , которые стимулируют зарождение рекристаллизованных зерен [56], и наноразмерных дисперсоидов  $L1_2-Al_3(Sc, Zr)$ -фазы, сдерживающих рост рекристаллизованных зерен (эффект Зинера) [57]. Частицы  $L1_2-Al_3(Sc, Zr)$ -фазы эффективно сдерживают рекристаллизацию при нагреве холоднокатанных листов данного сплава [42] и ограничивают рост рекристаллизованных зе-

рен, полученных ВИК. В сплаве Al–Mg–Mn–Cr, имеющем близкое содержание магния, несмотря на более крупные, размером ~80 нм, частицы дисперсоидов фазы  $Al_6(Mn, Cr)$ , средний размер рекристаллизованного зерна после ВИК по аналогичному режиму составил ~1.7 мкм [49], что близко к размеру зерна в исследуемом сплаве. Однако отжиг при 460°C привел к значительному огрублению и росту неоднородности зеренной структуры, в которой наблюдаются признаки аномального роста зерен. Вероятно, в ходе ВИК при пониженной температуре 350°C и значительной накопленной деформации, важную роль при формировании структуры играет магний, который обеспечивает эффективный наклеп, стимулирует рекристаллизацию и ограничивает рост зерен [58]. Во время отжига при более высокой температуре формирование зеренной структуры определяется эффектом Зинера и параметрами дисперсоидов, относительно крупные частицы марганцевистой фазы ожидаемо слабее сдерживают рост зерен, чем дисперсные частицы  $L1_2$ -фазы.

Механические свойства исследуемого сплава после ВИК и отжига в сравнении с данными литературы представлены в табл. 1. В состоянии после ВИК сплав имел наибольшие прочностные характеристики, которые достигали уровня свойств термически-упрочняемых алюминиевых сплавов. Повышенную прочность можно объяснить факторами остаточного наклепа в участках с субзеренной структурой в сочетании с ультрамелким

зерном, а также дисперсионным упрочнением. Прочностные характеристики исследуемого сплава выше, чем характеристики полученных в тех же условиях сплавов без Sc, а относительное удлинение ниже, что обусловлено влиянием наноразмерных  $L1_2$ -дисперсоидов. Скандий повышает предел текучести благодаря дисперсионному (по механизму Орована) и субструктурному упрочнению, но снижает характеристики пластичности ввиду эффективного закрепления дислокаций  $L1_2$ -фазой [59]. Меньшая пластичность в исследуемом сплаве может быть также следствием значительной доли эвтектических частиц.

Отжиг при 460°C привел к снижению прочностных характеристик сплава и росту относительного удлинения с 7 до 24%, что можно объяснить снижением плотности дислокаций ввиду возврата и рекристаллизации. В сравнении с ВИК, традиционная обработка, включающая горячую и холодную прокатку с меньшей суммарной накопленной деформацией, обеспечила сплав в отожженном состоянии более высокие прочностные характеристики и меньшую пластичность ввиду сохранения нерекристаллизованной структуры после отжига [42]. Благодаря УМЗ-структуре и  $L1_2$ -фазе  $Al_3(Sc, Zr)$  механические свойства исследуемого сплава выше, чем сплавов системы  $Al-Mg-Mn-Cr$ , полученных по аналогичным схемам обработки, в том числе с использованием ВИК [49, 60]. Характеристики прочности исследуемого сплава выше, чем подвергнутого ВИК сплава 1570C ( $Al-5Mg-0.2Sc-0.18Mn-0.08Zr$ ) с более высоким содержанием Sc [61–63].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано деформационное поведение и эволюция микроструктуры сплава  $Al-4.9\% Mg-0.9\% Ni-0.9\% Fe-0.2\% Zr-0.1\% Sc-0.05\% Si$  в процессе всесторонней изотермическойковки (ВИК) при температуре 350°C и накопленной деформации до 14.4 и последующего отжига при 460°C. Определены механические свойства сплава при комнатной температуре.

С использованием метода конечных элементов проведен анализ формоизменения образца при ВИК в закрытом штампе, показавший существенную неоднородность деформации и значительное влияние трения. Предложен способ построения кривых “напряжение–деформация” по диаграммам нагружения, позволяющий учесть влияние трения.

Перед началом ВИК структуру сплава составляли алюминиевый твердый раствор, 6.3% частиц фазы  $Al_9FeNi$  размером 1.7 мкм с коэффициентом формы 0.7 и дисперсоиды  $L1_2-Al_3(Sc, Zr)$ -фазы размером 10–12 нм. Накопленная деформация

$\Sigma\epsilon = 14.4$  обеспечивала формирование однородной структуры со средним размером частиц фазы  $Al_9FeNi$  1.1 мкм и их коэффициентом формы 0.9, при этом параметры частиц  $L1_2$ -фазы не менялись. С увеличением накопленной деформации с 4.8 до 9.6 доля рекристаллизованной структуры в центральном поперечном сечении образца увеличилась с 10 до 70%, а при 14.4 достигла 90%.

После ВИК с накопленной деформацией 14.4 средний размер зерен составил 1.3 мкм, доля малоугловых границ 20%. Благодаря ультрамелкозернистой структуре, наноразмерным дисперсоидам  $L1_2$ -фазы и субструктурному упрочнению сплав демонстрировал высокие прочностные характеристики, предел текучести 440 МПа, предел прочности 475 МПа при относительном удлинении 7%.

Постдеформационный отжиг при 460°C обеспечил формирование однородной рекристаллизованной структуры с размером зерна 1.6 мкм и долей малоугловых границ субзерен 8%. Благодаря термически стабильной ультрамелкозернистой структуре отжиг после ВИК обеспечивает сочетание повышенных для рекристаллизованного состояния характеристик прочности (предел текучести 230 МПа, предел прочности 345 МПа) при относительном удлинении 24%.

Анализ деформационного поведения и механических свойств выполнен в рамках гранта НШ-1752.2022.4, микроструктурный и конечно-элементный анализ в рамках задач РНФ 17-79-20426. ПЭМ выполнена в Центре коллективного пользования МИСИС “Материаловедение и металлургия”, оснащенном за счет проекта Государственного задания РФ на закупку оборудования № 075-15-2021-696.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kim H.W., Kang S.B., Tsuji N., Minamino Y. Elongation increase in ultra-fine grained  $Al-Fe-Si$  alloy sheets // *Acta Mater.* 2005. V. 53. P. 1737–1749.
2. Fritsch S., Wagner M.F. On the Effect of Natural Aging Prior to Low Temperature ECAP of a High-Strength Aluminum Alloy // *Metals.* 2018. V. 8. P. 63–73.
3. Nikulin I., Kipelova A., Malopheyev S., Kaibyshev R. Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an  $Al-Mg-Mn$  alloy // *Acta Mater.* 2012. V. 60. P. 487–479.
4. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // *Prog. Mater. Sci.* 2006. V. 51. P. 881–981.
5. Крымский С.В., Автокротова Е.В., Ситдииков О.Ш., Михайловская А.В., Маркушев М.В. Структура алюминиевого сплава  $Al-Cu-Mg$ , криопрокатанного с различной степенью // *ФММ.* 2015. Т. 116. № 7. С. 714–722.

6. *Bhatta L., Pesin A., Zhilyaev A.P., Tandon P., Kong C., Yu H.* Recent Development of Superplasticity in Aluminum Alloys: A Review // *Metals*. 2020. V. 10. P. 77–103.
7. *Kumar N.* Severe Plastic Deformation of Al–Mg–Si Alloys Processed Through Rolling Techniques: A Review // *Metallogr. Microstruct. Anal.* 2022. V. 11. P. 353–404.
8. *Kumar N., Owolabi G.M., Jayaganthan R.* Al 6082 alloy strengthening through low strain multi-axial forging // *Mater. Charact.* 2019. V. 155. P. 109761.
9. *Noda M., Hirohashi M., Funami K.* Low temperature superplasticity and its deformation mechanism in grain refinement of Al–Mg alloy by multi-axial alternative forging // *J. Japan Inst. Met.* 2003. V. 67. P. 98–105.
10. *Mironov S.Y., Salishchev G.A., Myshlyaev M.M., Pippan R.* Evolution of misorientation distribution during warm ‘abc’ forging of commercial-purity titanium // *Mater. Sci. Eng. A*. 2006. V. 418. P. 257–267.
11. *Zhang Z., Wang T., Lin P.* Effect of forging steps on microstructure evolution and mechanical properties of Ti–6Al–4V alloy during multidirectional isothermal forging // *Procedia Manuf.* 2020. V. 50. P. 817–821.
12. *Nguyen M.T., Le V.T., Le M.H., Nguyen T.A.* Superplastic properties in a Ti<sub>5</sub>Al<sub>3</sub>Mo<sub>1.5</sub>V titan alloy processed by multidirectional forging process // *Mater. Lett.* 2022. V. 307. P. 131004.
13. *Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Атанов Б.И., Маркушев М.В.* Влияние всесторонней изотермическойковки на формирование ультрамелкозернистойструктуры в сплаве 1570С // *Неорганич. материалы*. 2022. V. 58. P. 569–580.
14. *Imayev V.M., Gaisin R.A., Gaisina E.R., Imayev R.M.* Microstructure, processing and mechanical properties of a titanium alloy Ti–20Zr–6.5Al–3.3Mo–0.3Si–0.1B // *Mater. Sci. Eng. A*. 2017. V. 696. P. 137–145.
15. *Sun J., Wang X., Li J., Shu D., Wang S., Peng P., Mao Q., Liu T., Lu X., Li Y., Zhu D., Wang G., Qin W.* Enhanced mechanical properties of ultrafine-lamella 304L stainless steel processed by multidirectional hot forging // *Vacuum*. 2021. V. 187. P. 110116.
16. *Soleymani V., Eghbali B.* Grain Refinement in a Low Carbon Steel Through Multidirectional Forging // *J. Iron Steel Res. Int.* 2012. V. 19. P. 74–78.
17. *Ramesh S., Anne G., Bhat N., Aithal G., Shivananda Nayaka H., Arya S.* Surface modification of multi-directional forged biodegradable Mg–Zn alloy by ball burnishing process: Modeling and analysis using deep neural network // *J. Manuf. Process.* 2021. V. 68. P. 423–434.
18. *Cui J., Yang H., Zhou Y., Tan J., Chen X., Song J., Huang G., Zheng K., Jin Y., Jiang B., Pan F.* Optimizing the microstructures and enhancing the mechanical properties of AZ81 alloy by adding TC4 particles // *Mater. Sci. Eng. A*. 2023. V. 863. P. 144518.
19. *Yurchenko N.Y., Stepanov N.D., Salishchev G.A., Serebryany V.N., Martynenko N.S., Lukyanova E.A., Rokhlin L.L., Birbilis N., Dobatkin S.V., Estrin Y.Z.* Effect of multiaxial deformation on structure, mechanical properties, and corrosion resistance of a Mg–Ca alloy // *J. Magnes. Alloy*. 2022. V. 10. P. 266–280.
20. *Юрченко Н.Ю., Степанов Н.Д., Салищев Г.А., Мартыненко Н.С., Лукьянова Е.А., Рохлин Л.Л., Добаткин С.В.* Изучение закономерностей структурообразования при сжатии для выбора режимов мультисековой деформации сплава системы Mg–Ca // *Металлы*. 2018. Т. 6. С. 38–53.
21. *Zhang S., Wu L., Gu T., Shi Y., Tian X., Li H., Hou H., Zhao Y.* Effect of microstructure on the mechanical properties of ultrafine-grained Cu–Al–Ni alloys processed by deformation and annealing // *J. Alloys Compd.* 2022. V. 923. P. 166413.
22. *Shahriyari F., Shaeri M.H., Dashti A., Zarei Z., Noghani M.T., Cho J.H., Djavanroodi F.* Evolution of mechanical properties, microstructure and texture and of various brass alloys processed by multi-directional forging // *Mater. Sci. Eng. A*. 2022. V. 831. P. 142149.
23. *Zhang R., Li Z., Sheng X., Gao Y., Lei Q.* Grain refinement and mechanical properties improvements in a high strength Cu–Ni–Si alloy during multidirectional forging // *Fusion Eng. Des.* 2020. V. 159. P. 111766.
24. *Ситдиков О.Ш.* Влияние всестороннейковки на формирование мелкозернистой микроструктуры в высокопрочном алюминиевом сплаве // *Письма о матер.* 2013. Т. 3. С. 215–220.
25. *Cherukuri B., Nedkova T.S., Srinivasan R.* A comparison of the properties of SPD-processed AA-6061 by equal-channel angular pressing, multi-axial compressions/forgings and accumulative roll bonding // *Mater. Sci. Eng. A*. 2005. V. 410–411. P. 394–397.
26. *Wang D., Zhang W., Huang S., Yi Y., He H.* Effect of three-dimensional deformation at different temperatures on microstructure, strength, fracture toughness and corrosion resistance of 7A85 aluminum alloy // *J. Alloys Compd.* 2022. V. 928. P. 167200.
27. *Das B., Dixit U.S., Panda B.N.* Effects of Multi-axis Forging on Mechanical and Microstructural Properties of AA6061-T6 Aluminum Alloy / *Advances in Forming, Machining and Automation. Select Proceedings of AIMTDR 2021*. Springer, 2022. P. 47–59.
28. *Sitdikov O., Goloborodko A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R.* Grain Refinement in As-Cast 7475 Al Alloy under Hot Multiaxial Deformation // *Mater. Sci. Forum*. 2003. V. 426–432. P. 381–386.
29. *Kumar N., Jayaganthan R., Owolabi G.M.* Grain refinement mechanism in 6082 Al alloy fabricated by cryomultiaxial forging // *Mater. Sci. Eng. A*. 2022. V. 833. P. 142518.
30. *Sarath Chandra Reddy G., Manjunath L.H., Manjunath G.K.* Development of Al 6061 MWCNT MMC processed by Multi-Directional Forging // *Mater. Today Proc.* 2022. V. 54. P. 196–198.
31. *Chen Q., Geng H., Zhang H., Li X., Chen G.* Microstructure and mechanical properties of in situ TiB<sub>2</sub>–TiAl<sub>3</sub>/2024Al composite subjected to multidirectional forging // *J. Mater. Res. Technol.* 2022. V. 21. P. 2827–2840.
32. *Panov D.O., Sokolovsky V.S., Stepanov N.D., Zharebysov S.V., Panin P.V., Volokitina E.I., Nochovnaya N.A., Salishchev G.A.* Effect of interlamellar spacing on strength-ductility combination of  $\beta$ -solidi-

- fied  $\gamma$ -TiAl based alloy with fully lamellar structure // Mater. Sci. Eng. A. 2023. V. 862. P. 144458.
33. Kuznetsov A.V., Shaisultanov D.G., Stepanov N., Salishchev G.A., Senkov O.N. Superplasticity of AlCo-CrCuFeNi High Entropy Alloy // Mater. Sci. Forum. 2012. V. 735. P. 146–151.
  34. Sitdikov O., Garipova R., Avtokratova E., Mukhametdinova O., Markushev M. 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. 2018. V. 746. P. 520–531.
  35. Sakai T., Miura H., Goloborodko A., Sitdikov O. Continuous dynamic recrystallization during the transient severe deformation of aluminum alloy 7475 // Acta Mater. 2009. V. 57. P. 153–162.
  36. Sitdikov O., Avtokratova E., Markushev M. Development of Ultrafine Grain Structure in an Al-Mg-Mn-Sc-Zr Alloy During High-Temperature Multidirectional Isothermal Forging // Met. Mater. Int. 2021. V. 27. P. 2743–2755.
  37. He H., Chen K., Yi Y., You W., Guo Y., Wang B., Tang J., Guo W., Huang S. Influence of Forging Temperature on the Microstructures and Mechanical Properties of a Multi-Directionally Forged Al-Cu-Li Alloy // Met. Mater. Int. 2022. V. 28. P. 433–447.
  38. Montazeri-pour M., Parsa M.H., Jafarian H.R., Taieban S. Microstructural and mechanical properties of AA1100 aluminum processed by multi-axial incremental forging and shearing // Mater. Sci. Eng. A. 2015. V. 639. P. 705–716.
  39. Kishchik M.S., Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Mosleh A.O., AbuShanab W.S., Portnoy V.K. Effect of multi-directional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al-Mg-Mn alloy // Materials. 2018. V. 11. P. 2166.
  40. Ситдииков О.Ш., Автократова Е.В., Мухаметдинова О.Э., Гарипова Р.Н., Ильясов Р.Р., Маркушев М.В. Микроструктура, механические свойства и термическая стабильность ультрамелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава, полученного всесторонней изотермической ковкой // Materials Physics and Mechanics. 2017. Т. 33. С. 137–151.
  41. Кищик А.А., Михайловская А.В., Левченко В.С., Портной В.К. Формирование микроструктуры и сверхпластичность магналиев // ФММ. 2017. Т. 6. № 1. С. 101–108.
  42. Kishchik A.A., Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Rofman O.V., Portnoy V.K. Al-Mg-Fe-Ni based alloy for high strain rate superplastic forming // Mater. Sci. Eng. A. 2018. V. 718. P. 190–197.
  43. Mikhaylovskaya A.V., Kishchik M.S., Kotov A.D., Tabachkova N.Y. Grain refinement during isothermal multidirectional forging due to  $\beta$ -phase heterogenization in Al-Mg-based alloys // Mater. Lett. 2022. V. 321. P. 132412.
  44. Mochugovskiy A.G., Tabachkova N.Y., Ghayoumabadi M.E., Cheverikin V.V., Mikhaylovskaya A.V. Joint effect of quasicrystalline icosahedral and  $L1_2$ -structured phases precipitation on the grain structure and mechanical properties of aluminum-based alloys // J. Mater. Sci. Technol. 2021. V. 87. P. 196–206.
  45. Чурюмов А.Ю., Михайловская А.В., Котов А.Д., Базлов А.И., Портной В.К. Разработка математических моделей связи показателей сверхпластичности с параметрами структуры алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Si // ФММ. 2013. Т. 114. № 3. С. 297–304.
  46. Mikhaylovskaya A.V., Ryazantseva M.A., Portnoy V.K. Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2011. V. 528. P. 7306–7309.
  47. Alemdag Y., Karabiyik S., Mikhaylovskaya A. V., Kishchik M.S., Purcek G. Effect of multi-directional hot forging process on the microstructure and mechanical properties of Al-Si based alloy containing high amount of Zn and Cu // Mater. Sci. Eng. A. 2021. V. 803. P. 140709.
  48. Wang B., Yi Y., He H., Huang S. Effects of deformation temperature on second-phase particles and mechanical properties of multidirectionally-forged 2A14 aluminum alloy // J. Alloys Compd. 2021. V. 871. P. 159459.
  49. Кищик А.А., Михайловская А.В., Кищик М.С., Котов А.Д. Влияние всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и механические свойства сплава системы Al-Mg-Mn-Cr // ФММ. 2020. Т. 121. № 5. С. 543–549.
  50. Forbord B., Hallem H., Ryum N., Marthinsen K. Precipitation and recrystallisation in Al-Mn-Zr with and without Sc // Mater. Sci. Eng. A. 2004. V. 387–389. P. 936–939.
  51. Sitdikov O., Avtokratova E., Markushev M. Influence of strain rate on grain refinement in the Al-Mg-Sc-Zr alloy during high-temperature multidirectional isothermal forging // Mater. Charact. 2019. V. 157. P. 109885.
  52. Chuvil'deev V.N., Gryaznov M.Y., Shotin S.V., Kopylov V.I., Nokhrin A.V., Likhniitskii C.V., Murashov A.A., Bobrov A.A., Tabachkova N.Y., Pirozhnikova O.E. Investigation of superplasticity and dynamic grain growth in ultrafine-grained Al-0.5% Mg-Sc alloys // J. Alloys Compd. 2021. V. 877. P. 160099.
  53. Мочуговский А.Г., Барков Р.Ю., Михайловская А.В., Логинова И.С., Яковцева О.А., Поздняков А.В. Структура и свойства сплавов Al-4.5Mg-0.15Zr с добавкой Er, Y или Yb // ФММ. 2022. Т. 123. № 5. С. 499–506.
  54. Поздняков А.В., Барков Р.Ю., Левченко В.С. Влияние Yb на фазовый состав и механические свойства сплавов Al-Mg-Mn-Zr-Sc и Al-Mg-Cr-Zr-Sc с низкой концентрацией скандия // ФММ. 2020. Т. 121. № 1. С. 93–98.
  55. Buckingham R.C., Argyrakis C., Hardy M.C., Biroscas S. The effect of strain distribution on microstructural developments during forging in a newly developed nickel base superalloy // Mater. Sci. Eng. A. 2016. V. 654. P. 317–328.
  56. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. Current issues in recrystal-

- lization: A review // *Mater. Sci. Eng. A*. 1997. V. 238. P. 219–274.
57. *Manohar P.A., Ferry M., Chandra T.* Five Decades of the Zener Equation // *ISIJ Int.* 1998. V. 38. C. 913–924.
58. *Buken H., Kozeschnik E.* Modeling Static Recrystallization in Al–Mg Alloys // *Metall. Mater. Trans. A*. 2021. V. 52. P. 544–552.
59. *Mochugovskiy A.G., Mikhaylovskaya A.V.* Comparison of precipitation kinetics and mechanical properties in Zr and Sc-bearing aluminum-based alloys // *Mater. Lett.* 2020. V. 275. P. 128096.
60. *Mikhaylovskaya A.V., Kishchik A.A., Kotov A.D., Rofman O.V., Tabachkova N.Y.* Precipitation behavior and high strain rate superplasticity in a novel fine-grained aluminum based alloy // *Mater. Sci. Eng. A*. 2019. V. 760. P. 37–46.
61. *Sitdikov O., Avtokratova E., Latypova O., Markushev M.* Structure, strength and superplasticity of ultrafine-grained 1570C aluminum alloy subjected to different thermomechanical processing routes based on severe plastic deformation // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2021. V. 31. P. 887–900.
62. *Sitdikov O.Sh., Avtokratova E.V., Ilyasov R.R., Markushev M.V.* Structure and Mechanical Properties of the Aluminum Alloy 1570C after Multidirectional Forging with Decreasing Temperature and Subsequent Rolling // *J. Phys. Conf. Ser.* 2020. V. 1431. P. 012053.
63. *Avtokratova E., Sitdikov O., Markushev M., Linderov M., Merson D., Vinogradov A.* The processing route towards outstanding performance of the severely deformed Al–Mg–Mn–Sc–Zr alloy // *Mater. Sci. Eng. A*. 2021. V. 806. P. 140818.