

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^а, С. А. Аксенов^б, М. С. Кищик^а, Д. О. Демин^б,
А. Ю. Чурюмов^а, А. В. Михайловская^{а, *}

^аНациональный исследовательский технологический университет “МИСиС”,
Ленинский просп., 4, Москва, 119049 Россия

^бНациональный исследовательский университет “Высшая школа экономики”, МИЭМ,
ул. Таллинская, 34, Москва, 123458 Россия

*e-mail: mihaylovskaya@misis.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 ± 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 β -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 Al₃FeNi 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 Al₃(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 × 40 × 20 мм³ получали литьем в медную водоохлаждаемую изложницу со скоростью охлаждения при литье ~15°C/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 ±1°C. Гомогенизационный отжиг слитка проводили в две ступени (1) 5 ч при 400°C и (2) 3 ч при 470°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 × 9 × 9 мм³. ВИК обеспечивала за одну операцию истинную деформацию (ϵ) 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° относительно исходного положения, конечная геометрия образца не менялась. Было проведено до 6 полных циклов всестороннейковки при температуре 350°C с накопленной деформацией до $\Sigma\epsilon = 14.4$. Перед каждым проходом оснастку вместе с образцом подогрели 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 подвергли образец размерами 56 × 28 × 28 мм³.

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 × 9 × 9 мм³ со скоростью 5 мм/мин скорость деформации меняется от 0.0052 до 0.011 с⁻¹. Исходя из этого, были выбраны скорости деформации в испытаниях на Gleeble: 0.005, 0.0075 и 0.01 с⁻¹.

Микроструктуру изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan-VEGA3 LMN с приставкой для энергодисперсионного 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 хлорноспиртовом 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 H₃BO₄. 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 AP1 на установке Struers TenuPol-5 при напряжении 22 В и температуре 0 ± 2°C. Объекты для анализа микроструктуры после ВИК вырезали из центрального сечения

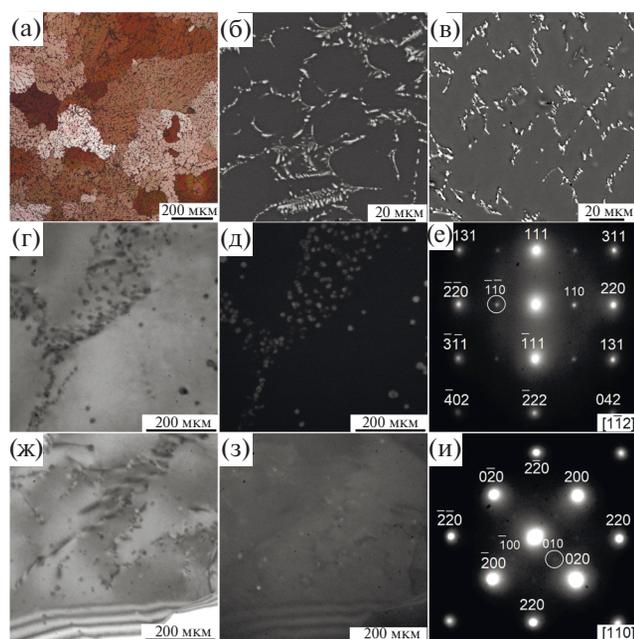


Рис. 1. Структура сплава после литья (а, б), гомогенизационного отжига (в–е) и ВИК с $\Sigma e = 14.4$ (ж–и); а – СМ, б, в СЭМ, г–и – ПЭМ: светлое поле (г, ж), темное поле в рефлексе $L1_2$ -фазы $Al_3(Sc,Zr)$ (д, з), электрограмма (е, и).

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 КФ = 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

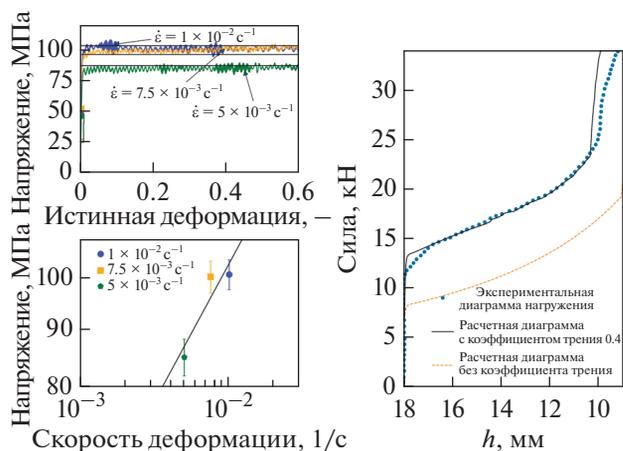


Рис. 2. Результаты испытаний на одноосное сжатие образцов при постоянных скоростях деформации и их аппроксимация уравнением Бэкофена, представленные как зависимости напряжения от деформации (а) и скорости деформации (б); сравнение экспериментальной диаграммы нагружения при ВИК с результатами конечно-элементного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

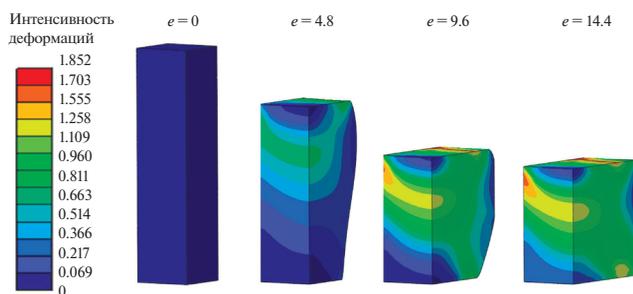


Рис. 3. Распределение накопленных деформаций, формирующиеся в одном проходе ВИК (1/4 образца).

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:

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

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

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 c^{-1}); v – скорость движения штампа. Перемещение штампа (δ') 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 ~ 100 МПа при первой осадке до ~ 30 – 50 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 Al_9FeNi составил 1.3 ± 0.1 мкм при $\text{КФ} = 0.7$ (рис. 5а). С увеличением числа циклов до 4–5 размер частиц уменьшился до 1.1 ± 0.1 мкм

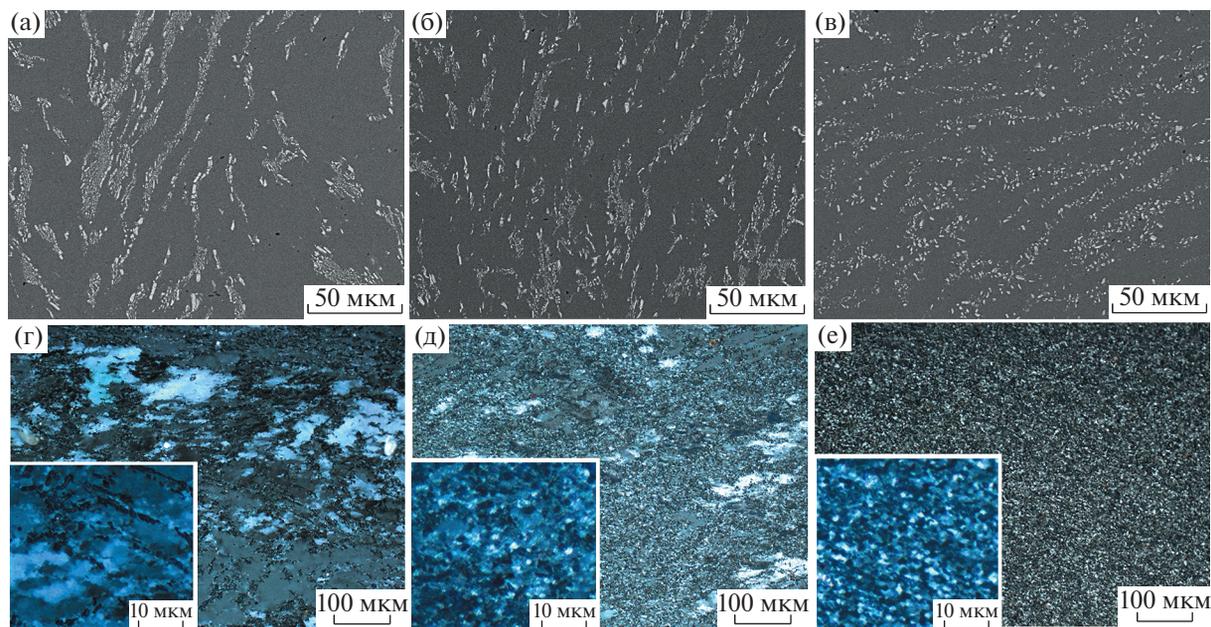


Рис. 5. Микроструктура сплава после всесторонней ковки при температуре 350°C: 2 цикла (а, г), 4 цикла (б, д), 5 циклов (в, е): (а–в) СЭМ, (г–е) СМ.

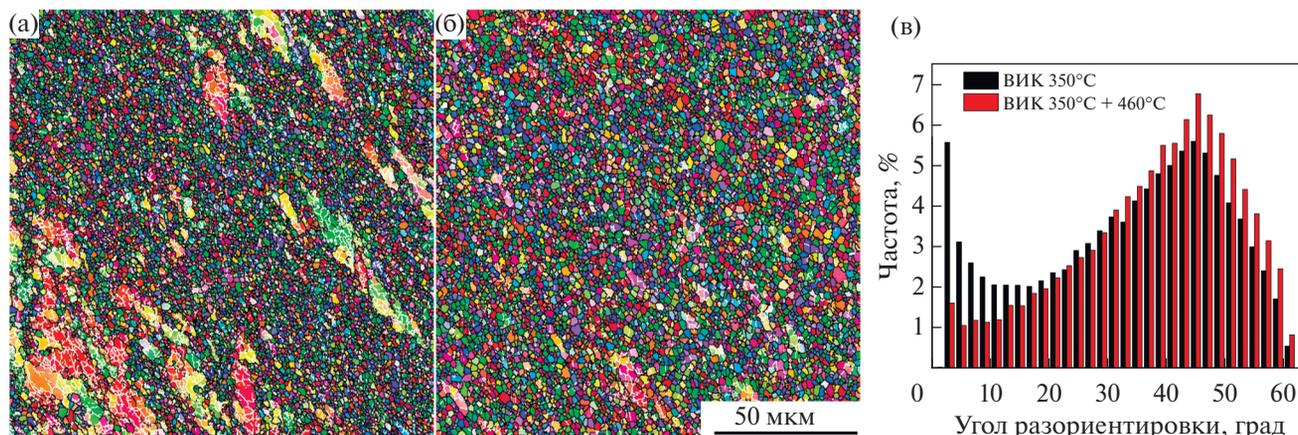


Рис. 6. EBSD-карта (IPF) распределения границ зерен/субзерен после 5 циклов всесторонней изотермической ковки при температуре 350°C (а) и после ковки при температуре 350°C и отжига 460°C (б); гистограмма распределения границ зерен по углам разориентировки (в).

(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 ± 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 ± 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 ± 0.2 мкм (субзерен 1.1 ± 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	σ_B , МПа	δ , %
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 ± 0.2 мкм, субзерен до 1.5 ± 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 сплаву 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

$\Sigma e = 14.4$ 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”, оснащенный 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., Автократова 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., Myshlyayev 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 Ti₅Al₃Mo_{1.5}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 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 TiB₂–TiAl₃/2024Al 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., Zherebitsov S.V., Panin P.V., Volokitina E.I., Nochovnaya N.A., Salishchev G.A.* Effect of interlamellar spacing on strength-ductility combination of β-solidi-

- fied γ -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 AA100 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 multidirectional 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 β -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., Biroasca 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.