

Structure of the aluminum alloy 1570C subjected to multidirectional forging with decreasing temperature

O. Sh. Sitdikov[†], R. N. Garipova, E. V. Avtokratova, O. E. Mukhametdinova,

M. A. Murzinova, M. V. Markushev

[†]sitdikov.oleg@imsp.ru

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, 39 Khalturin St., 450001, Ufa, Russia

The structure of cast and homogenized aluminium alloy 1570C (Al5Mg0.18Mn0.2Sc0.08Zr, wt. %) was studied after multidirectional isothermal forging (MIF). Repetitive upsetting was carried out with a 25°C decrease of temperature at each pass starting from 450°C, a pass strain of 0.7 and strain rate 10^{-2} s^{-1} . The alloy ductility was sufficient for a successful (without cracking) straining of the sample up to $\epsilon \sim 10.5$ at 100°C. In the initial state, the alloy had a coarse-grained structure with a grain size of 25 μm and uniform distribution of the nanoscale aluminides $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$. MIF resulted in continuously refined (sub)grains and material hardening. At low strains ($\epsilon \leq 4.2$) and high temperatures ($T > 325^\circ\text{C}$), new grains were developed mainly in the mantle regions of the initial grains. As a result, a bimodal structure was formed, which persisted up to $\epsilon \sim 6.3$ (250°C). With further MIF, the evolved grain structure became more homogeneous and occupied practically the whole material volume. Electron microscopy showed that a nanocrystalline structure with a crystallite size of 100 – 170 nm and a uniform distribution of dispersoids was developed. The deformation structure was characterized by a high dislocation density that is attributed to a decelerating rate of dynamic recovery under decreasing temperature. Note that the structure developed was close in its characteristics to that observed in some fcc or hcp alloys after high pressure torsion at room temperature. However, in the last case, the sample dimensions were significantly smaller than after MIF.

Keywords: aluminum alloy, multidirectional forging, microstructural evolution, nanocrystalline structure.

Структура алюминиевого сплава 1570С, подвергнутого всесторонней ковке с понижением температуры

Ситди́ков О. Ш.[†], Гари́пова Р. Н., Авто́кратова Е. В., Мухаме́тдинова О. Э.,

Мурзи́нова М. А., Марку́шев М. В.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Ст. Халтурина 39, 450001, Уфа, Россия

Изучали структуру литого и гомогенизированного алюминиевого сплава 1570С (Al5Mg0.18Mn0.2Sc0.08Zr, вес. %) после всесторонней изотермическойковки (ВИК). Ковку проводили со степенью однократной осадки 0,7, скоростью деформации $\sim 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и понижением температуры с 450°C в каждом проходе на 25°C. Пластичность сплава в процессе ВИК оказалась достаточной для деформирования заготовки без образования трещин до суммарной степени деформации $\epsilon \sim 10.5$, достигаемой при 100°C. Структурный анализ показал, что в исходном состоянии сплав имел крупнозернистую структуру с размером зерна $\sim 25 \text{ мкм}$ и равномерным распределением наноразмерных алюминидов $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$. ВИК приводила к непрерывному измельчению зерен и упрочнению материала. При относительно малых степенях ($\epsilon \leq 4.2$) и высоких температурах деформации ($T > 325^\circ\text{C}$) новые мелкие зерна зарождались преимущественно в области мантии исходных зерен, в результате чего формировалась бимодальная структура, которая сохранялась до $\epsilon \sim 6.3$ (250°C). При дальнейшей ВИК формирующаяся структура становилась более гомогенной и занимала практически весь объем исследованного материала. Электронно-микроскопические исследования показали, что после ВИК была сформирована нанокристаллическая структура с размером кристаллитов $\sim 100 - 170 \text{ нм}$ и однородным распределением дисперсоидов. Для деформационной структуры была также характерна высокая плотность решеточных дислокаций, обусловленная снижением скорости динамического возврата при понижении температуры. Важно отметить, что формирующаяся структура была близка по характеристикам к структуре, наблюдаемой в некоторых ГЦК и ГП сплавах после обработки кручением под высоким давлением при комнатной температуре. Однако в последнем случае размеры образцов были значительно меньше, чем после ВИК.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, всесторонняя ковка, эволюция микроструктуры, нанокристаллическая структура.

1. Введение

Исследования последних лет показали, что, несмотря на высокую стоимость, Al-Mg-Sc-х сплавы являются одним из наиболее перспективных конструкционных материалов. При относительно низкой плотности эти сплавы обладают исключительно высокой для термоупрочняемых Al сплавов прочностью, а также хорошей коррозионной стойкостью и свариваемостью, что делает, безусловно, выгодным их использование в транспортных системах и изделиях спецтехники, где решающим фактором является вес конструкций [1,2]. Отличительной чертой этих сплавов является формирование в их структуре наноразмерных выделений алюминидов скандия Al_3Sc , имеющих когерентную межфазную границу и обладающих высокой устойчивостью к укрупнению. Несмотря на невысокую объемную долю формирующихся частиц, последние могут выделяться в большом количестве и служить эффективным препятствием для движения решеточных дислокаций, а также перестройки дислокационных структур, обуславливая высокую прочность материала. Наилучших результатов добиваются комплексным легированием сплавов этой группы другими переходными металлами, когда кроме Sc вводят Zr, Mn, Cr и т. д. с целью формирования нанодисперсных частиц более сложного состава и большей плотности [3–6]. К недостаткам Al-Mg-Sc-х сплавов относят их пониженную трещиностойкость, а при содержании Mg ≥ 3 –4 весовых %, — и невысокую технологическую пластичность при низких температурах. Данный недостаток в значительной мере снижает перспективы промышленного использования этих сплавов. А с учетом высокой прочности при низких температурах их обычно относят к труднодеформируемым материалам.

Решение указанных проблем может заключаться в регламентировании структуры сплавов — формировании ультрамелкозернистой (УМЗ) (с размером зерна порядка или менее 1 мкм) или даже нанокристаллической (НК) (с размером зерна менее 100 нм) структуры за счет применения специальных деформационных методов — так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД) [7,8]. Так, для теплой и горячей деформации УМЗ материалов было показано, что в них может развиваться низкотемпературная и/или высокоскоростная сверхпластичность, что позволяет кардинально решить проблему низкой технологической пластичности [9–13]. Кроме того, совмещение эффектов от дисперсионного твердения, обусловленного присутствием нанометрических упрочняющих частиц, и структурного упрочнения, связанного с формированием УМЗ или нанокристаллической структуры, представляется важным шагом, направленным на совершенствование комплекса механических свойств Al-Mg-Sc-х сплавов, в частности, повышения конструкционной прочности. Дальнейшего и более значимого повышения уровня механических свойств можно ожидать при формировании УМЗ/НК структуры с меньшим размером зерна.

Следует, однако, отметить [14,15], что как и в других труднодеформируемых материалах [9,16,17], процесс формирования методами ИПД однородной УМЗ/НК структуры в Al-Mg-Sc-х сплавах с содержанием Mg более 3–4% связан с рядом трудностей. Например, исследования структурных изменений при равноканальном угловом прессовании (РКУП) сплава 1570 (Al-6Mg-0,3Sc) показали, что основной механизм измельчения зерен обусловлен развитием непрерывной динамической рекристаллизации [15,18], при которой сетки малоугловых дислокационных границ, формирующиеся на ранней стадии деформации, увеличивают свою разориентировку в процессе последующей обработки и трансформируются в новые высокоугловые границы. Однако, в отличие от низко- и среднелегированных алюминиевых сплавов, реализация непрерывной динамической рекристаллизации в данном сплаве потребовала значительно большей термической активации [15,18], как и достижения более высоких степеней деформации [12,15]. При этом и объем, и средний размер рекристаллизованных зерен одновременно увеличивались по мере повышения и, наоборот, одновременно уменьшались при понижении температуры. Так, относительно однородная мелкозернистая структура с объемной долей мелких зерен ~ 80 –85% была сформирована в этом сплаве после 12 проходов РКУП лишь при 450°C ($\sim 0,8T_{\text{пл}}$), тогда как обработка при более низких температурах (200 – 250°C ($\sim 0,5$ – $0,6T_{\text{пл}}$)) обеспечила формирование только 40–50% ультрамелких зерен [18]. Однако размер новых мелких зерен при 450°C был почти на порядок больше, чем при 200 – 250°C (4 и 0,3–0,6 мкм, соответственно). Другими словами, обработка сплава методом РКУП, проводимого при постоянной температуре в интервале 200 – 450°C , не позволила получить УМЗ структуру, характеризуемую одновременно и большой объемной долей, и минимальным размером ультрамелких зерен. При понижении температуры РКУП ниже 200°C ($\sim 0,5T_{\text{пл}}$) процессы рекристаллизации практически полностью подавлялись. При этом происходило быстрое упрочнение сплава на начальных стадиях деформации, и он разрушался уже на 4–5 цикле прессования. Возможность получения методом теплового РКУП однородной УМЗ структуры была достоверно продемонстрирована только для менее легированных сплавов [19]. Также нанокристаллическая структура с размером зерна $\sim 0,1$ – $0,2$ мкм была получена в сплаве 1570 только при кручении под высоким давлением при комнатной температуре [11] на маленьких образцах, размеры которых, однако, не представляли особой ценности для практического применения.

В данной работе на примере алюминиевого сплава 1570C (Al-5Mg-0,2Sc-0,1Zr) оценивается потенциал другого метода ИПД — всесторонней изотермическойковки (ВИК) для формирования однородной УМЗ/НК структуры. Известно [8], что ВИК предоставляет широкие возможности, как для масштабирования размеров образцов, что позволяет получить УМЗ структуру в заготовках практически любого размера, так и варьиро-

вания температурно-скоростных режимов обработки для оптимизации процессов измельчения зерен. Предлагаемый подход, обеспечивающий значимое измельчение зерен в труднодеформируемых материалах, предполагает проведение ВИК с понижением температуры. Метод базируется на инициации динамической рекристаллизации при высокотемпературной обработке с последующим уменьшением размеров рекристаллизованных зерен по мере понижения температуры и повышения степени деформации. В результате применения такого подхода в алюминиды титана, например, был достигнут размер зерна 0,1–0,4 мкм [16]. Это позволило повысить прочность (твердость) материала при комнатной температуре и в какой-то мере повысить вязкость его разрушения. Материал с такой структурой показал также высокие сверхпластические свойства в интервале температур 600–900°C, что было на 200–400°C ниже температурного интервала сверхпластичности для материала с микронным размером зерна. При ВИК обработке магниевое сплава AZ31 в интервале температур 350–130°C в объемных заготовках была сформирована микроструктура со средним размером зерна ~0.25 мкм, тогда как при 350°C при той же степени деформации размер зерна составлял около 7 мкм [17,20–22]. Формирование такой нанокристаллической структуры позволило улучшить как свойства сплава при комнатной температуре, так и его сверхпластические характеристики при повышенных температурах. К сожалению, несмотря на явные преимущества применения ВИК с понижением температуры для измельчения зерен в труднодеформируемых материалах, этот метод практически не использовался для термомеханической обработки сложнелегированных алюминиевых сплавов.

2. Материал и методы исследования

Слиток промышленного алюминиевого сплава 1570C (Al5Mg0.18Mn0.2Sc0.08Zr, вес.%) гомогенизировали при 350°C в течение 6 часов. Образцы с размерами 18×17×10 мм, вырезанные из слитка, осаживали последовательно вдоль их осей с однократной степенью деформации за проход ~0.7 с понижением температуры в каждом проходе на 25°C. Скорость деформации была ~10⁻² с⁻¹, начальная температура — 450°C. Для понижения контактного трения между образцом и инструментом использовали смазку на основе коллоидного графита. Форма и размеры образцов при этом сохранялись приблизительно постоянными в процессе ВИК [6]. Для фиксации структурных изменений, вызванных деформацией, образцы после каждой осадки охлаждали в воду. Структуру исследовали в центральной части сечения образцов, параллельного последней оси сжатия (в пределах 2/3 половины ширины от центра). Использовали стандартные методы оптической металлографии и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Средний размер (суб)зерна определяли методом эквивалентного диаметра по светлопольным ПЭМ изображениям.

3. Результаты и обсуждение

Сплав после гомогенизации имел равноосную зеренную структуру со средним размером зерен ~25 мкм (рис. 1а). В теле зерен были равномерно распределены дисперсные когерентные фазы, которые были идентифицированы ПЭМ как выделения Al₃(Sc,Zr) [6] (рис. 1б). После нагрева и часовой выдержки при начальной (максимальной) температуре ВИК 450°C данные частицы оставались наноразмерными, когерентными матрице и равномерно распределенными в объеме материала (рис. 1с).

На рис. 2 представлены истинные диаграммы «напряжение течения — деформация». Результаты механических испытаний показали, что пластичность сплава в процессе ВИК с понижением температуры оказалась достаточной для успешного (без формирования трещин) деформирования материала до суммарной степени ~10.5 и температуры 100°C. Для сравнения, ВИК при постоянной температуре 100°C приводила к разрушению образцов уже при $\epsilon \sim 1-1.4$. При низких степенях деформации и высоких температурах в интервале $\epsilon = 0-1.4$ (450–425°C) кривые «напряжение — деформация» показывали острый пик при пределе текучести с последующим разупрочнением материала, что могло быть связано с развитием «вязкого» дислокационного скольжения [22]. При более высоких степенях деформации и более низких температурах (до $\epsilon \sim 3.5$ (350°C)) сплав в каждом проходе демонстрировал стабильную стадию пластического течения, которая практически сразу устанавливалась после достижения предела текучести. При этом материал слабо упрочнялся при понижении температуры, и, соответственно, интегральная кривая характеризовалась приблизительно постоянным уровнем напряжений течения ~90–100 МПа. Относительно низкий уровень напряжений течения мог быть обусловлен интенсивным развитием процессов возврата, а также проскальзыванием по границам исходных и вновь формирующихся зерен.

С понижением температуры деформации при последующей обработке ($\epsilon > 3.5$ ($T < 350^\circ\text{C}$)) установившаяся стадия пластического течения в каждом проходе замещалась стадией деформационного упрочнения, которое вносило значительный вклад в повышение напряжений течения. Соответственно, уровень напряжений на интегральной кривой прогрессивно повышался, что в целом обеспечило их прирост от ~100 МПа при $\epsilon = 3.5$ (350°C) до ~450 МПа при $\epsilon = 10.5$ (100°C).

Структурные исследования показали, что при ВИК происходило значительное измельчение зерен. На рис. 3 новые зеренные структуры представлены в виде темных областей [6]. При малых степенях ($\epsilon \leq 4.2$) и высоких температурах ($T > 325^\circ\text{C}$) ВИК новые зерна зарождались преимущественно в области мантии исходных зерен (в их приграничных областях) (рис. 3а,б). Это приводило к образованию неоднородной бимодальной микроструктуры, которая сохранялась до степеней деформации, $\epsilon \sim 6.3$ (250°C). При дальнейшем увеличении степени/понижении температуры деформации, струк-

турные изменения на мезоскопическом уровне осуществлялись более гомогенно (рис. 3с), что обеспечивало формирование новой относительно однородной зеренной структуры (рис. 3д).

ПЭМ исследования (рис. 4) показали, что после ВИК с $e = 10.5$ (100°C) в материале была сформирована нанокристаллическая структура со средним размером кристаллитов $\sim 100\text{--}170\text{ нм}$ и, судя по электронограммам (см. рис. 4а), средне- и высокоугловой разориентировкой

межкристаллитных границ. Большинство кристаллитов имели равноосную близкую к четырехугольной форму и были окружены границами, демонстрирующими неравновесный экстинкционный контраст. Данная структура характеризовалась большой плотностью решеточных дислокаций, что было обусловлено значительным снижением скорости динамического возврата при достижении низких температур при высоких степенях деформации [22]. Важно отметить, что формирование

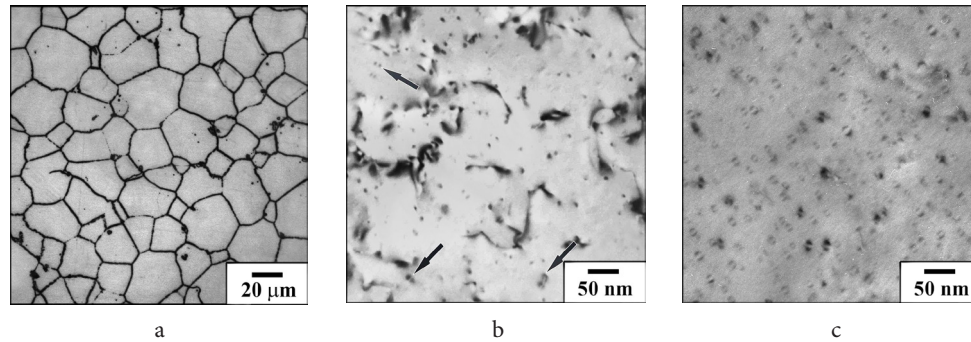


Рис. 1. Структура алюминиевого сплава 1570С после гомогенизации (а, б) и последующего часового отжига при 450°C (с): (а) — оптическая микроскопия; (б), (с) — ПЭМ.

Fig. 1. Structure of the aluminum alloy 1570C after homogenization (a, b) and additional 1 hr annealing at 450°C (c): (a) — optical microscopy; (b), (c) — TEM.

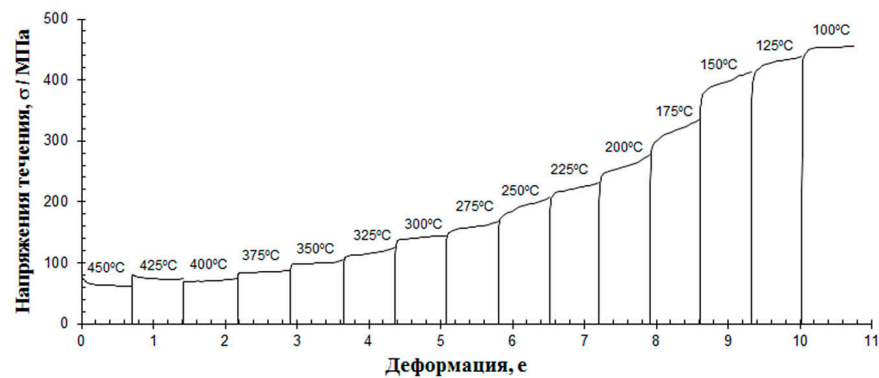


Рис. 2. Интегральные зависимости «напряжения течения-деформация» для ВИК алюминиевого сплава 1570С, проводимой с понижением температуры.

Fig. 2. Stress-strain dependences of the aluminum alloy 1570C subjected to MIF with decreasing temperature.

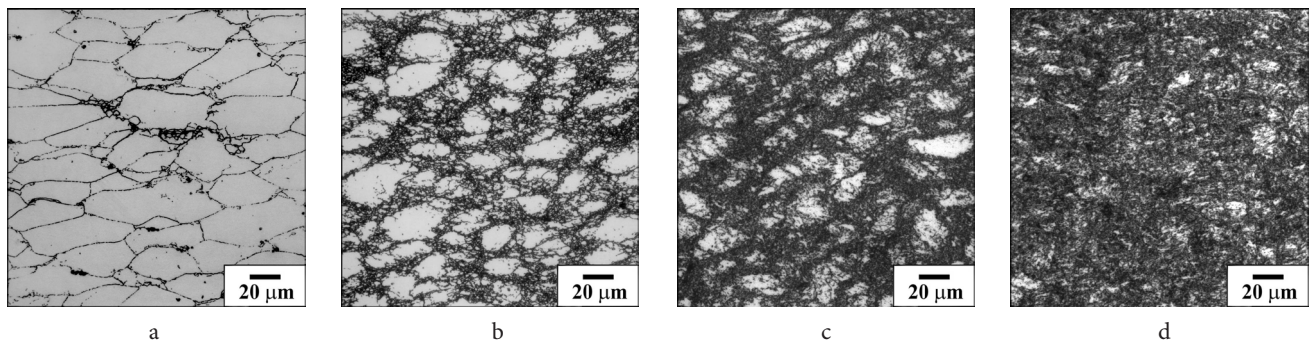


Рис. 3. Микроструктура алюминиевого сплава 1570С на различных стадиях ВИК: (а) 425°C ; $e = 1,4$; (б) 325°C ; $e = 4,2$; (с) 175°C ; $e = 8,4$; (д) 100°C ; $e = 10,5$.

Fig. 3. Microstructure of the aluminum alloy 1570C in different stages of MIF: (a) 425°C ; $e = 1,4$; (b) 325°C ; $e = 4,2$; (c) 175°C ; $e = 8,4$; (d) 100°C ; $e = 10,5$.

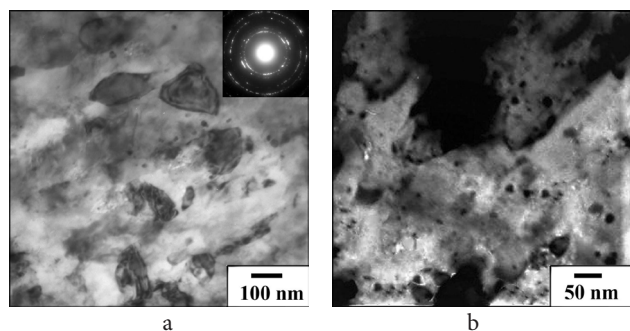


Рис. 4. (а, б) ПЭМ структура алюминиевого сплава 1570С, сформировавшаяся при ВИК с понижением температуры до $T=100^{\circ}\text{C}$; $e=10,5$; электронограмма получена с области $\varnothing 1\text{ мкм}$, представленной на (а).

Fig. 4. (а, б) TEM structure of the aluminum alloy 1570C developed during MIF with decreasing temperature up to 100°C ; $e=10,5$; SAED pattern was taken from the area with $\varnothing 1\text{ }\mu\text{m}$, represented in (а).

аналогичных (близких по характеристикам) структур наблюдали в некоторых металлах и сплавах с кубической и гексагональной решеткой после обработки кручением под высоким давлением при комнатной температуре [7,8,19]. Однако в последнем случае формирование нанокристаллической структуры имело место в образцах значительно меньшего размера, чем это было реализовано при ВИК в настоящей работе.

Следует также отметить (рис. 4б), что наряду с относительно крупными (50–250 нм) вторичными частицами β -фазы (Al-Mg), которые выделялись из твердого раствора при понижении температуры деформации ниже температуры сольвуса $\sim 280^{\circ}\text{C}$ [15], в структуре сплава после ВИК по-прежнему наблюдались стабильные нанодисперсные частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ сохранившие в целом исходные размеры и однородное пространственное распределение (ср. с рис 1б, с). Наличие последних в структуре материала предполагает, что сформированная в процессе ВИК мезоскопически однородная нанокристаллическая структура, упрочненная нанодисперсными частицами, может обеспечивать высокую прочность и обладать высокой термической стабильностью, что планируется оценить и проанализировать при выполнении дальнейших исследований.

4. Заключение

В процессе ВИК с понижением температуры с 450°C технологическая пластичность гомогенизированного слитка алюминиевого сплава 1570С оказалась достаточной, чтобы продеформировать его до $e=10.5$ и завершить ковку при 100°C . При этом в сплаве формировалась нанокристаллическая структура с размером кристаллитов $\sim 100\text{--}170\text{ нм}$, упрочненная нанодисперсными частицами $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$, которые сохраняли свои близкие к исходным размеры и однородное пространственное распределение после обработки.

Благодарности/Acknowledgments. Работа была выполнена по гранту РФФИ № 16-08-01189 А. Исследования проводили на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература/References

1. Y. Filatov, V. Elagin, V. Zakharov. Mater. Sci. Eng. A280, 97 (2000).
2. J. Royset, N. Ryum, Inter. Mater. Reviews 50, 19 (2005).
3. M. Jones, F. Humphreys. Acta Mat. 51, 2149 (2003).
4. M. Ferry, N. Hamilton, F. Humphreys. Acta Mat. 53, 1097 (2005).
5. E. Margis, D.N. Seidman, Acta Mat. 53, 4259 (2005).
6. O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Markushev. Letters on Materials 6(3), 200 (2016).
7. R. Valiev, R. Islamgaliev, I. Alexandrov. Prog. Mater. Sci. 45, 103 (2000).
8. M. Markushev. Letters on Materials. 1(1), 36 (2011). (in Russian) [M. Маркушев. Письма о материалах. 1(1), 36 (2011).]
9. O. Kaibyshev. Superplasticity of alloys, intermetallics, and ceramics. Berlin; New-York: Springer-Verlag. (1992) 317 p.
10. S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon. Acta Mater. 50, 553 (2002).
11. V. Perevezentsev, V. Chuvildeev, A. Sysoev, V. Kopylov, T. Langdon. Russian metallurgy (Metally). 2004. T. 1, 28. (2004).
12. F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh, Metal. Mat. Trans. A35, 2383 (2004).
13. E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov, Mater. Sci. Eng. A538, 386 (2012).
14. A. Vinogradov, A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov, Mater. Sci. Eng. A349, 318 (2003).
15. O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva, Phys. of Met. Metallography 110(2), 153 (2010).
16. R. Imayev, G. Salishchev, O. Senkov, V. Imayev, M. Shagiev, N. Gabdullin, A. Kuznetsov, F. Froes, Mater. Sci. Eng. A300, 263 (2001).
17. J. Xing, H. Soda, X. Yang, H. Miura and T. Sakai, Mater. Trans. 46(7), 164s6 (2005).
18. O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki, Metall. Mat. Trans. A44(2), 1087 (2013).
19. V. Perevezentsev, M. Shcherban, M. Murashkin, R. Valiev, Tech. Phys. Lett. 33, 648 (2007).
20. J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai, Mater. Trans. 49, 69 (2008).
21. J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai, Mater. Trans. 48, 1406 (2007).
22. I. Chadek Creep of metallic materials. (1987) 304 p. (in Russian) [И. Чадек Ползучесть металлических материалов. 1987. 304 с]