УДК 669.715:621.77.016.2:620.18

ВЛИЯНИЕ ВСЕСТОРОННЕЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ КОВКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ 1570С

© 2022 г. О. Ш. Ситдиков^{1, *}, Е. В. Автократова¹, Б. И. Атанов¹, М. В. Маркушев¹

¹Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, ул. Степана Халтурина, 39, Уфа, 450001 Россия *e-mail: sitdikov.oleg@imsp.ru Поступила в редакцию 28.09.2021 г. После доработки 02.02.2022 г. Принята к публикации 15.02.2022 г.

Исследованы структурные изменения в сплаве 1570С (Al-5.0Mg-0.18Mn-0.2Sc-0.08Zr) при всесторонней изотермической ковке (ВИК), проводимой до суммарной степени деформации e = 8.4при 325°C и 10⁻⁴ с⁻¹. Гомогенизированный сплав имел равноосную зеренную структуру со средним размером зерен 25 мкм и равномерным распределением когерентных выделений Al₃(Sc,Zr) диаметром 5–10 нм. На ранних стадиях ($e \le 2$) ВИК обеспечивала формирование деформационных полос, которые из-за периодического изменения оси приложения нагрузки развивались в различных направлениях и фрагментировали исходные зерна. При повышении степени деформации постепенное увеличение количества полос и углов их разориентировки приводило к уменьшению размера фрагментов и трансформации фрагментированной структуры в ультрамелкозернистую структуру с размером зерен до 2 мкм, доля которой при e = 8.4 достигала 75%. Установлено, что механизм образования новых зерен был подобен in situ или "непрерывной" динамической рекристаллизации, важную роль в развитии которой в области высоких температур деформации играли дисперсоиды Al₃(Sc,Zr), обеспечивающие высокую термическую стабильность формирующейся структуры. Вместе с тем, было обнаружено, что высокотемпературная ВИК приводила к уменьшению размеров новых мелких зерен и упрочнению сплава лишь при $e \le 2-4$. При больших степенях деформации наблюдали некоторое укрупнение новых зерен и снижение твердости, вызванные уменьшением дисперсности частиц – потерей когерентности и ростом части дисперсоидов, располагавшихся вблизи высокоугловых границ, удельная доля которых увеличивалась в процессе ВИК.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, микроструктура **DOI:** 10.31857/S0002337X22050104

введение

Сложнолегированные сплавы типа 1570С (системы Al-Mg-Sc-Zr), содержащие наноразмерные когерентные выделения (т. н. дисперсоиды) Al₃(Sc,Zr), являются перспективными конструкционными материалами для аэрокосмической и автомобильной техники [1–3]. Прежде всего, это связано с тем, что они обладают исключительно высокой для термонеупрочняемых алюминиевых сплавов удельной прочностью, а также хорошей коррозионной стойкостью и свариваемостью, что делает, безусловно, выгодным их использование в изделиях, где решающим фактором при выборе материалов является вес конструкций. Вместе с тем, потенциал этих сплавов на сегодняшний день реализован не полностью, главным образом, из-за их низкой технологической пластичности в крупнозернистом состоянии [1, 2, 4–6]. Решение указанной проблемы возможно путем регламентированного структуроформирования сплавов за счет измельчения зерен [5-8]. Однако, как показывают проводимые исследования, попытки достичь мелкозернистого состояния (размер зерен менее 10 мкм) традиционными методами термомеханической обработки не дают для сплавов системы Al-Mg-Sc(-Zr) желаемого результата [9, 10], а методы т. н. интенсивной пластической деформации (ИПД), такие как всесторонняя изотермичекая ковка (ВИК), равноканальное угловое прессование и т.п., используемые для формирования в массивных заготовках ультрамелкозернистой структуры (с размером зерен порядка 1 мкм и менее), затруднительно применять для этих сплавов при температурах ниже 0.5 Т_{пл} из-за их высокого предела текучести и низкой трещиностойкости [11, 12].

В этой связи значительный интерес вызывают работы, посвященные исследованию интенсив-

ного деформационного воздействия на структуру и свойства указанных сплавов при повышенных температурах. Однако детальный анализ структурирования материалов с высокими значениями энергии дефекта упаковки при высокотемпературной ИПД был проведен лишь в небольшом количестве работ (например, в [11–21]). По этой причине структурные и фазовые факторы, контролирующие процесс измельчения зерен в таких материалах, до сих пор остаются неясными. Так, для сложнолегированных алюминиевых сплавов имеются значительные пробелы как в понимании природы процессов, ответственных за деформационно-индуцированное формирование мелкозернистой структуры, так и в определении оптимальных температурно-скоростных условий их реализации. Также слабо изучены факторы, влияющие на изменение фазового состава этих сплавов в области высоких температур и степеней деформации. Это не позволяет развить методы регламентирования их структурно-фазового состояния, базируюшиеся на ИПД при высоких температурах.

Цель данной работы — исследование эволюции структуры в процессе высокотемпературной ВИК сплава 1570С при 325°С (около $0.6T_{пл}$) и скорости деформации 10^{-4} с⁻¹.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Слиток промышленного алюминиевого сплава 1570C (Al-5Mg-0.18Mn-0.2Sc-0.08Zr-0.002Be (мас. %)) гомогенизировали при 360°С в течение 6 ч. Образцы размерами $18(a) \times 17(b) \times 10(c)$ мм, вырезанные из слитка, осаживали на испытательной машине Schenck Trebel RMC с последовательным изменением оси приложения нагрузки (по схеме "abc") до суммарной истинной (логарифмической) деформации $e \approx 8.4$ при температуре 325°С и постоянной скорости деформирования с начальной скоростью деформации в каждом проходе 10⁻⁴ с⁻¹. Степень деформации за проход составляла 0.7. Для фиксации структурных изменений, вызванных деформацией, образцы после каждой осадки охлаждали в воде (более подробно процедура ВИК описана в [11, 12, 21]).

Формирующуюся структуру исследовали в сечении, параллельном последней оси осадки в центральной части деформированных образцов (в пределах 2/3 половины ширины образца от центра). Микроструктурный анализ осуществляли на оптическом микроскопе Nikon L-150 и сканирующем электронном микроскопе TESCAN MIRA 3 LMH с системой анализа дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) HKL Channel 5 [22]. Объемную долю новых зерен определяли по результатам оптической микроскопии методом нанесения сетки. На картах восстановленных структур, полученных из EBSD-анализа, малоугловые границы (с углом разориентировки Θ от 2° до 5°) обозначали белым, среднеугловые (от 5° до 15°) – темно-серым, а высокоугловые (более 15°) – черным цветом. Угловые и линейные параметры структуры определяли по результатам EBSD-анализа с использованием соответствующих стандартных методик, описанных в [22]. Под зернами понимали кристаллиты, со всех сторон окруженные высокоугловыми границами, в иных случаях их относили к субзернам. Границы с углом разориентировки менее 2° в расчет не принимали. Размер (суб)зерен рассчитывали как "эквивалентный диаметр" (усредненный диаметр кругов, равновеликих измеряемым площадям кристаллитов) [23].

Тонкую структуру сплава изучали при помощи просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL 2000EX. Размер частиц алюминидов Al₃(Sc,Zr) определяли по темнопольным ПЭМ-изображениям не менее 300 частиц [24]. Плотность пространственного распределения частиц в алюминиевой матрице (далее — плотность частиц) рассчитывали как отношение количества частиц к площади ПЭМ-изображения и толщине фольги.

Микротвердость измеряли по методу Виккерса при комнатной температуре при нагрузке 0.5 H с выдержкой 10 с с использованием полуавтоматического прибора Metrotest ИТВ-1-М. Для обеспечения статистически достоверных результатов проводили не менее 10 измерений на точку.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Структура сплава после гомогенизации состояла из равноосных зерен со средним размером около 25 мкм (рис. 1а, 1б) и характеризовалась преимущественно высокоугловой разориентировкой межкристаллитных границ (рис. 1в). Внутри зерен были сравнительно равномерно распределены когерентные матрице выделения $Al_3(Sc,Zr)$ диаметром 5–10 нм и плотностью около 10^4 мкм⁻³ (рис. 1г–1е).

На первых двух проходах ВИК (e = 0.7-1.4) имело место вытягивание зерен в направлении, перпендикулярном оси приложения нагрузки. При этом вблизи исходных высокоугловых границ отмечали формирование новых мелких зерен (рис. 2a), удельная доля которых от общего объема материала при e = 1.4 составила около 15% (рис. 3). При дальнейшей деформации до e = 2.1наблюдалось частичное восстановление равноосной формы исходных зерен и увеличение удельной доли мелких зерен до 35–40% (рис. 26 и 3). В результате на ранних стадиях деформации формировалась структура типа "ожерелья", состоящая из крупных фрагментов исходных зерен. При

2022



Рис. 1. Структура сплава 1570С в исходном гомогенизированном состоянии: а – оптическая металлография; б – сканирующая электронная микроскопия; в – спектр разориентировок межкристаллитных границ (EBSD- анализ); г–е – ПЭМ: д – дифракционная картина области, приведенной на рис. 1г (ось зоны (211)); е – темнопольное изображение, полученное в рефлексе, отмеченном квадратом на рис. 1д (здесь и далее: Θ_{cp} – средний угол разориентировки межкристаллитных границ, f_{BYT} – доля высокоугловых границ).

дальнейшей деформации новые зерна постепенно распространялись в тело исходных зерен, и при e = 4.2 и 8.4 их удельная доля увеличилась приблизительно до 45 и 75% соответственно, что привело к формированию более однородной мелкозернистой структуры (рис. 2в, 2г и 3).

Более детальное исследование структурных изменений методом EBSD-анализа (рис. 4) показало, что на начальных стадиях ВИК в сплаве формировалась развитая (суб)зеренная структура, обусловленная неоднородностью деформации на мезоскопическом уровне. Отличительной особенностью данной структуры при e = 0.7 и 1.4 являлось наличие значительных деформационных/ориентационных градиентов и среднеугловых границ, которые образовывали полосы, пересекающие исходные крупные зерна (рис. 4а, 4б). Такие границы развивались преимущественно в областях мантии исходных зерен, где имело место формирование отдельных мелких кристаллитов, окруженных высоко- и среднеугловыми границами.

цельных мелких кристаллитов, окруженных и могли быть близки по соко- и среднеугловыми границами. сам микросдвига [18, 20, неорганические материалы том 58 № 5 2022

ровки от точки к точке ($\Delta \Theta$) и накопленной ориентировки по отношению к начальной точке $(\Sigma \Delta \Theta)$ вдоль линий T_1, T_2, T_3 и T_4 , представленных на рис. 46-4д соответственно, показаны на рис. 5. На ранних стадиях деформации (e = 1.4) углы разориентировки межкристаллитных границ в регионах мантии преимушественно составляли менее 4°-5°, что соответствовало границам субзерен (рис. 5а). Также важно отметить, что в этой структуре присутствовали и границы с углами разориентировки $8^{\circ}-10^{\circ}$, накопленная разориентировка при пересечении которых изменялась скачкообразно. Это означает, что неоднородная деформация, развивающаяся в сплаве, приводила к локальным разворотам решетки, и, как следствие, формированию относительно сильно разориентированных дислокационных границ, пересекающих области, содержащие субзеренную структуру. Такие границы соответствовали границам деформационных полос на рис. 4 и могли быть близки по характеристикам к полосам микросдвига [18, 20, 25], которые наблюдали

Изменения кристаллографической ориенти-



Рис. 2. Микроструктура сплава 1570С после ВИК (оптическая металлография): e = 1.4 (a), 2.1 (б), 4.2 (в), 8.4 (г) (последняя ось сжатия вертикальна).

в некоторых сложнолегированных алюминиевых сплавах даже при повышенных температурах деформации [18, 20].

При повышении степени деформации до 2.1 в структуре сплава происходило дальнейшее увеличение количества деформационных полос/полос микросдвига (рис. 4в). Этот результат был в полном согласии с заключениями, сделанными в [26], о том, что повышение степени деформации усиливает нестабильность пластического течения сплавов Al-Mg-Sc-Zr, даже при высоких температурах. что способствует локализации деформации. При этом из-за периодического изменения направления оси приложения нагрузки при ВИК деформационные полосы развивались в различных направлениях и, соответственно, пересекаясь, фрагментировали исходные зерна [27]. Как видно на рис. 56, разориентировка границ полос вдоль линии T₂ в среднем составляла при данной степени деформации от 5° до 10° с наибольшим значением $\Delta \Theta \approx 12^{\circ}$, зафиксированным вблизи исходной высокоугловой границы. Наличие данного пика можно объяснить тем, что вблизи исходной границы градиенты деформации были выше, чем в теле зерна. В результате деформационным полосам было легче сформироваться в первую очередь в регионах мантии исходных зерен.

При дальнейшей деформации ($e \ge 4.2$) среднеугловые границы, ранее внесенные в сплав, увеличивали свою разориентировку и постепенно трансформировались в высокоугловые границы с образованием на месте фрагментов отдельных разориентрованных доменов, окруженных средне- и высокоугловыми границами (рис. 4г, 5в), количество которых увеличивалось с увеличением степени деформации. В результате после деформации 8.4 (рис. 4д, 5г) структура сплава преимущественно состояла из мелких зерен с долей высокоугловых границ, превышающей 75%, и со средним углом разориентировки межкристаллитных границ около 32°.

Таким образом, основной механизм измельчения зерен сплава был непосредственно связан с формированием деформационных полос/полос микросдвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментировали исходные



Рис. 3. Зависимость объемной доли мелких зерен, формирующихся в сплаве 1570С при ВИК, от степени деформации.

зерна. Непрерывное увеличение количества полос и разориентировки их границ с ростом степени деформации приводило к трансформации последних в высокоугловые границы и формированию мелкозернистой структуры.

Данные ПЭМ (рис. 6 и 7) обеспечили независимое подтверждение сделанного выше заключения, что развитие деформационных полос играло важную роль в измельчении зерен. На ранних стадиях деформации в сплаве выявлялись взаимно пересекающиеся деформационные полосы, содержащие крупные кристаллиты преимущественно прямоугольной формы (рис. 6а, 6б). Также следует отметить высокую плотность решеточных дислокаций в структуре материала, что не является типичным для большинства алюминиевых сплавов, подвергнутых высокотемпературурной деформации [26, 28, 29]. С увеличением степени деформации кристаллиты приобретали форму, близкую к равноосной, с углами в тройных стыках, стремяшимися к 120° (рис. 6в–6л). Это свилетельствовало о том, что структура сплава становилась более равновесной. При этом дифракционные максимумы на электронограммах образовывали кольца, характерные для поликристаллических (ультра)мелкозернистых материалов [24].

Необходимо отметить, что данный результат, полученный для сложнолегированного сплава 1570С, может быть нетипичным для горячей де-



Рис. 4. Изменение микроструктуры сплава 1570С в процессе ВИК: *e* = 0.7 (а), 1.4 (б), 2.1 (в), 4.2 (г), 8.4 (д) (EBSD-анализ) (последняя ось сжатия вертикальна).



Рис. 5. Изменение разориентировок между смежными точками ($\Delta\Theta$) и по отношению к исходной точке ($\Sigma\Delta\Theta$) вдоль линий T_1 (a), T_2 (б), T_3 (в) и T_4 (г), представленных на рис. 4б, 4в, 4г и 4д соответственно.

формации других (мало- или среднелегированных) алюминиевых сплавов. С одной стороны, известно [25, 29, 30], что локализация деформации и фрагментация исходных зерен при развитии деформационных полос при ИПД при комнатной температуре может приводить к формированию ультрамелкозернистой или даже нанокристаллической (с размером зерен менее 0.1 мкм) структуры. Однако высокотемпературная деформация, как правило, не может создавать благоприятных условий для локализации пластического течения и интенсивного формирования деформационных полос [28-30]. При высоких температурах дислокационное скольжение становится более гомогенным, и, если высокие градиенты деформации и/или разориентировок даже и могли бы возникнуть при этих условиях в исходных зернах, они бы быстро

исчезли вследствие высокой скорости релаксационных процессов, таких как динамический возврат или зернограничное проскальзывание [7, 29, 31]. Как результат, формирование новых мелких зерен во время ИПД в низко- и среднелегированных алюминиевых сплавах обычно постепенно подавляется при повышении температуры деформации выше $0.5T_{na}$ [29–31].

Следует, однако, напомнить, что в сплаве 1570С содержалось большое количество наноразмерных когерентных выделений $Al_3(Sc,Zr)$ (рис. 1г–1е), стабилизирующих его структуру. Судя по данным, представленным на рис. 7, эти частицы эффективно сдерживали движение дислокаций и, соответственно, тормозили их перестройку и аннигиляцию в условиях высокотемпературной деформации [11, 13, 29]. Также дисперсоиды, находящие-



Рис. 6. Структуры, формирующиеся в сплаве 1570С в процессе ВИК: *e* = 0.7 (a), 1.4 (б), 2.1 (в), 4.2 (г), 8.4 (д) (ПЭМ).

ся на границах зерен, создавали большие зинеровские силы торможения [29] и препятствовали росту мелких зерен. Все эти факторы значительным образом влияли на изменение микроструктуры и обеспечивали измельчение зерен даже при высокой температуре ВИК.

Однако, с другой стороны, было обнаружено, что с увеличением степени деформации имело место постепенное укрупнение некоторых выделений Al₃(Sc,Zr) при их взаимодействии с границами зерен (рис. 7r-7e) [11, 26, 32]. При этом в теле зерен размер частиц после ковки оставался приблизительно равным их размеру в исходном недеформированном состоянии, тогда как в областях мантии частицы (показаны стрелками на рис. 7r, 7д) не только заметно увеличивались в размерах, но и большинство из них теряло свою когерентность с матрицей [26, 32].

Согласно [11, 26, 32], такой рост нанодисперсных частиц при высокотемпературной деформации был обусловлен повышенной скоростью диффузии растворенных атомов вдоль высокоугловых границ, а также потерей когерентности частиц изза разворота решетки матрицы при миграции границ зерен. Хотя укрупнение частиц при коагуляемной диффузии [28, 29], рост отдельных частиц вблизи высокоугловых границ осуществлялся в результате зернограничной диффузии, которая имела значительно меньшую энергию активации и, соответственно, большую скорость. Это объясняет больший размер частиц, присутствующих на границах. Кроме того, потеря когерентности частицы при ее перерезании границей зерна могла привести к резкому увеличению энергии межфазной границы [9, 33], что создавало высокую движущую силу для быстрого роста частицы. При этом измельчение зерен и повышение доли высокоугловых границ в процессе ВИК сплава, в свою очередь, приводили к созданию дополнительных "каналов диффузии", чем способствовали увеличению количества таких частиц и постепенному снижению их влияния на процесс преобразования структуры при повышении степени деформации.

ции, как правило, контролируется скоростью объ-

Следует также отметить, что потеря когерентности и рост частиц $Al_3(Sc,Zr)$ оказались более заметными в процессе ВИК сплава при исследуемой скорости деформации $10^{-4} c^{-1}$, чем при $10^{-2} c^{-1}$ [11], а также чем при равноканальном угловом



Рис. 7. Структуры, формирующиеся в сплаве 1570С в процессе ВИК: e = 0.7 (а, б), 1.4 (в), 2.1 (г), 4.2 (д), 8.4 (е) (ПЭМ).

прессовании, проводимом при той же температуре 325°С со скоростью 10^0 с⁻¹ [32]. Это было связано с тем, что более низкая скорость деформации в настоящей работе обеспечивала большее время для диффузии атомов, а также повышала вероятность прохождения границы зерна через частицу. Соответственно, можно заключить, что скорость деформации является одним из ключевых факторов, оказывающих существенное влияние на формирование мелкозернистой структуры при ИПД сплавов типа 1570.

На рис. 8 и 9 показаны изменения спектров разориентировок межкристаллитных границ, а также среднего угла разориентировки $\Theta_{\rm cp}$ и доли высокоугловых границ $f_{\rm BYF}$ в зависимости от степени ВИК. В исходном состоянии сплава средняя разориентировка и доля высокоугловых границ составляли 41.4° и 92% соответственно (рис. 1). На ранних стадиях ВИК (e = 0.7-1.4) происходило уменьшение $\Theta_{\rm cp}$ и $f_{\rm BYF}$ вследствие формирования субструктуры внутри исходных зерен и большинство межкристаллитных границ характеризовалось мало- и среднеугловой разориентировкой от 2° до 15°. Важно отметить (рис. 8а–8в), что доля среднеугловых границ постепенно увеличивалась с

ростом деформации в интервале e = 0.7 - 2.1 в результате образования границ деформационных полос (рис. 4). Последние повышали разориентировку в ходе ВИК и трансформировались в высокоугловые границы. Соответственно, спектры разориентировок демонстрировали прогрессивный рост фракции высокоугловых границ с увеличением степени деформации (рис. 8б-8д). Вместе с тем, формирование деформационных полос постепенно подавлялось при измельчении зерен сплава, и при больших степенях (e > 4.2) новые зерна в основном развивались лишь за счет трансформации ранее внесенных полос, что снижало скорость формирования мелкозернистой структуры. В результате $\Theta_{\rm cp}$ и $f_{\rm BY\Gamma}$ сначала быстро возрастали при e = 1.4 - 4.2, а затем замедляли свой рост при е = 4.2-8.4 (рис. 9).

Зависимости среднего размера деформационно-индуцированных субзерен и зерен от степени деформации при ВИК представлены на рис. 10. На ранних стадиях ВИК происходило уменьшение размеров зерен до величин, соответствующих размеру субзерен (около 1.6 мкм при e = 4.2). Результаты данных зависимостей, когда средний размер зерен приблизительно соответствует раз-



Рис. 8. Изменение распределения разориентировок межкристаллитных границ в процессе ВИК сплава 1570С.

меру субзерен, а средняя разориентировка их границ непрерывно возрастает в процессе деформации (рис. 8 и 9), свидетельствуют о том, что измельчение зерен при ВИК данного сплава происходило вследствие непрерывной динамической рекристаллизации [29]. Известно, что последняя в общем случае осуществляется путем трансформации малоугловых границ в высокоугловые границы без значительного роста рекристаллизованных зерен (например как в некоторых сталях и сплавах с вы-



Рис. 9. Зависимости доли высокоугловых границ (а) и среднего угла разориентировки межкристаллитных границ (б), формирующихся в сплаве 1570С при ВИК, от степени деформации.

сокой энергией дефектов упаковки, содержащих дисперсные частицы [4, 7, 11, 20, 21, 29]).

Вместе с тем на рис. 10 видно, что субзерна и зерна непрерывно росли в процессе деформации, достигая значений ~2 мкм при e = 8.4. Одной из основных причин наблюдаемого увеличения размеров кристаллитов в формирующейся структуре, видимо, являлась описанная выше коагуляция дисперсоидов (рис. 7r-7e) и, соответственно, снижение тормозящей зинеровской силы для миграции их границ.

На рис. 11 представлена зависимость микротвердости сплава 1570С от степени деформации, достигнутой при ВИК. При e = 0-0.7 имело место деформационное упрочнение, приводящее к повышению микротвердости со 105 до 115 *HV*, что может быть связано с увеличением плотности дислокаций и формированием субструктуры (рис. 6). Однако при дальнейшей деформации до e = 2.1микротвердость не изменялась, а затем постепенно снижалась вплоть до исходного значения 105 *HV*



Рис. 10. Зависимости среднего размера деформационно-индуцированных (суб)зерен, формирующихся в сплаве 1570С, от степени деформации при ВИК.



Рис. 11. Зависимость микротвердости сплава 1570С от степени деформации при ВИК.

при e = 8.4. Стабилизация значений твердости и последующее ее снижение с увеличением степени деформации могут быть объяснены действием процессов динамического возврата и непрерывной динамической рекристаллизации при одновременном увеличении размеров частиц, упрочняющих сплав.

Известно, что механическое поведение сплава, при котором кривые напряжение—деформация демонстрируют упрочнение на ранних стадиях обработки и затем достижение стадии пластического течения при больших степенях деформации, является типичным для материалов с высокой энергией дефектов упаковки, пластическое течение которых контролируется динамическими возвратом и непрерывной динамической рекристаллизацией [28, 29, 34]. Однако, как было показано выше (рис. 7), часть дисперсных частиц, преимушественно расположенных вблизи высокоугловых границ, теряла когерентность в процессе ВИК, и они быстро увеличивались в размерах. Развитие динамической рекристаллизации и повышение доли высокоугловых границ в процессе ВИК способствовали увеличению количества таких частиц и постепенному росту (суб)зерен (рис. 10), что приводило, соответственно, к дисперсионному и структурному разупрочнению сплава при больших степенях деформации [34].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что всесторонняя изотермическая ковка по схеме "*abc*" при температуре 325° С (~0.6 $T_{пл}$) и скорости деформации 10^{-4} с⁻¹ приводила к интенсивному измельчению зерен в исходно крупнозернистом сложнолегированном труднодеформируемом сплаве 1570С. При этом при степени деформации 8.4 примерно в 75% объема материала формировалась микроструктура со средним размером зерен до 2 мкм.

Основной механизм измельчения зерен был непосредственно связан с формированием деформационных полос/полос микросдвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментировали исходные зерна. Постепенное увеличение количества полос и разориентировки их границ с увеличением степени деформации приводили к трансформации последних в высокоугловые границы и формированию мелкозернистой структуры. По характеру изменений структуры механизм образования новых зерен в сплаве был сходен с непрерывной динамической рекристаллизацией.

Важную роль в измельчении зерен при высокотемпературной ВИК играл стабилизирующий эффект от присутствующих в сплаве когерентных наночастиц Al₃(Sc,Zr). Благодаря этим частицам становились возможными накопление дислокаций, формирование субграниц высокой плотности и их трансформация в высокоугловые границы, а также стабилизация формирующейся мелкозернистой структуры.

При исследованных температурно-скоростных условиях деформации имело место постепенное увеличение размеров мелких рекристаллизованных зерен и снижение твердости сплава. Это главным образом было связано с вызванным деформацией ростом части дисперсоидов вблизи высокоугловых границ и потерей ими когерентности. Количество таких дисперсоидов увеличивалось при развитии динамической рекристаллизации и повышении доли высокоугловых границ в процессе ВИК.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена по государственному заданию ИПСМ РАН (АААА - 1919-119021390107-8).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Filatov Yu.A., Yelagin V.I., Zakharov V.V. New Al-Mg-Sc Alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2000. V. 280. № 1. P. 97–101.
- 2. Филатов Ю.А. Перспективные области применения полуфабрикатов из Al-Mg-Sc сплавов // ТЛС. 2003. №. 4. С. 24–28.
- 3. *Røyset J., Ryum N.* Scandium in Aluminium Alloys // Int. Mater. Rev. 2005. V. 50. № 1. P. 19–44.
- Nieh T.G., Hsiung L.M., Wadsworth J., Kaibyshev. R. High Strain Rate Superplasticity in a Continuously Recrystallized Al–6%Mg–0.3%Sc Alloy // Acta Mater. 1998. V. 46. № 8. P. 2789–2800.
- Автократова Е.В., Кайбышев Р.О., Ситдиков О.Ш. Усталость мелкозернистого высокопрочного Al– 6Mg–Sc сплава, полученного равноканальным угловым прессованием // Физика металлов и металловедение. 2008. Т. 105. № 5. С. 532–540.
- Автократова Е., Ситдиков О., Кайбышев Р., Ватанабе И. Поведение субмикрокристаллического алюминиевого сплава 1570 в условиях циклического нагружения // Физика металлов и металловедение. 2009. Т. 107. № 3. С. 309–315.
- 7. Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А., Имаев М.Ф., Имаев В.М. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: Эксперимент, теория, технологии. М.: Наука, 2014. 284 с.
- 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. 140818. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140818
- 9. *Wouters O.* Plasticity in Aluminum Alloys at Various Length Scales. s.n. 2006. P. 150.

https://pure.rug.nl/ws/portalfiles/portal/2828799/c4.pdf

 Ilyasov R., Sitdikov O., Avtokratova E., Markushev M. Microstructure Development in Cold-Rolled Al-Mg-Sc-Zr Alloy under Furnace and Short Electric Pulse Annealing // Mater. Sci. Forum. 2015. V. 830-831. P. 399-402.

doi:10.4028/www.scientific.net/msf.830-831.399

- Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Мухаметдинова О.Э., Гарипова Р.Н., Маркушев М.В. Влияние размера выделений Al₃(Sc,Zr) на структуру всесторонне изотермически кованого Al-Mg-Sc-Zr сплава // Физика металлов и металловедение. 2017. Т. 118. № 12. С. 1290–1299.
- Ситдиков О.Ш., Гарипова Р.Н., Автократова Е.В., Мухаметдинова О.Э., Мурзинова М.А., Маркушев М.В. Структура алюминиевого сплава 1570С, подвергнутого всесторонней ковке с понижением темпе-

НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ том 58 № 5

ратуры // Письма о материалах. 2017. Т. 7. № 3. С. 239–243.

- Yamashita A., Yamaguchi D., Horita Z., Langdon T.G. Influence of Pressing Temperature on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing // Mater. Sci. Eng. A. 2000. V. 287. P. 100–106.
- Pithan C., Hashimoto T., Kawazoe M., Nagahora J., Higashi K. Microstructure and Texture Evolution in ECAE Processed A5056 // Mater. Sci. Eng. A. 2000. V. 280. P. 62–68.
- Chakkingal U., Thomson P.F. Development of Microstructure and Texture during High Temperature Equal Channel Angular Extrusion of Aluminium // J. Mater. Process. Technol. 2001. V. 117. P. 169–177. https://doi.org/10.1016/s0924-0136(01)01102-5
- Chen Y.C., Huang Y.Y., Chang C.P., Kao P.W. The Effect of Extrusion Temperature on the Development of Deformation Microstructures in 5052 Aaluminium Alloy Processed by Equal Channel Angular Extrusion // Acta Mater. 2003. V. 51. P. 2005–2015. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00607-9
- Popovic M., Verlinden B. Microstructure and Mechanical Properties of Al-4.4 wt-%Mg Alloy (AA5182) after Equal Channel Angular Pressing // Mater. Sci. Technol. 2005. V. 21. № 5. P. 606–612. https://doi.org/10.1179/174328405X38320
- Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Partial Grain Refinement in Al–3%Cu Alloy during ECAP at Elevated Temperatures // Mater. Trans. 2009. V. 50. № 1. P. 101–110.
- 19. Subbarayan S., Roven H.J., Chen Y.J., Skaret P.C. Microstructure Evolution in Pure Aluminium Processed by Equal Channel Angular Pressing at Elevated Temperature // Int. J. Mater. Res. 2013. V. 104. № 7. P. 630–636. https://doi.org/10.3139/146.110908
- Sitdikov O., Avtokratova E., Sakai T. Microstructural and Texture Changes during Equal Channel Angular Pressing of an Al-Mg-Sc Alloy // J. Alloys Compd. 2015. V. 648. P. 195–204. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.06.029
- Markushev M.V., Nugmanov D.R., Sitdikov O., Vinogradov A. Structure, Texture and Strength of Mg-5.8Zn-0.65Zr Alloy after Hot-to-Warm Multi-Step Isothermal Forging and Isothermal Rolling to Large Strains // Mater. Sci. Eng. A. 2018. V. 709. P. 330–338. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.008
- 22. Oxford Instruments HKL, Channel 5, Hobro: Oxford Instruments HKL, 2007.
- ISO Standard 13067, Microbeam Analysis Electron Backscatter Diffraction – Measurement of Average Grain Size, 2011.
- 24. *Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J.* Electron Microscopy of Thin Crystals. L.: Butter Worths, 1965. P. 549.
- 25. Hurley P.J., Humphreys F.J. The Application of EBSD to the Study of Substructural Development in a Cold Rolled Single-Phase Aluminium Alloy // Acta Mater. 2003. V. 51. P. 1087–1102. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00513-X
- 26. Jiang J., Jiang F., Huang H., Zhang M., Tang Z., Tong M. Hot Deformation Analysis and Microstructure Evolu-

2022

tion of Al–Mg–Mn–Sc–Zr Alloy by Isothermal Compression // J. Alloys Compd. 2020. V. 858. 157655. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157655

- Sitdikov O., Sakai T. Comparative Analysis of Fine-Grained Structure Formation in an Al–Zn–Mg–Cu Alloy during Multidirectional Isothermal Forging and Uniaxial Compression // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2020. 1008 012070. https://doi.org/10.1088/1757-899X/1008/1/012070
- Poirier J.P. Creep of Crystals: High-Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals. Cambridge: Cambridge University Press, 1985. 260 p.
- 29. *Humphreys F.J., Hatherly M.* Recrystallization and Related Annealing Phenomena. N. Y.: Elsevier, 2004. 628 p.
- Duckham A., Knutsen R., Engler O. Influence of Deformation Variables on the Formation of Copper-Type Shear Bands in Al-1Mg // Acta Mater. 2001. V. 49.

№ 14. P. 2739-2749.

https://doi.org/10.1016/s1359-6454(01)00166-5

- Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Загитов Р.Р., Маркушев М.В. Влияние температуры равноканального углового прессования на формирование мелкозернистой структуры в сплаве Al-3% Cu // Письма о материалах. 2021. Т. 11 № 3. С. 332-337.
- 32. Avtokratova E., Sitdikov O., Mukhametdinova O., Markushev M., Murty S.V.S.N., Prasad M.J.N.V., Kashyap B.P. Microstructural Evolution in Al-Mg-Sc-Zr Alloy during Severe Plastic Deformation and Annealing // J. Alloys Compd. 2016. V. 673. P. 182–194. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.207
- 33. Zang L. Lecture 21: Types of Interfaces: Coherent, Semi-Coherent, and Incoherent. Univ. of Utah, 2018. https://my.eng.utah.edu/~lzang/images/lecture-21.pdf
- 34. *Russell A., Lee K.L.* Structure-Property Relations in Nonferrous Metals. New Jersey: Wiley, 2005. 499 p.