

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.25

ПРОЯВЛЕНИЕ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ ПРИ ПОНИЖЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ СПЛАВА 1565ч СИСТЕМЫ Al–Mg В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ И НАНОСТРУКТУРНОМ СОСТОЯНИЯХ

© 2023 г. Е. В. Бобрук^{а, *}, И. А. Рамазанов^а, В. В. Астанин^а, Н. Г. Зарипов^а, В. У. Казыханов^а,
А. М. Дриц^б, М. Ю. Мурашкин^{а, с}, Н. А. Еникеев^{а, с}

^аУфимский университет науки и технологий, ул. К. Маркса, 12, Уфа, 450008 Россия

^бАО “СМЗ”, Самара, 443051 Россия

^сСанкт-Петербургский государственный университет,
Университетская наб., 13, Санкт-Петербург, 198504 Россия

*e-mail: e-bobruk@yandex.ru

Поступила в редакцию 30.05.2023 г.

После доработки 12.07.2023 г.

Принята к публикации 14.07.2023 г.

В сплаве 1565ч системы Al–Mg (Al–5.66Mg–0.81Mn–0.67Zn–0.09Zr–0.07Cr–0.04Ti–0.001Be–0.3(Fe + Si) (вес. %)), сформированы однородные наноструктурное и ультрамелкозернистое (НС и УМЗ) состояния со средним размером зерна 95 и 200 нм соответственно. В обоих состояниях границы зерен имеют преимущественно большеугловые разориентации. Показано, что сплав с НС- и УМЗ-структурой, сформированной при комнатной температуре кручением под высоким давлением и при 200°C равноканальным угловым прессованием по схеме Конформ, демонстрирует схожие признаки сверхпластического (СП) поведения при пониженных температурах 250–300°C в интервале скоростей деформации 5×10^{-4} – 10^{-2} с⁻¹: значения удлинения составили 170–560%, величина коэффициента скоростной чувствительности (m) 0.3–0.73 при низких напряжениях течения. Установлен температурный интервал стабильности прочностных характеристик сплава 1565ч в НС- и УМЗ-состоянии как после термического, так и деформационно-термического воздействия. Показано, что материал в обоих исследованных структурных состояниях после деформации в условиях СП сохраняет высокий уровень прочности. Проанализирован деформационный рельеф, образовавшийся на рабочей части НС- и УМЗ-образцов сплава 1565ч, на стадии установившегося СП-течения.

Ключевые слова: Al–Mg-сплав, ультрамелкозернистая структура, наноструктура, сверхпластичность, механические свойства, интенсивная пластическая деформация

DOI: 10.31857/S0015323023600880, EDN: PIKVUE

ВВЕДЕНИЕ

Недавние работы показали, что в алюминиевых сплавах формирование методами интенсивной пластической деформации (ИПД) наноструктурного (НС) и ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния с регламентированным распределением легирующих элементов в виде вторичных упрочняющих фаз, нанокластеров, а также сегрегаций, либо прослоек вдоль границ зерен приводит к уникальному комплексу свойств [1–9]. В ряде работ также было показано, что измельчение зерен до УМЗ или наноразмерного диапазона в ряде сплавов позволяет реализовать в них эффект сверхпластичности (СП) при низких температурах [10–16]. Недавно было установлено, что после деформации в условиях низкотемпературной СП в определенном температурно-скоростном интервале наноструктурированные

методами ИПД сплавы 7000 и 2000 серии сохраняют высокие значения прочности [13, 14].

На примере промышленных сплавов 7475 и 7075 системы Al–Zn–Cu–Mg впервые была показана возможность достижения рекордного уровня прочности за счет формирования УМЗ-структуры с наноструктурными выделениями второй фазы [13, 14]. Было установлено, что формирование в результате обработки ИПД УМЗ-структуры с границами зерен, содержащими зернограницные сегрегации атомов легирующих элементов в виде прослоек, обеспечивает СП поведение этих сплавов при температурах ниже 200°C ($0.5 T_{пл}$) [13, 14]. Такое снижение температуры деформации в сочетании с оптимальными скоростными условиями позволяет сохранить в сплавах прочность после формообразующей операции на 20–30% выше, чем в аналогах, упрочненных тради-

сионными видами обработки на максимальную прочность [8].

В работе [9] УМЗ-сплав 2024 системы Al–Cu–Mg со средним размером зерна 150 нм, полученный методом кручением под высоким давлением (КВД) при комнатной температуре (КТ), продемонстрировал СП-поведение в высокопрочном состоянии при температуре 400°C ($0.74 T_{пл}$) и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , максимальное относительное удлинение до разрушения составило 400%. В исследовании [14] показано, что сплав 2024 в НС-состоянии, с размером зерна 100 нм демонстрирует такое же максимальное удлинение (около 400%) в результате СП при более низкой температуре – 270°C ($0.56 T_{пл}$). В той же работе был отмечен эффект сохранения высокой прочности НС-сплава после деформации в условиях низкотемпературной СП.

В работе [15] сплавы 1421 и 1570 системы Al–Mg–Li–Sc и Al–Mg–Sc в УМЗ- и НС-состоянии продемонстрировали высокоскоростную и низкотемпературную СП в интервале температур 200–400°C и скоростей деформации (5×10^{-3} – 2) с^{-1} . Достигнуто предельное удлинение до разрушения 1500 и 1100% в УМЗ- и НС-состоянии соответственно при скорости деформации 0.1 с^{-1} при 400°C в сплаве 1421. В работе отмечена высокая пластичность (300%) УМЗ-сплава 1570 с размером зерен 200 нм при температуре 200°C. Увеличение температуры деформирования в диапазоне 250–300°C привело к сдвигу максимума пластичности в область больших скоростей деформации. Авторы установили важные особенности деформационного поведения этих сплавов: отсутствие порообразования, протяженная стадия деформационного упрочнения, слабая зависимость коэффициента скоростной чувствительности от скорости деформации, из чего следует, что основной вклад в деформацию образца дает кооперативное зернограницное проскальзывание по границам фрагментов, охватывающих группы зерен [15]. Высокоскоростная формовка при низких температурах позволяет избежать роста зерен и тем самым получить улучшенные механические характеристики изделий [8, 15].

Из всего вышесказанного следует, что изучение СП при пониженных температурах УМЗ- и НС-алюминиевых сплавов представляет собой как научный, так и практический интерес. Обнаруженные особенности механического поведения сплавов с такой микроструктурой откроют новые возможности для создания перспективных легких и высокопрочных изделий и конструкций, например, за счет применения композиционных материалов на основе алюминия и его сплавов [17, 18].

Относительно недавно на основе сплава 5182 был разработан перспективный алюминиймагнийевый сплав 1565ч с большим содержанием Mg и

дополнительным легированием Zn и Zr, который в настоящее время широко используется в транспортной промышленности. Несмотря на достаточно высокое содержание магния, этот сплав сохраняет высокую пластичность и коррозионную стойкость в сочетании с повышенной прочностью [19]. В сплаве 1565ч присутствует цирконий для образования фазы Al_3Zr , частицы которой являются центрами кристаллизации твердого раствора [20].

Исследование алюминиевого сплава 1565ч в УМЗ- и НС-состояниях представляет как научный, так и практический интерес. Первое связано с расширением представлений о природе СП при пониженных температурах, а второе – с перспективой использования такого материала в качестве основы при изготовлении алюмоматричных волокнистых композитов [17, 18]. Уникальная способность СП-материалов легко заполнять зазоры микронного диапазона размеров (или десятки микрон) должна обеспечить существенное снижение температурно-силовых параметров компактирования композитных материалов (КМ) и тем самым упростить их производство и улучшить качество.

Основная цель работы – проанализировать механическое поведение при комнатной и повышенной температурах протравленного сплава 1565ч системы Al–Mg в НС- и УМЗ-состояниях, определить порог стабильности его прочностных характеристик после термического и деформационно-термического воздействия, а также определить температурно-скоростной интервал проявления СП.

МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Для решения поставленных в работе задач материалом исследования был выбран промышленный деформируемый термически неупрочняемый сплав 1565ч системы Al–Mg (Al–5.66Mg–0.81Mn–0.67Zn–0.09Zr–0.07Cr–0.04Ti–0.001Be–0.3(Fe + Si) (вес. %) согласно ГОСТ 4784–2019.

Для реализации твердорастворного упрочнения и максимального измельчения зеренной структуры в результате ИПД и/или дислокационного упрочнения исходные заготовки сплавов перед деформацией подвергали отжигу при температуре $480 \pm 5^\circ\text{C}$ в течение 1 ч с последующим охлаждением в воде [21].

Деформационная обработка сплава 1565ч методами ИПД:

Для формирования НС-состояния часть заготовок в виде дисков диаметром 20 мм и толщиной 1.4 мм подвергали обработке при КТ методом КВД с приложенным удельным давлением 6 ГПа и скоростью деформирования 1 об/мин. Суммарное

количество оборотов подвижного бойка — 10. Схема и описание КВД представлена в работе [22].

Часть заготовок для формирования УМЗ-состояния были подвергнута 6 циклам обработки при 200°C методом равноканального углового прессования по схеме Конформ (РКУП-Конформ) по режиму Вс на лабораторной установке РКУП-К-01НМ. Размер образцов с квадратным сечением составил 10 × 10 мм, длина — 110 мм. Схема и описание РКУП-Конформ представлена в работе [23].

Анализ микроструктуры методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) осуществляли на электронном микроскопе фирмы JEOL JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Металлографический анализ проводили на микроскопе CarlZeissAxio Observer.A1m.

Исходное состояние, анализ изломов разрушенных образцов и деформационного рельефа после механических испытаний изучали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) JEOL JSM-6490LV, оснащенного приставкой INCA для химического анализа методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX).

Рентгеновский фазовый и структурный анализ (РФА/РСА) образцов сплава проводили на основе результатов съемок, выполненных на дифрактометре Bruker D2 Phaser с использованием $\text{CuK}\alpha$ излучения (напряжение и сила тока составили 30 кВ и 20 мА соответственно). Анализ рентгенограмм осуществляли при помощи полнопрофильного уточнения методом Ритвельда, реализованного в программном обеспечении MAUD [24]. Инструментальное уширение учитывали при помощи анализа съемки эталонного образца Al_2O_3 . В результате были рассчитаны значения параметра решетки (a), размера областей когерентного рассеяния (d_{xrd}) и микроискажений кристаллической решетки ($\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$). На основе этих значений согласно выражению (1) [25] была рассчитана плотность дислокаций (ρ):

$$\rho = 2\sqrt{3}\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} / (d_{\text{xrd}}b), \quad (1)$$

где $b = \sqrt{2}/2a$ — вектор Бюргерса.

Аттестация механических свойств. Механические испытания проводили на универсальной испытательной машине INSTRON модели 5982 с программным обеспечением Bluehill 3 при КТ, 200, 250 и 300°C в интервале скоростей $5 \times 10^{-5} \dots 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ для определения напряжения течения, относительного удлинения до разрыва, коэффициента скоростной чувствительности:

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\epsilon}}, \quad (2)$$

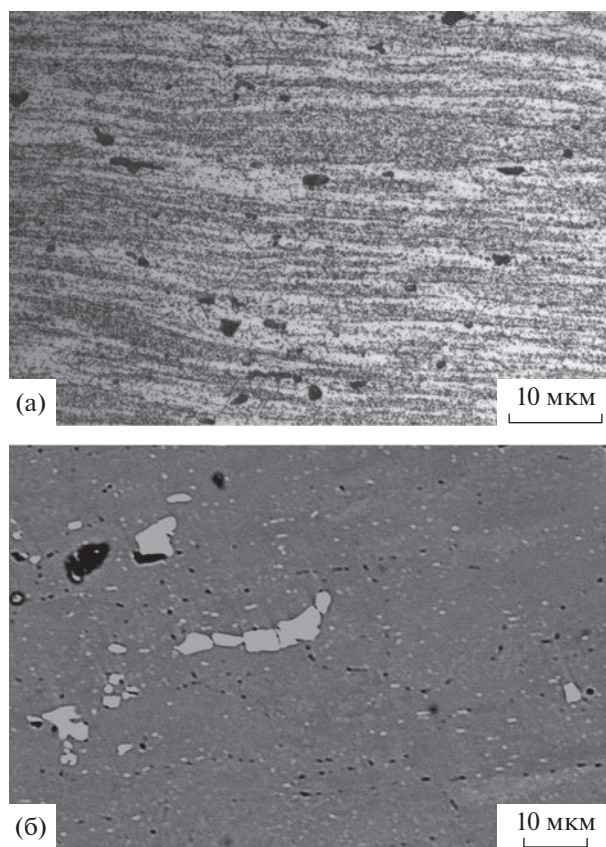


Рис. 1. Микроструктура сплава 1565c: а — в исходном КЗ состоянии после прокатки, б — после гетерогенизационного отжига: белые частицы идентифицированы как частицы $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$, черными выделены частицы Mg_2Si .

где σ — напряжение течения при степени деформации 100%; $\dot{\epsilon}$ — скорость деформации.

Размер рабочей части образцов составил $1.0 \times 0.8 \times 3.2 \text{ мм}^3$.

Микротвердость по Виккерсу (HV) оценивали на приборе EMCO—TestDuraScan 50 под нагрузкой 1 Н в течение 15 с.

РЕЗУЛЬТАТЫ МИКРОСТРУКТУРА

Структура сплава 1565c в исходном крупнозернистом (КЗ) состоянии после прокатки представлена вытянутыми зёрнами в виде волокон, средняя ширина волокон составляет $2.3 \pm 0.2 \text{ мкм}$, также в микроструктуре присутствуют грубые частицы кристаллизационного происхождения размером до 20 мкм (рис. 1) [26]. Отжиг в течение часа при температуре 480°C привел к формированию полностью рекристаллизованной структуры [26–28], в алюминиевых зёрнах наблюдаются два вида частиц, размер частиц в диапазоне 2–10 мкм. С помощью EDX-анализа (рис. 1б), а также лите-

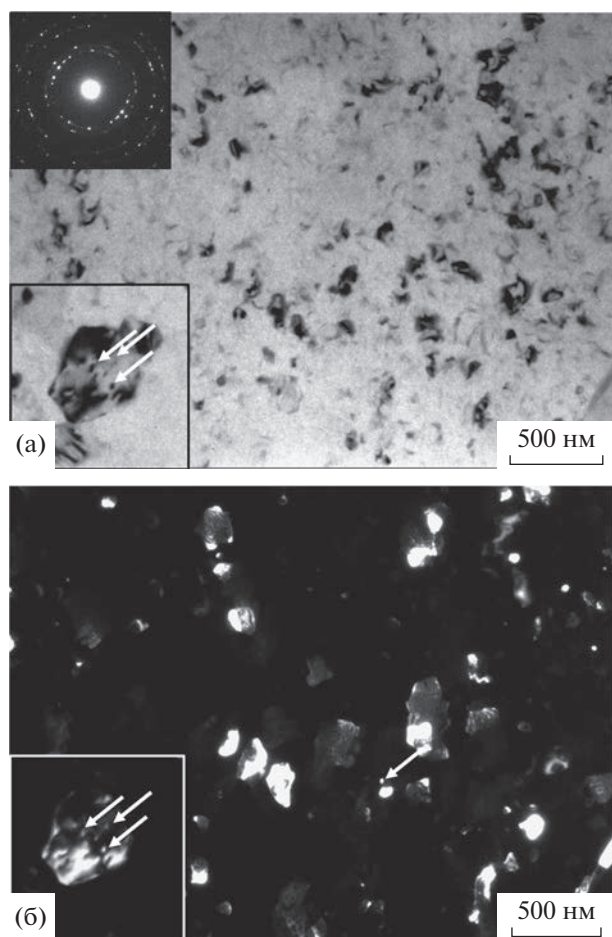


Рис. 2. Микроструктура сплава 1565ч после обработки КВД при комнатной температуре, стрелками указана фаза Al_3Zr : а — светлое поле с дифракционной картиной, б — темное поле.

ратурных данных [26–29] светло-серые частицы идентифицированы как частицы $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, черные — частицы Mg_2Si .

Для определения оптимальных температурно-скоростных условий протекания СП деформации при пониженных температурах сплава 1565ч были сформированы два структурных состояния разными методами ИПД.

В результате обработки КВД в образцах сплава 1565ч сформировали однородную НС со средним размером зерна 95 ± 5 нм, коэффициент вытянутости зерен 1.1 (рис. 2). Внутри и по границам алюминиевых зерен наблюдаются единичные выделения фазы Al_3Zr , отмеченные стрелками на рис. 2 [26, 27].

В результате обработки РКУП-Конформ при 200°C в сплаве 1565ч получили УМЗ однородное состояние со средним размером зерна 200 ± 5 нм, коэффициент вытянутости зерен 1.3 в продольном сечении заготовки (рис. 3а, 3б) и 200 ± 3 нм,

коэффициент вытянутости зерен 1.1 в поперечном сечении заготовки (рис. 3в, 3г). Внутри и по границам алюминиевых зерен наблюдаются множественные выделения, согласно [26, 27], фазы Al_6Mn и Al_3Zr , отмеченные на рис. 3 стрелками. Также в структуре отмечено образование частиц, судя по морфологическим признакам, β -фазы Al_3Mg_2 в результате динамического распада пересыщенного твердого раствора [16, 29, 30].

Эти наблюдения хорошо согласуются с данными РФА и РСА.

Рентгеновские профили, полученные с образцов сплава 1565ч в разных структурных состояниях, представлены на рис. 4. Индексирование пиков показало, что фазовый состав сплава в исходном состоянии может быть описан наличием в структуре интерметаллидных частиц типа Mg_2Si и $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, что хорошо согласуется с результатами РЭМ/EDX анализа и литературными данными о составе данного сплава, термообработанного при $T > 400^\circ\text{C}$ [19]. Помимо того, РФА показал, что рентгенограмма сплава с УМЗ-структурой, сформированной в результате обработки РКУП-Конформ при 200°C , демонстрирует дифракционные пики от частиц β -фазы Al_3Mg_2 [19–21, 29, 30]. Наличие частиц β -фазы Al_3Mg_2 ранее уже отмечалось в сплавах Al-Mg с содержанием магния более 4 вес. %, например, в сплаве 1560 с УМЗ-структурой, сформированной в результате РКУП в аналогичных температурных условиях [31–33].

ИПД методом КВД при КТ не приводит к качественному изменению исходного фазового состава, однако интенсивность пиков, соответствующих интерметаллидным фазам типа Mg_2Si и $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, значительно уменьшается, что может свидетельствовать об измельчении в ходе ИПД крупных частиц Al_6Mn , присутствовавших в исходном состоянии материала. В то же время надежное подтверждение образования β -фазы в процессе КВД при КТ находится за пределами чувствительности метода рентгеновской дифракции.

Результаты расчетов структурных параметров сплава 1565ч в исходном и деформированных состояниях показывают, что параметр решетки сплава в состоянии до деформации ($a = 4.0785 \text{ \AA}$) заметно превышает значение характерное для чистого алюминия ($a \sim 4.050 \text{ \AA}$). Это объясняется образованием твердого раствора магния в алюминиевой матрице в результате термической обработки. Известно, что растворение в алюминии одного ат. % магния приводит к увеличению параметра решетки на $0.0046 \text{ \AA}$ [23], таким образом, содержание магния в твердом растворе до деформации можно оценить как ~ 6.2 ат. %, что хорошо соответствует содержанию магния в химическом составе сплава (5.66 вес. % ~ 6.24 ат. % магния в Al-Mg -сплаве). Интересно, что КВД, выполнен-

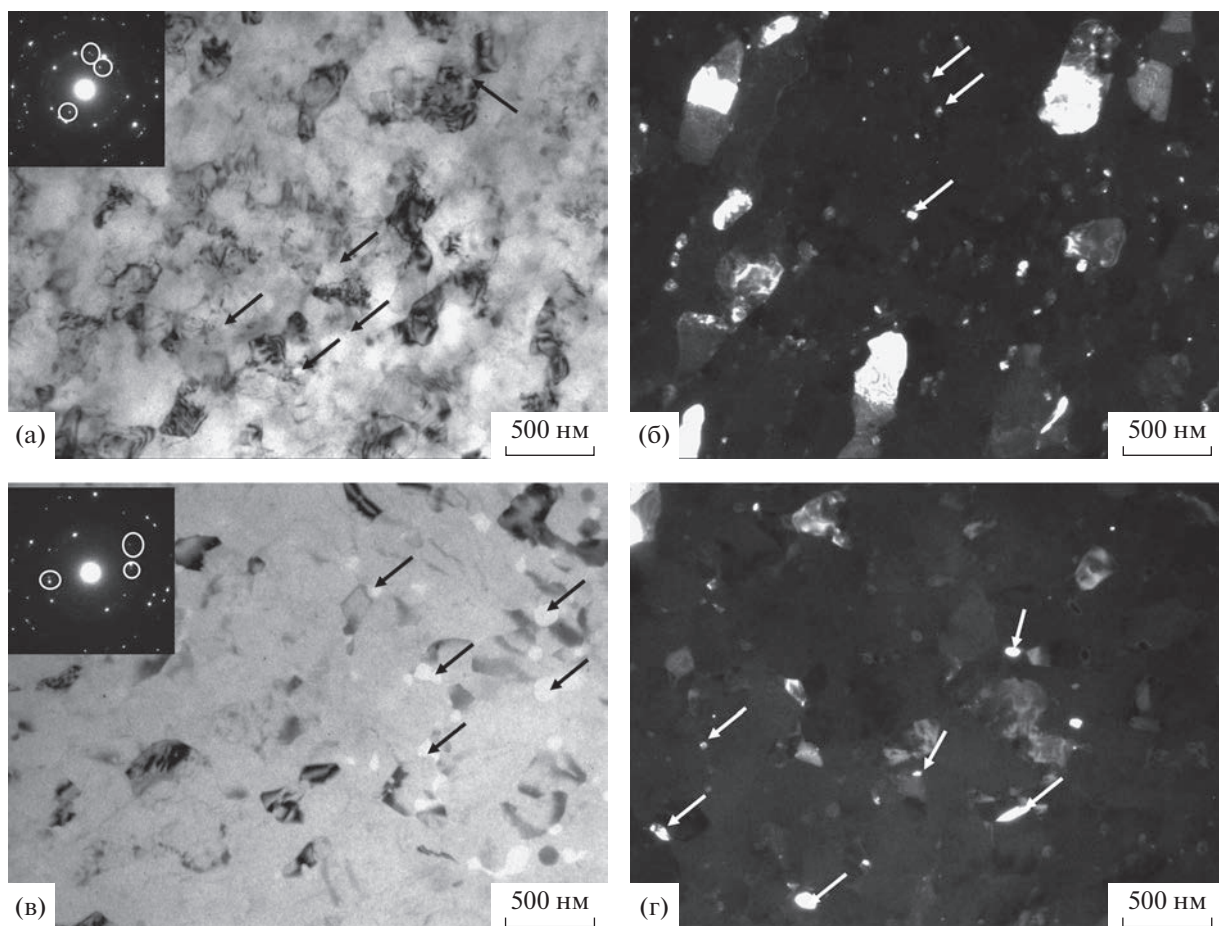


Рис. 3. Микроструктура сплава 15654 после обработки РКУП-Конформ при 200°C, и черными стрелками указана β -фаза, белыми — Al_6Mn : светлое поле с дифракционной картиной (а, в); темное поле (б, г). Микроструктура в продольном (а, б) и поперечном сечении заготовки (в, г).

ное при КТ, приводит к заметному уменьшению параметра решетки в сплаве (с 4.0785 до 4.0764 Å), указывая на то, что некоторая доля атомов магния (~0.4 ат. %) покинула твердый раствор. В то же время отсутствие пиков, соответствующих β -фазе, позволяет сделать предположение, что процесс распада твердого раствора не сопровождался образованием интерметаллидных частиц, а главным образом привел к неоднородной зернограничной сегрегации атомов магния. Такой эффект был обнаружен на подобном сплаве 1570 после КВД [3, 5], и это предположение хорошо согласуется с аномально высокой прочностью, продемонстрированной сплавом 15654 после КВД (предел текучести — 710 МПа). Данное значение существенно превышает предсказываемое для данного размера зерен, исходя из зависимости Холла—Петча [34]. Этот феномен может быть объяснен наличием сегрегаций/кластеров легирующих элементов на границах нанокристаллических зерен после КВД, которые затрудняют испускание дислокаций с границ зерен, что приводит к повышению на-

пряжения, необходимого для пластического течения в таком материале [35, 36].

ИПД методом РКУП-Конформ при температуре 200°C также приводит к уменьшению параметра решетки сплава до уровня более низкого (с 4.0785 до 4.0760 Å), чем для материала, подвергнутого КВД. Это свидетельствует о несколько более глубоком распаде твердого раствора, который в данном случае сопровождался активным образованием β -фазы, что хорошо соответствует литературным данным [29, 31–33]. В работе [37] показано, что β -фаза образуется во время отжига сплава 5083 при температуре 175°C в течение 10 дней на ранее существовавших богатых марганцем частицах и на границах зерен, указывая на то, что они представляют собой эффективные гетерогенные центры зародышеобразования. Кроме того, в сплаве Al–7Mg после РКУП при КТ и последующей СП-деформации при 300°C наблюдали субмикронные частицы β -фазы вдоль границ зерен, которые выделяются в начальной фазе процесса деформации и укрупняются в процессе СП-деформации,

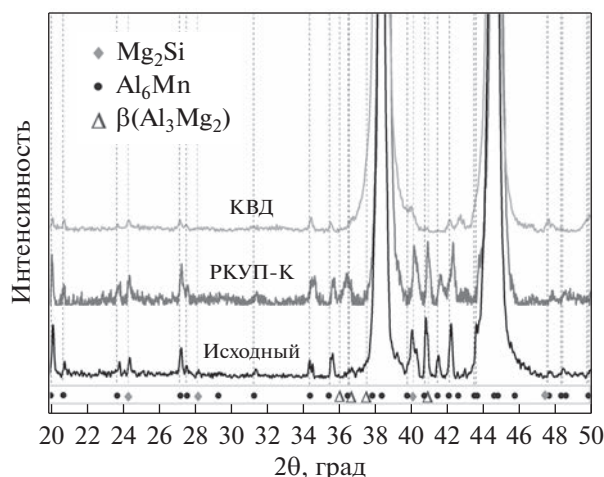


Рис. 4. Рентгенограммы, полученные с образцов сплава 1565ч, и анализ его фазового состава в исходном состоянии и после ИПД методами КВД и РКУП-Конформ.

а также выделение внутри зерен наноразмерных частиц β -фазы, которое авторы связали с миграцией границ зерен [16, 31–33]. Наноразмерные и субмикронные выделения Al_3Mg_2 могут ограничивать миграцию дислокаций и границ зерен, и, следовательно, задерживать время полной рекристаллизации и затруднять рост зерен.

Размер кристаллитов, рассчитанный по результатам РСА, находится в хорошем согласии с размерами зерен, измеренными методами ПЭМ. После КВД он составил $d_{\text{хрд}} = 69$ нм (при $d = 95$ нм) и $d_{\text{хрд}} = 140$ нм (при $d = 200$ нм) после РКУП-Конформ. Данные о плотности дислокаций, которая в данном сплаве после КВД превышает более чем в два раза значение этого параметра после РКУП, также вполне объяснимы, учитывая разницу в температуре и степени деформации между этими видами ИПД.

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Формирование НС-состояния с помощью КВД при КТ позволило достичь условного предела текучести 715 ± 5 МПа, предела прочности 800 ± 6 МПа при относительном удлинении до разрушения $1.2 \pm 0.2\%$ (рис. 5). Характеристики прочности НС сплава в 2 раза превышают такие сплава в крупнозернистом состоянии после традиционной холодной прокатки: условный предел текучести 330 ± 3 МПа, предел прочности 380 ± 6 МПа при относительном удлинении до разрушения $16 \pm 0.2\%$. Микротвердость НС-сплава 1565ч составила 237 ± 4 НВ. Для сравнения была оценена микротвердость в крупнозернистом со-

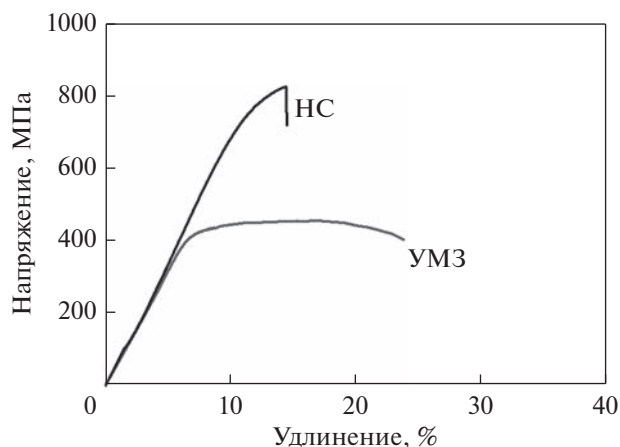


Рис. 5. Кривые растяжения при комнатной температуре образцов в УМЗ и НС-состояниях.

стоянии (КЗ) после прокатки, которая составила 110 ± 2 НВ.

Формирование УМЗ-состояния с помощью РКУП-Конформ при 200°C позволило достичь условного предела текучести 400 ± 5 МПа, предела прочности 450 ± 5 МПа при относительном удлинении до разрушения $18 \pm 0.5\%$ (рис. 5). Микротвердость УМЗ-сплава 1565ч составила 158 ± 4 НВ.

С целью исследования термической стабильности НС- и УМЗ-сплава 1565ч деформированные образцы подвергали отжигу в течение 1 ч в интервале температур $200\text{--}300^\circ\text{C}$, в котором согласно [26, 27] процессы рекристаллизации не протекают.

На рис. 6 представлена зависимость микротвердости от температуры отжига сплава 1565ч в НС- и УМЗ-состояниях.

Было обнаружено, что в сплаве в НС-состоянии снижается значение микротвердости в результате отжига при температуре 250°C . Заметное разупрочнение НС сплава наблюдается после отжига при 300°C . Снижение микротвердости обусловлено процессами возврата/уменьшения дефектности структуры и ростом зерен [1–8, 14].

Сплав в УМЗ состоянии с размером зерен 200 нм в процессе термического отжига в интервале температур $200\text{--}250^\circ\text{C}$ незначительно разупрочняется, заметное разупрочнение УМЗ-сплава фиксируется также после отжига при 300°C .

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

После установления интервала термической стабильности была проведена аттестация СП поведения сплава 1565ч в НС и УМЗ-состояниях. Для этого были проведены испытания с постоян-

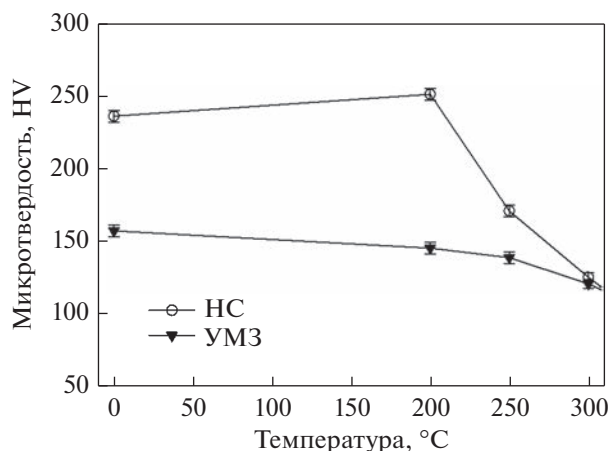


Рис. 6. Зависимость микротвердости от температуры отжига в течение 1 ч: НС, УМЗ и КЗ-состояниях.

ными скоростями $5 \times 10^{-5} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температурах 200, 250, 300°C.

На рис. 7 представлены графики зависимости напряжения течения от скорости деформации $5 \times 10^{-5} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при температурах 200, 250 и 300°C образцов сплава с НС (рис. 7а) и УМЗ (рис. 7б) структурой.

Графики зависимости напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах представляют собой типичную картину для сверхпластичных материалов (рис. 7). Как видно, напряжение течения закономерно уменьшается с увеличением температуры и снижением скорости деформации. При температуре 200°C зависимость напряжения течения от скорости деформации слабая в обоих состояниях. Коэффициент m не превышает 0.18, удлинения до разрушения в НС-состоянии 100–120%, в УМЗ – 130–160%.

Интервал значений оптимальной скорости СП деформации с максимальными значениями скоростной чувствительности соответствует температурам 250–300°C, на рис. 8 представлены кривые растяжения при этих температурах с разными постоянными скоростями деформации.

В НС-сплаве при температуре деформации 250°C максимальный коэффициент скоростной чувствительности (m) находится в пределах 0.32–0.35, максимальное удлинение достигает 300% при скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Повышение температуры СП-деформации до 300°C приводит к увеличению значения удлинения до 500% при той же скорости деформации. Повышение температуры также сопровождается заметным снижением напряжения течения (в 2 раза), а параметр m достигает 0.28.

В УМЗ-сплаве при температуре деформации 250°C максимальный коэффициент скоростной

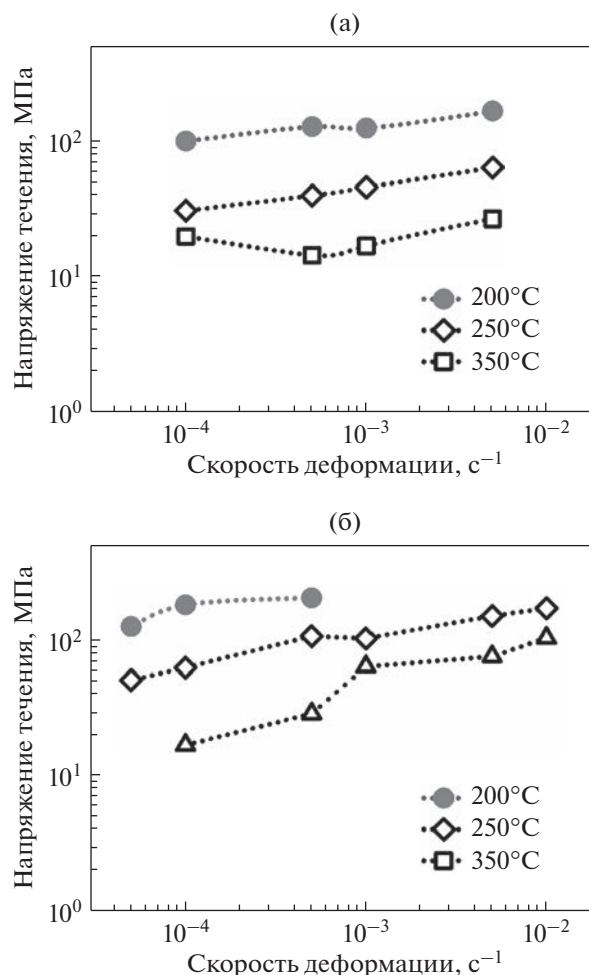


Рис. 7. Зависимости напряжения течения от скорости деформации сплава с НС (а) и УМЗ (б) структурой.

чувствительности находится в пределах 0.24, максимальная пластичность 150% при скорости деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. При этом, напряжения течения имеют очень высокие значения, максимальное около 170 МПа. Повышение температуры СП-деформации до 300°C повышает значения пластичности до 560% при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} , при этом снижается напряжение течения в 2.5 раза до 60 МПа, параметр $m = 0.73$. Подобное значение m (около 0.75) было получено при СП-деформации при 300°C сплава Al–7Mg в УМЗ-состоянии [16].

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПРИ КТ УМЗ СПЛАВА ПОСЛЕ СП ДЕФОРМАЦИИ

Для оценки сохранения стабильности высоких прочностных свойств УМЗ-сплава после СП-деформации была оценена микротвердость и проведены испытания на растяжение при комнатной температуре образцов предварительно подверг-

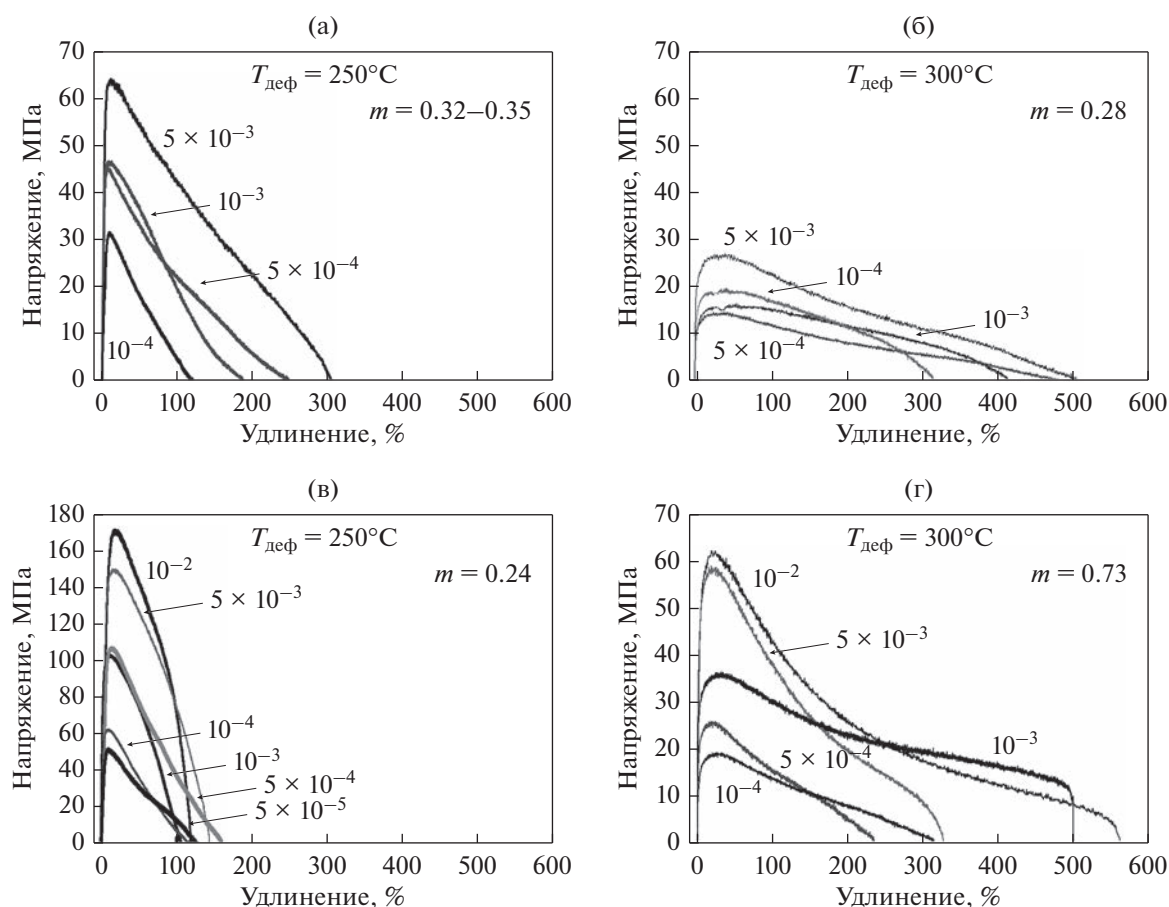


Рис. 8. Кривые растяжения образцов сплава в НС (а, б) и УМЗ (в, г) состоянии, коэффициент скоростной чувствительности при температурах 250 (а, в) и 300°C (б, г) указан на графиках.

нутых деформационно-термическому воздействию при температурах 250 и 300°C и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Именно реализация этих условий термомеханической обработки (ТМО) позволила достичь в исследованном материале большого удлинения до разрушения 100 и 500%, при параметре $m = 0.32–0.73$.

На рис. 9а представлены графики изменения микротвердости в зависимости от температуры СП-деформации, значения получены с рабочей части разрушенного образца. НС-сплав 1565ч сохраняет высокие значения микротвердости после деформации при температуре 250°C.

Кривые испытаний УМЗ-образцов до и после СП-деформации представлены на рис. 9б. Анализ кривых растяжения показал, что после СП-деформации при температуре 250°C высокопрочное состояние УМЗ-сплава 1565ч сохраняется на уровне $440 \pm 3 \text{ МПа}$ при сохранении пластичности $7.0 \pm 0.3\%$. Полученные результаты показывают отсутствие упрочнения в процессе СП-деформации в интервале температур 250–300°C УМЗ-сплав 1565ч.

Прецизионный анализ деформационного рельефа (рис. 10) позволил установить, что в местах, удаленных от магистральных пор, зерна, а также подвижные группы объединенных зерен, сохраняют равноосность, что свидетельствует о деформации в режиме СП по механизму зернограницного проскальзывания (ЗГП) [38]. Конечный размер зерна не превышает 1 мкм. С появлением пор нарушаются условия СП-течения, на участках между магистральными порами появляется вытянутость зерен, что свидетельствует о переходе к механизму внутризеренного скольжения. Особенно это заметно в местах, где в промежутке между магистральными порами укладывается менее десяти зерен. В ряде случаев между порами развивается локализованная деформация по механизму ЗГП, приводящая к расширению пор. В других местах УМЗ-структура обеспечивает поддержание режима СП даже между магистральными порами. Но в этом случае развивается локализованная деформация. Фрактографические исследования показали ямочный излом, характерный

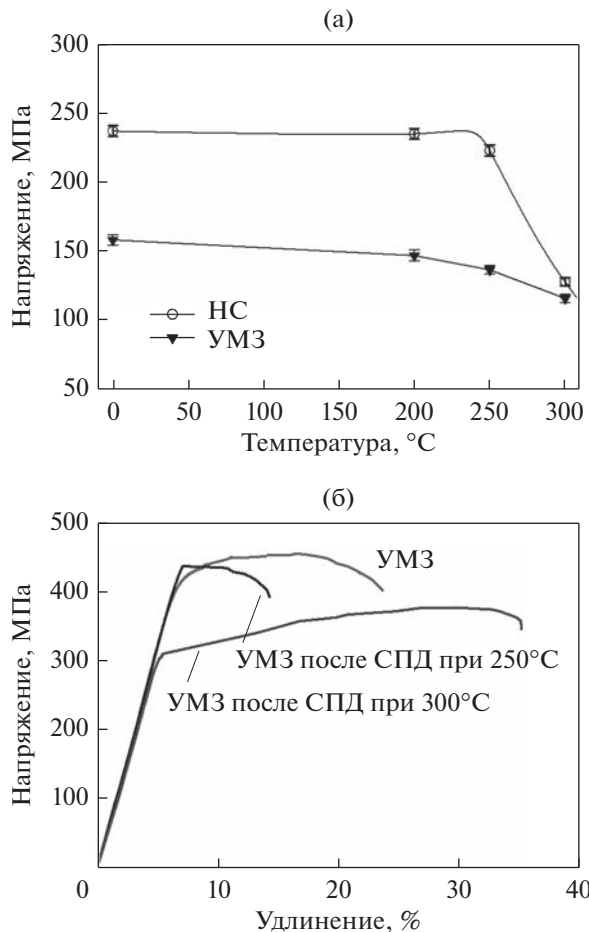


Рис. 9. а – Изменение микротвердости от температуры СП деформации (СПД), б – кривые растяжения при КТ УМЗ-сплава 1565ч после СП-деформации.

для СП-материалов, разрушения частиц не обнаружено (рис. 11).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Формирование НС- и УМЗ-структуры с преимущественно высокоугловыми границами с наноразмерными выделениями легирующих элементов как в теле, так по границам алюминиевых зерен, позволило достичь в сплаве 1565ч высоких значений прочности 450–800 МПа.

Из полученных результатов следует, что НС- и УМЗ-сплав 1565ч проявляет признаки СП-поведения в интервале температур 250–300°C в интервале скоростей 5×10^{-4} до $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$: высокие значения коэффициента скоростной чувствительности, отсутствие упрочнения в процессе деформации, большие значения удлинения 170–560% при низких напряжениях течения. Сопоставление двух разных состояний сплава, которые были сформированы при комнатной температуре НС (95 нм) и

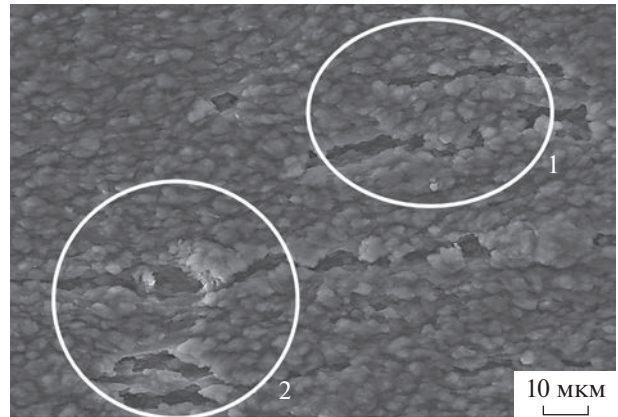


Рис. 10. Поры на деформационном рельефе УМЗ-образца после СП-деформации при 300°C, скорости деформации 10^{-3} с^{-1} ; область (1) – локализованная деформация по механизму ЗГП, область (2) – переход к внутризеренному скольжению.

при 200°C УМЗ (200 нм), показало их схожее СП-поведение при относительно низких температурах. Например, в работе [39] сплав 1565ч со средним размером зерен 4–10 мкм после всесторон-

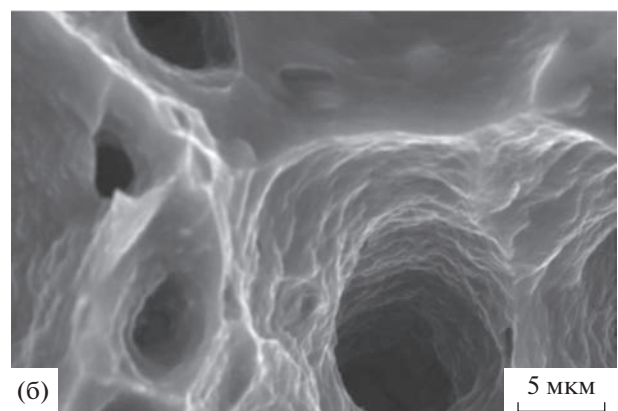
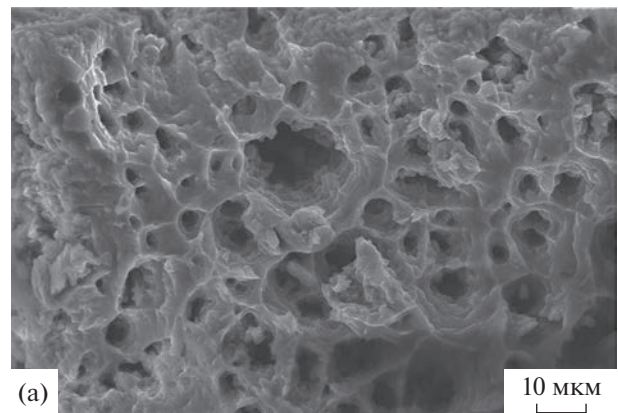


Рис. 11. Излом НС-образца после СП-деформации: а – при 200, б – 300°C.

нейковки при температуре 350°C и холодной прокатки проявил СП-поведение лишь при температурах выше 500°C. Наибольшее относительное удлинение в 530% было получено при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре 540°C при напряжении течения не более 7 МПа ($m = 0.66$), при 520°C и постоянной скорости деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ удлинение достигло 400%.

Одной из главных причин высоких значений удлинения и снижения температур СП является высокая однородность и стабильность исходной НС- и УМЗ-структуры, по сравнению с характеристиками структуры, приведенными в работах, где сплав 1565ч в мелкозернистом состоянии проявил высокотемпературную СП [40, 41]. Согласно [38, 42] мелкое зерно облегчает ЗГП и его аккомодацию другими механизмами, поэтому сверхпластическое поведение наблюдается при более высоких скоростях деформации и более низких температурах. Дополнительное влияние может оказывать сегрегация растворенного магния вдоль границ нано/ультрамелких зерен в исходной структуре, что повышает сопротивление росту зерен за счет уменьшения энергии границ и ограничения их подвижности в силу закрепления примесными атомами. Кроме того, выделения Al_3Mg_2 нано- и субмикронного размера могут ограничивать миграцию границ зерен, и, следовательно, играть важную роль в подавлении/сдерживании динамического роста зерен и обеспечении стабильного течения при СП-деформации. Относительные удлинения до разрушения НС/УМЗ-сплава имеют отчетливо выраженный максимум 500–560% при температуре 300°C, что можно объяснить оптимизацией комплекса условий, необходимых для реализации СП [7, 43].

Полученные результаты представляют большой интерес для практического использования эффекта СП при высоких скоростях в технологиях формообразования в условиях массового производства.

ВЫВОДЫ

1. Были сформированы НС- и УМЗ-состояния со средним размером зерна 95 и 200 нм, соответственно, и с регламентированным распределением частиц как в теле зерен, так и по Al/Al границам, за счет ТМО, включающей отжиг при температуре 480°C, интенсивную пластическую деформацию методами КВД при КТ и РКУП-Конформ при 200°C.

2. Формирование УМЗ- и НС-состояний в сплаве 1565ч позволило достичь высоких значений предела прочности в диапазоне 450–800 МПа.

3. В НС- и УМЗ-состояниях сплав 1565ч демонстрирует сверхпластическое поведение в интервале температур 250–300°C и диапазоне скоростей деформации 5×10^{-4} до $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

4. Прецизионное исследование особенностей деформационного рельефа показало, что при пониженных температурах СП-деформация реализуется за счет ЗГП и внутризеренного дислокационного скольжения и сопровождается порообразованием.

5. На основании анализа полученных результатов определены оптимальные параметры микроструктуры (режимы ТМО), обеспечивающие проявление низкотемпературной СП в сплаве 1565ч и сохранение им высокого уровня свойств после ее реализации.

Все исследования выполнены на оборудовании центра коллективного пользования “НАНОТЕХ” УУНиТ.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, грант № 22-29-00866, <https://rscf.ru/project/22-29-00866/>.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk nanostructured materials: fundamentals and applications. Hoboken: Wiley/TMS, 2014. 440 p.
2. Liddicoat P.V., Liao X.-Z., Zhao Y., Zhu Y., Murashkin M.Y., Lavernia E.J., Valiev R.Z., Ringer S.P. Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys // Nature Communications. 2010. V. 1. № 6. P. 1–7.
3. Valiev R.Z., Enikeev N.A., Murashkin M.Yu., Kazykhanov V.U., Sauvage X. On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation // Scripta Materialia. 2010. V. 63. P. 949–952.
4. Sauvage X., Ganeev A., Ivanisenko Y., Enikeev N., Murashkin M., Valiev R. Grain boundary segregation in UFG alloys processed by severe plastic deformation // Advanced Engineering Materials. 2012. V. 14. № 11. P. 968–974.
5. Sauvage X., Enikeev N., Valiev R., Nasedkina Y., Murashkin M. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy // Acta Materialia. 2014. V. 72. P. 125–136.
6. Zhang Y., Jin S., Trimby P.W., Liao X., Murashkin M.Y., Valiev R.Z., Liu J., Cairney J.M., Ringer S.P., Sha G. Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al–Zn–Mg–Cu alloy (AA7075) processed by high-pressure torsion // Acta Materialia. 2019. V. 162. P. 19–32.
7. Жильев А.П., Пшеничнюк А.И. Сверхпластичность и границы зерен в ультрамелкозернистых материалах. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008. 320 с.
8. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технологии / Ред. кол.: Мулю-

- ков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А., Имаев М.Ф., Имаев В.М. М.: Наука, 2014. 284 с.
9. Dobatkin S.V., Bastarache E.N., Sakai G., Fujita T., Horita Z., Langdon T.G. Grain refinement and superplastic flow in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion // *Mater. Sci. Eng. A*. 2005. V. 408. P. 141–146.
 10. Chinh N.Q., Murashkin M.Yu., Bobruk E.V., Lábár J.L., Gubicza J., Kovács Z., Ahmed A.Q., Maier-Kiener V., Valiev R.Z. Ultralow-temperature superplasticity and its novel mechanism in ultrafine-grained Al alloys // *Mater. Research Letters*. 2021. V. 9. № 11. P. 475–482.
 11. Kumar P., Kawasaki M., Langdon T.G. Review: Overcoming the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained materials at low temperatures // *J. Mater. Sci.* 2016. V. 51. P. 7–18.
 12. Song Z., Niu R., Cui X., Bobruk E.V., Murashkin M.Yu., Enikeev N.A., Ji Gu f, Song M., Bhatia V., Ringer S.P., Valiev R.Z., Liao X. Mechanism of room-temperature superplasticity in ultrafine-grained Al–Zn alloys // *Acta Mater.* 2023. V. 246. P. 118671.
 13. Bobruk E.V., Murashkin M.Yu., Kazykhanov V.U., Valiev R.Z. Superplastic behaviour at lower temperatures of high-strength ultrafine-grained Al alloy 7475 // *Advan. Eng. Mater.* 2019. V. 21. № 1. P. 1800094.
 14. Bobruk E.V., Murashkin M.Y., Ramazanov I.A., Kazykhanov V.U., Valiev R.Z. Low-Temperature Superplasticity and High Strength in the Al 2024 Alloy with Ultrafine Grains // *Materials*. 2023. V. 16. P. 727.
 15. Перевезенцев В.Н. Высокоскоростная сверхпластичность алюминиевых сплавов с субмикро и нанокристаллической структурой // *Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского*. 2010. № 5 (2). С. 58–69.
 16. Zha M., Zhang H., Jia H., Gao Y., Jin Sh., Sha G., Bjørge R., Mathiesen R.H., Roven H.J., Wang H., Li Y. Prominent role of multi-scale microstructural heterogeneities on superplastic deformation of a high solid solution Al–7Mg alloy // *International J. Plasticity*. 2021. V. 146. P. 103108.
 17. Mabuchi M., Koike J., Iwasaki H., Higahi K., Langdon T. Processing and development of superplastic metal matrix composites // *Mater. Sci. Forum*. 1994. V. 170–172. P. 504–512.
 18. Васильев В.В., Протасов В.Д. Композиционные материалы. Справочник. М.: Машиностроение, 1990. 512 с.
 19. Орыщенко А.С., Осокин Е.П., Барахтина Н.Н., Дриц А.М. Алюминиево-магниевого сплав 1565ч для криогенного применения // *Цветные металлы*. 2012. № 11. С. 84–90.
 20. Murray J., Peruzzi A., Abriata J.P. The Al–Zr (aluminum–zirconium) system // *J. Phase Equilibria*. 1992. V. 13. № 3. P. 277–291.
 21. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. М.: Металлургия, 1979. 640 с.
 22. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: Академкнига, 2007. 397 с.
 23. Утяшев Ф.З., Рааб Г.И., Валитов В.А. Деформационное наноструктурирование металлов и сплавов. Санкт-Петербург: Научное издание, 2020. 185 с.
 24. Lutterotti L., Matthies S., Wenk H.-R., Schultz A., Richardson J. Combined Texture and Structure Analysis of Deformed Limestone from Time-of-Flight Neutron Diffraction Spectra // *J. Appl. Phys.* 1997. V. 81. P. 594–600.
 25. Smallman R., Williamson G. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye–Scherrer spectrum // *Philos. Mag. A*. 1956. V. 1. P. 34–46.
 26. Тенгерева М.С., Арышенский Е.В., Гук С.В., Баженов В.Е., Дриц А.М., Кавалла Р. Исследование влияния режимов отжига на эволюцию зеренной структуры и интерметаллидных фаз в холоднокатаной ленте из алюминиево-магниевого сплава // *ФММ*. 2020. Т. 121. № 9. С. 995–1002.
 27. Kishchik M.S., Mikhailovskaya A.V., Portnoy V.K., Kotov A.D., Drita A.M. Effect of modes of heterogenizing annealing before cold rolling on the structure and properties of sheets from alloy 1565CH // *Metal Sci. Heat Treatment*. 2019. Т. 61. № 3–4. С. 228–233.
 28. Кищик М.С., Котов А.Д., Демин Д.О., Кищик А.А., Аксенов С.А., Михайловская А.В. Влияние режимов всесторонней изотермической ковки на деформационное поведение и микроструктуру сплава на основе системы Al–Mg // *ФММ*. 2020. Т. 121. № 6. С. 659–666.
 29. Mikhailovskaya A.V., Kishchik M.S., Kotov A.D., Tabachkova N.Yu. Grain refinement during isothermal multidirectional forging due to β -phase heterogenization in Al–Mg-based alloys // *Mater. Letters*. 2022. V. 321. P. 132412.
 30. Goswami R., Spanos G., Pao P.S., Holtz R.L. Precipitation behavior of the β -phase in Al–5083 // *Mater. Sci. Eng. A*. 2010. V. 527. P. 1089–1095.
 31. Markushev M.V., Murashkin M.Yu. Strength and Crack Resistance of Commercial Aluminum Alloys 1560 and 5083 of the Al–Mg–Mn System after Severe Plastic Deformation via Angular Pressing // *Phys. Met. Metal.* 2004. V. 98. № 2. P. 221–231.
 32. Markushev M.V., Murashkin M.Yu. Structure and Mechanical Properties of Commercial Al–Mg 1560 Alloy after Equal-Channel Angular Extrusion and Annealing // *Mater. Sci. Eng. A*. 2004. V. 367. P. 234–242.
 33. Murashkin M.Yu., Kil'mametov A.R., and Valiev R.Z. Structure and Mechanical Properties of an Aluminum Alloy 1570 Subjected to Severe Plastic Deformation by High-Pressure Torsion // *The Phys. Met. Metal.* 2008. V. 106. № 1. P. 90–96.
 34. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy. Ed. By J.E. Hatch. AMS, Metals Park, Ohio, 1984.
 35. Valiev R.Z., Enikeev N.A., Murashkin M.Yu., Alexandrov S.E., Goldshtein R.V. Super-strength of ultrafine-grained aluminum alloys produced by severe plastic deformation // *Doklady Phys.* 2010. V. 55. P. 267–270.
 36. Bobylev S.V., Enikeev N.A., Sheinerman A.G., Valiev R.Z. Strength enhancement induced by grain boundary sol-

- ute segregations in ultrafine-grained alloys // *Int. J. Plast.* 2019. V. 123. P. 133–144.
37. *Goswami R., Spanos G., Pao P.S., Holtz R.L.* Precipitation behavior of the β -phase in Al-5083 // *Mater. Sci. Eng. A*. 2010. V. 527. P. 1089–1095.
38. *Valiev R.Z., Salimonenko D.A., Tsenev N.K., Berbon P.B., Langdon T.G.* Observations of high strain rate superplasticity in commercial aluminum alloys with ultrafine grain sizes. *Scr. // Mater.* 1997. V. 37. P. 1945–1950.
39. *Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Kishchik M.S., Prosviryakov A.S., Portnoy V.K.* The effect of isothermal multi-directional forging on the grain structure, superplasticity, and mechanical properties of the conventional Al–Mg-based alloy // *Metals*. 2019. V. 9(1). P. 33.
40. *Rushchits S., Aryshenskii E., Kawalla R., Serebryany V.* Investigation of texture structure and mechanical properties evolution during hot deformation of 1565ч aluminum alloy // *Mater. Sci. Forum*. 2016. V. 854. P. 73–78.
41. *Rushchits S.V., Aryshensky E.V., Sosedkov S.M., Akhmed'yanov A.M.* Modeling the hot deformation behavior of 1565ch aluminum alloy // *Key Eng. Mater.* 2016. V. 684. P. 35–41.
42. *Wang X., Li Q., Wu R., Zhang X., Ma L.* A review on superplastic formation behavior of Al alloys // *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2018. V. 2018. P. 7606140.
43. *Pshenichnyuk A.I., Kaibyshev O.A., Astanin V.V.* Condition for superplastic deformation // *Philosoph. Mag. A*. 1999. V. 79. № 2. P. 329–338.