## Влияние всесторонней ковки на формирование мелкозернистой микроструктуры в высокопрочном алюминиевом сплаве

Ситдиков О.Ш.<sup>†</sup>

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа Башкирский государственный университет, ул. Валиди 32, 450074 Уфа <sup>†</sup>sitdikov@nm.ru

# Effect of multidirectional forging on the fine-grained structure development in a high-strength aluminum alloy

O.S. Sitdikov

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa Bashkortostan State University, Validy St. 32, 450074 Ufa

Исследованы механическое поведение и эволюция структуры литого крупнозернистого алюминиевого сплава 7475, подвергнутого одноосному сжатию и всесторонней ковке (ВК) при температуре 490°С и скорости деформации ~ $10^{-4}$  с<sup>-1</sup>. Показано, что схема ВК является более благоприятной для деформационного разупрочнения и измельчения зеренной структуры данного сплава при высокотемпературной деформации.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, одноосное сжатие, всесторонняя ковка, эволюция микроструктуры.

#### 1.Введение

Измельчение зеренной структуры металлов и сплавов в процессе обработки давлением остается важной технической задачей, решение которой может иметь высокий коммерческий потенциал вследствие повышенных технологических и служебных свойств получаемых мелкозернистых изделий и полуфабрикатов [1,2]. Исследования, проводимые в последние годы, показали, что методы интенсивной пластической деформации (ИПД), такие как равноканальное угловое прессование, всесторонняя ковка (ВК) или кручение под высоким приложенным давлением, обеспечивающие достижение высоких степеней деформации, являются эффективными для получения мелкозернистых структур [1-6]. Среди перечисленных методов ИПД, ВК является наиболее простым способом обработки материала, т.к. она предполагает использование универсального оборудования и инструмента, а также дает возможность практически неограниченного масштабирования обрабатываемых заготовок [3-5].

Mechanical behavior and microstructural evolution in an as-cast coarse-grained aluminum alloy 7475 were investigated during uniaxial compression and multidirectional forging (MDF) carried out at the temperature of 490°C and the strain rate of ~ $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. It has been shown that the deformation route provided by MDF is more suitable for flow softening and grain refinement in the present alloy under high-temperature deformation conditions.

**Keywords:** aluminum alloy, uniaxial compression, multidirectional forging, microstructural evolution.

Принцип ВК заключается в проведении операций свободной ковки за несколько проходов с изменением в каждом проходе направления оси приложения нагрузки:  $x \rightarrow y \rightarrow z \rightarrow x \rightarrow ...$  и т.д. [1,3,5]. Поскольку заготовка практически не изменяет свою форму и размеры при ВК, большие деформации могут быть накоплены в процессе указанной выше обработки. Вместе с тем, использование схемы ВК может быть важным не только с точки зрения достижения больших степеней деформации обрабатываемой заготовки, но и для обеспечения специфического деформационного пути, благоприятного для измельчения зеренной структуры [5]. К сожалению, в настоящее время влияние схемы обработки на измельчении зерен при ВК недостаточно полно описано в литературе.

Целью данной работы являлось проведение сравнительного анализа механического поведения и структурных изменений, протекающих в высокопрочном крупнозернистом алюминиевом сплаве 7475 при высокотемпературном одноосном сжатии и ВК. Данный сплав был выбран в качестве объекта исследования как один из промышленных сплавов, демонстрирующих развитие непрерывной динамической рекристаллизации при повышенных температурах [5,7]. Механизмы формирования новых зерен и факторы, оказывающие влияние на измельчение зеренной структуры в указанном сплаве при высокотемпературной деформации, обсуждаются в работе в деталях.

### 2. Материал и методика

Используемый в работе сплав химического состава, % масс.: Al – основа, 6 Zn, 2,5 Mg, 1,8 Cu, 0,23 Cr, 0,16 Zr, 0,04 Fe, 0,03 Si, 0,03 Mn, был получен методом полунепрерывного литья и гомогенизирован в состоянии поставки при 490°С, 20 ч. После гомогенизации сплав имел пластинчатую зеренную структуру с преимущественной ориентировкой пластин параллельно продольной оси слитка (рис. 1). Исходные границы зерен в такой структуре состояли из чередующихся прямолинейных и выпуклых участков. Размер зерен составлял 1–10 мм в продольном и 50–250 мкм в поперечном направлениях. Два типа дисперсных частиц – Al<sub>3</sub>Cr средним размером 100 нм и Al<sub>3</sub>Zr средним размером 20 нм были идентифицированы методом просвечивающей электронной микроскопии [5,7].

Образцы для одноосного сжатия и ВК вырезали вдоль оси слитка (ОС). Одноосное сжатие (осадку) до истинной степени деформации ~ 1,9 и ВК до истинной суммарной степени деформации  $\Sigma \Delta \varepsilon$  ~ 3,5 проводили при температуре 490°С. Скорость деформации автоматически поддерживалась постоянной и составляла  $3 \cdot 10^{-4}$ с<sup>-1</sup>. При ВК образцы деформировали вдоль каждой оси сжатия (т.е. *x*, *y* и *z*) со степенью деформации ~ 0,7. Для фиксирования структурных изменений, происходящих во время деформации, использовали специальное приспособление, обеспечивающее «быстрое» охлаждение образцов в воде после каждого сжатия.

Микроструктуру деформированных образцов исследовали с помощью микроскопа Olympus-PME3. Анализ (суб)зеренных разориентаций методом обратного рассеяния электронов (EBSD анализ) проводили при использовании сканирующего электронного микроскопа Hitachi-3500A. Для исследования деформационного рельефа использовали образцы с полированной боковой поверхностью Z, параллельной оси сжатия. Их нагружали вдоль оси x с  $\varepsilon = 0,16$ ; а также последовательно вдоль оси x ( $\varepsilon = 0,16$ ) и после поворота образца на 90° – вдоль оси y ( $\varepsilon = 0,16$ ), в результате суммарная степень деформации составила  $\Sigma \Delta \varepsilon \sim 0,32$ . Изучение рельефа проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi-S430FE SEM.

#### 3. Результаты экспериментов

**3.1 Механическое поведение.** Типичные кривые напряжение течения – деформация, полученные при осадке и ВК сплава 7475 представлены на рис. 2. Для случая ВК кривые, полученные при каждом последовательной операции сжатия, были интегрированы в одну кривую и представлены в виде зависимости напряжений течения от накопленной деформации.

Видно, что кривая σ-ε при одноосном сжатии демонстрирует пик напряжений течения сразу после достижения предела текучести с последующим значительным разупрочнением материала. Далее после степени деформации ~ 0,6 - 0,7 достигается стабильная стадия напряжений течения. Напротив, кривая напряжениедеформация при ВК показывает более существенное разупрочнение материала и меньшие напряжения течения при больших степенях деформации. При этом стабильная стадия напряжений течения достигается при степени деформации ~ 3. Другими словами, переход от одноосной осадки к ВК приводит к более значимому снижению напряжений течения при больших степенях деформации.

Следует также отметить на рис. 2, что напряжения течения в начале каждого последующего прохода ВК были приблизительно равны напряжениям течения непосредственно перед разгрузкой материала в предыдущем проходе. Это позволяет предположить, что какие-либо процессы разупрочнения, связанные с протеканием в материале статического возврата, либо статической рекристаллизации, не развивались интенсивно при перенагревах образцов между проходами ВК. Соответственно при ВК, как и в случае одноосного сжатия, основное влияние на формирование структуры оказывали дина-



500 мкм

**Рис.1.** Исходная структура сплава Al 7475. ОС показывает направление оси слитка.



**Рис.2.** Кривые напряжения течения – деформация сплава Al 7475 после одноосной осадки и BK.



**Рис.3.** Типичная микроструктура, формирующаяся в сплаве Al 7475 в процессе (а) одноосной осадки до  $\varepsilon \sim 1,9$ ; (б) ВК до  $\Sigma \Delta \varepsilon \sim 2,1$ ; (в) ВК до  $\Sigma \Delta \varepsilon \sim 3,5$ . Здесь и далее СА по-казывает направление оси последнего сжатия.

мические процессы, протекающие во время пластической деформации.

3.2 Микроструктура, формирующаяся (а) при одноосном сжатии до ε ~ 1,9; (б) ВК до ΣΔε ~ 2,1; и (в) ВК до ΣΔε ~ 3,5, приведена на рис. 3. Темные области на рис. 3 соответствуют мелким рекристаллизованным зернам в структуре материала, тогда как светлые области - фрагментам крупных исходных зерен, не подвергшихся измельчению. Видно, что измельчение зерен имеет место во время высокотемпературной деформации данного сплава. При этом при одноосном сжатии до относительно высокой степени деформации 1,9 новые зерна со средним размером ~ 5,5 - 6 мкм формируются преимущественно вблизи исходных границ зерен и их объемная доля во всем образце составляет ~ 20% (рис. 3(a)). При ВК при достижении близких величин степени накопленной деформации ~ 2,1 области новых зерен размером ~ 6 - 7 мкм формируются более гомогенно и занимают ~ 60% от общего объема материала (рис. 3 (б)). Следует отметить, что при дальнейшем увеличении степени деформации до ~ 3,5 ВК ведет к формированию практически полностью рекристаллизованной мелкозернистой структуры (рис. 3(в)).

Рис. 4 представляет зависимости удельного объема мелких зерен, V<sub>rex</sub>, от степени деформации для двух выбранных схем обработки материала. Следует отметить, что изменение схемы обработки от одноосного



**Рис.4.** Зависимость удельного объема мелких зерен, формирующихся при одноосной осадке и ВК, от степени деформации .

сжатия к ВК с Δε=0,7 значительно ускоряет кинетику формирования новых зерен. Вместе с тем, как было отмечено выше, указанное изменение деформационного пути оказывает слабое влияние на размер формирующихся зерен, который, по-видимому, в большей мере зависит от температурно-скоростных условий деформации [8].

#### 4.Обсуждение результатов

4.1. Разупрочнение материала при ВК. Полученные результаты показывают, что ВК приводит к существенному измельчению зеренной структуры сплава, сопровождаемому его разупрочнением. Механизм разупрочнения во время высокотемпературной осадки данного сплава рассматривался в деталях в работе [7]. Было показано, что деформационное разупрочнение при температуре ~ 0,8Т<sub>пл</sub> напрямую связано с активизацией зернограничного проскальзывания (ЗГП), которое протекает даже в исходной пластинчатой структуре на начальных стадиях деформации и далее его вклад в общую деформацию увеличивается по мере формирования мелкозернистой структуры. Дополнительное разупрочнение в процессе ВК (рис. 2) может быть связано, поэтому, с интенсивным формированием регионов новых мелких зерен и постепенной локализацией в этих регионах пластического течения. В этой связи следует отметить на рис. 2, 3 и 4, что соотношения σ - ε, полученные для свободной осадки и ВК, коррелируют с зависимостями V<sub>rex</sub> от ε. Другими словами, более значимое увеличение V<sub>гех</sub> в процессе ВК, по сравнению с одноосным сжатием, может вызывать большее снижение напряжений течения при больших степенях деформации (рис. 2). Влияние схемы ВК на формирование мелкозернистой структуры будет дискутироваться ниже в деталях.

**4.2. Процесс измельчения зерен** в данном сплаве при высокотемпературной деформации непосредственно связан с протеканием непрерывных реакций, сходных по типу с непрерывной динамической рекристаллизацией [7]. Рис. 5 демонстрирует типичный деформационный рельеф, формирующийся на полированной поверхности образцов (а, б) при одноосном сжатии до степени деформации ~ 0,16 и (с) при повторном нагружении до той же самой степени деформации ~ 0,16 при изменении направления оси сжатия на 90° (т.е. ΣΔε=0,32). Видно, что деформация крупнозернистого сплава даже на началь-



**Рис.5.** Рельеф, формирующийся при деформации сжатием (a, б) вдоль оси x до ε = 0,16 и (в) последовательно вдоль осей x и y до ΣΔε = 0,32; (б) представляет увеличенное фото участка, отмеченного на (а).

ных стадиях пластического течения вызывает интенсивное формирование дислокационных субграниц, или так называемых деформационных полос, что обуславливает фрагментацию исходных зерен. Новые зерна в процессе деформации формируются на месте фрагментов, т.е. участков исходных зерен, «отсеченных» границами деформационных полос [7]. Следует отметить [5,7], что процессы динамического возврата, интенсивно протекающие при высоких температурах, обуславливают быстрое преобразование границ деформационных полос в плоские интеркристаллитные границы со средне- и высокоугловой разориентировкой ( $5^{\circ} \le \Theta \le 15^{\circ}$  и  $\Theta \ge 15^{\circ}$ ) (рис. 6(a)). Количество и разориентировка таких деформационно-индуцированных границ увеличивается с увеличением степени деформации, приводя к их постепенной трансформации в высокоугловые границы и, в конечном итоге, формированию мелкозернистой структуры (рис. 6(б, в)).

**4.3.** Влияние деформационного пути на формирование мелкозернистой структуры. Анализ данных, представленных в [5, 7], показывает, что описанный выше структурный механизм, связанный с эволюцией деформационных полос, может быть ответственным за формирование новых зерен как при одноосном сжатии, так и при ВК. Однако реализация указанных схем обработки приводит к различному микроструктурному поведению материала (рис. 3). А именно, при приблизительно одной и той же накопленной степени деформации ~ 2 объемная доля новых зерен в процессе одноосного сжатия стабилизируется при величине ~ 20%, тогда как при ВК она достигает ~ 60% и продолжает непрерывно

возрастать при увеличении степени деформации (рис. 4). Такое влияние схемы деформации на эволюцию микроструктуры может обсуждаться, как следующее.

На рис. 7 представлены типичные микрофотографии структуры сплава 7475, формирующейся при (а) осадке до  $\varepsilon = 1,9$  и (б) ВК до  $\Sigma \Delta \varepsilon = 2,1$ , полученные при использовании поляризационной оптической микроскопии [5]. Видно на рис. 7(а), что после осадки в теле нерекристаллизованных зерен содержится большое количество деформационных полос, границы которых преимущественно ориентированы под прямым углом к оси сжатия, СА. Можно предположить, что если во время пластического течения имеет место формирование деформационных полос, располагающихся параллельно друг относительно друга в пределах каждого зерна (рис. 5(а, б)), то после больших степеней деформации эволюция указанных полос может привести к образованию преимущественно двумерных планарных микроструктур, как схематично показано на рис. 8(a). В условиях постоянства деформационного пути при одноосном сжатии данные микроструктуры стремятся ориентироваться перпендикулярно приложенной нагрузке, и расстояние между их границами уменьшается с увеличением степени деформации. Отметим, что структуры такого типа могут формироваться после больших степеней холодной или теплой прокатки [10,11], а также кручения под высоким приложенным давлением [12]. При этом в данном сплаве фрагментация исходных зерен и последующее формирование мелкозернистой структуры становятся возможными только вблизи исходных высокоугловых границ, где повышенный уровень напряжений и связанные с



**Рис.6.** Типичные EBSD карты микроструктур, формирующихся при (а) одноосном сжатии до ε= 0,7; (б) ВК до ΣΔε =2,1; межкристаллитные границы с мало- (2°≤Θ<5°), средне- (5°≤Θ<15°) и высокоугловой (Θ≥15°) разориентировкой показаны белыми, серыми и черными линиями, соответственно; (в) показывает изменение кристаллографической ориентировки вдоль линии Т, представленной на (б).



**Рис.7.** Микроструктура, формирующаяся при (а) одноосном сжатии с  $\varepsilon$ = 1,9 и (б) после трех проходов ВК с суммарной степенью деформации  $\Sigma \Delta \varepsilon$  = 2,1; поляризационная оптическая микроскопия.



**Рис.8**. Схематичные представления для формирования микроструктур в процессе деформации сжатием: (а) одноосное сжатие; (б) двуосное сжатие; (в) ВК [9].

ними локальные искажения решетки [13] способствуют, по-видимому, более легкому развитию деформационных полос в различных направлениях (см. рис. 6(a) и 7(a)).

Изменение деформационного пути при ВК, вызванное периодическим изменением направления оси приложения нагрузки при переходе от одного цикла сжатия к другому, напротив, обеспечивает развитие деформационных полос в различных направлениях (рис. 5(в) и 7(б)). Увеличение плотности полос в процессе пластического течения и их взаимное пересечение приводят к непрерывной фрагментации исходных зерен (рис. 8(б, в)). Одновременно происходит формирование новых кристаллитов на месте участков, фрагментированных границами полос (рис. 6(б)). При этом, как видно на рис. 3(б, в), новые мелкие зерна формируются не только вблизи исходных высокоугловых границ, а также и в теле исходных зерен, что обеспечивает более гомогенное образование мелкозернистой структуры и значительно увеличивает удельный объем мелких зерен. Соответственно, деформационный путь при ВК может контролировать структурные изменения при высокотемпературной деформации и быть важным для измельчения зеренной структуры сплава.

#### Заключение

Проведено сравнительное исследование механического поведения и эволюции структуры в литом крупнозернистом алюминиевом сплаве 7475, подвергнутом одноосному сжатию и ВК при температуре 490°С и скорости деформации ~ 10<sup>-4</sup> с<sup>-1</sup>. Были получены следующие основные результаты.

1. При одноосном сжатии после достижения предела текучести кривая σ-ε демонстрирует пик напряжений течения с последующим разупрочнением материала. Стабильная стадия напряжений течения достигается после степени деформации ~ 0,6 - 0,7. ВК приводит к более значимому снижению напряжений течения и их стабилизации при степенях деформации ~ 3.

2. Как одноосное сжатие, так и ВК приводят к формированию мелкозернистой структуры в процессе деформации. Новые зерна размером 5-7 мкм формируются в результате фрагментации исходных зерен при развитии деформационных полос с последующей трансформацией границ деформационных полос в высокоугловые границы.

3. Реализация указанных схем обработки приводит к различному микроструктурному поведению материала. В процессе одноосной осадки деформационные полосы развиваются преимущественно параллельно друг относительно друга в пределах каждого зерна и при увеличении степени деформации ориентируются в направлении, перпендикулярном приложенной нагрузке. Фрагментация исходных зерен при этом имеет место только вблизи исходных высокоугловых границ.

4. Изменение деформационного пути при ВК обеспечивает развитие деформационных полос в различных направлениях и приводит к непрерывной фрагментации исходных зерен. При приблизительно одной и той же степени деформации ~ 2 объемная доля новых зерен в процессе одноосного сжатия стабилизируется при величине ~ 20%, тогда как при ВК она достигает ~ 60% и продолжает непрерывно возрастать до ~ 85% при увеличении степени деформации до 3,5.

#### Литература

- 1. F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris. Phil. Trans. R. Soc.London A. **357**, 1663 (1999).
- 2. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. Progr. Mater.

Sci. 45, 103 (2000).

- R.M. Imaev, G.A. Salishchev, O.N. Senkov, V.M. Imayev, M.R. Shagiev, N.K. Gabdullin, A.V. Kuznetsov, F.H. Froes. Mater Sci Eng. A. 300, 263 (2001).
- A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov. Nanostructured Materials. In: Handbook of Nanoscience, Engineering, and Technology, ed. by Goddard W., Brenner D., Lyshevski S., Iafrate G., CRC Press (2003) Chapter 22, P. 1
- O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura, R. Kaibyshev. Philosophical Magazine. 85, 1159 (2005).
- 6. М.В. Маркушев. Письма о материалах (1), 36 (2011).
- 7. R. Kaibyshev, O. Sitdikov, A. Goloborodko, T. Sakai. Mater. Sci. Eng. **344**, 348 (2003).
- 8. F.J. Humphreys, M. Hatherly. Recrystallization and Related

Annealing Phenomena, Elsevier, 2004. 628 pp.

- 9. T. Sakai: Bulletin of ISIJ **8**, 115 (2003)
- B. Bay, N. Hansen, D.A. Hughes, D. Kuhlmann-Wilsdorf. Acta Met. Mater. 40, 205 (1992).
- 11. P.J. Hurley, F.J. Humphreys. Acta Mater. 51, 1087 (2003).
- X. Huang, G. Winther, N. Hansen, T. Hebesberger, A. Vorhauer, R. Pippan, M. Zehetbauer. Mater. Sci. Forum 426–432, 2819 (2003).
- A. Belyakov, W. Gao, H. Miura, T. Sakai. Metall. Mat. Trans. A. 29, 2957 (1998).