

Формирование мелкозернистой структуры в процессе высокотемпературной интенсивной деформации высокопрочного алюминиевого сплава (обзор)

О.Ш. Ситдигов

sitdikov@nm.ru

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

Представлен обзор работ автора, посвященных исследованию особенностей пластического течения и «непрерывной» динамической рекристаллизации, развивающихся в исходно литом высокопрочном алюминиевом сплаве 7475 системы Al-Zn-Mg-Cu, в процессе всестороннейковки, проводимой до степеней деформации ~ 9 при температурах 250—490 °C ($\sim 0,5—0,85T_{пл}$) и скорости деформации $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. В области температур 250—400 °C при относительно небольших степенях деформации, пластическое течение характеризуется кажущимся показателем степени при напряжениях течения, $n \sim 9$, основным механизмом деформации является внутризеренное скольжение, контролируемое динамическим возвратом. Механизм измельчения зерен непосредственно связан с формированием деформационных полос, таких как геометрически необходимые границы и/или полосы микросдвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментируют исходные зерна. С повышением степени деформации постепенное увеличение количества полос и разориентировки их границ ведут к трансформации последних в высокоугловые границы и образованию на месте полос мелкозернистой структуры. Кинетика формирования новых зерен значительно ускоряется с ростом температуры всестороннейковки. При 490 °C, при $n \sim 3$, важную роль в формировании мелкозернистой структуры начинает играть зернограницное проскальзывание. Оно развивается неоднородно в крупнозернистой микроструктуре сплава, что вызывает локализацию пластического течения и формирование полос микросдвига уже на начальных стадиях деформации. Зернограницное проскальзывание также обеспечивает быстрое увеличение разориентировки деформационно-индуцированных субграниц в процессе деформации и их трансформацию в новые высокоугловые границы. Механизмы формирования новых зерен при различных температурах всестороннейковки обсуждаются в работе в деталях.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, высокотемпературная всесторонняяковка, деформационные полосы, непрерывная динамическая рекристаллизация

Formation of fine-grained structure during high-temperature severe plastic deformation of high-strength aluminum alloy (overview)

O. S. Sitdikov

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

An overview of the author's works devoted to the study of features of plastic flow and «continuous» dynamic recrystallization, occurring in the as-cast high strength aluminum alloy 7475 (Al — Zn — Mg — Cu system) during multidirectional forging, carried out up to strain of ~ 9 at the temperatures of 250—490 °C ($\sim 0.5—0.85T_m$) and the strain rate $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, is represented. At the temperatures 250—400 °C and relatively low strains, the plastic flow is characterized by the apparent value of the stress exponent $n \sim 9$, the main mechanism of the plastic deformation is dislocation gliding, controlled by dynamic recovery. The mechanism of grain refinement is related to formation of deformation bands, such as geometrically necessary boundaries and/or microshear bands, which develop in various directions and subdivide original grains. With increasing strain, the gradual increase in the number and misorientation of the band boundaries result in transformation of the latter to high-angle boundaries and evolution of fine-grained structure in the place of bands. The kinetics of the new grain formation is accelerated significantly with increasing the temperature of multidirectional forging. At 490 °C, when $n \sim 3$, grain boundary sliding starts to play an important role in grain refinement. It occurs non-uniformly in a coarse-grained microstructure, thereby causing the localization of plastic flow and formation of microshear bands even in the early stage of deformation. The grain boundary sliding provides also the rapid increase in misorientation of deformation-induced subboundaries during deformation and their transformation to new high-angle boundaries. The mechanisms of new grain formation at various temperatures of multidirectional forging are discussed in detail.

Keywords: aluminum alloy, high temperature multidirectional forging, deformation bands, continuous dynamic recrystallization

1. Введение

Исследование процессов измельчения зерен при термомеханической обработке металлов и сплавов имеет большое теоретическое и практическое значение, т.к. мелкозернистые материалы характеризуются повышенным комплексом физических и механических свойств [1,2]. Формирование новой мелкозернистой структуры в процессе пластической деформации твердых тел связывают с развитием динамической рекристаллизации (ДР) [2].

Основные характеристики процессов ДР, протекающей во время теплой или горячей деформации ($T \geq 0,5T_{пл}$, где $T_{пл}$ — температура плавления) материалов с низкой и средней энергией дефектов упаковки (ЭДУ), например, в Cu и Ni сплавах, γ -Fe и др., достаточно хорошо изучены и описаны в литературе [2—6]. Согласно классической схеме [6] (табл.1), основным механизмом «совершенствования» структуры в этих материалах при высоких температурах является «прерывистая» ДР. Она начинает развиваться при достижении критической степени деформации, ϵ_c , и включает зарождение новых зерен (например, на границах исходных зерен) и их последующий значительный рост за счет миграции границ в сторону деформированной матрицы [2]. Отметим, что данный тип ДР в значительной мере отличается от «непрерывной» ДР, при которой зародыши рекристаллизации, формирующиеся в объеме деформированного материала, трансформируются в новые зерна *без их существенного роста* [2,6,7—10].

Измельчение зерен наблюдается и при деформации в области низких и средних температур (т.е. при $T < 0,5T_{пл}$) и протекает в материалах как с высокой (Al, Mg сплавы, α -Fe), так и с низкой ЭДУ (табл.1). Однако при этих температурах требуется значительно большая ϵ_c для инициации ДР. Поэтому, было трудно обеспечить формирование новой зеренной структуры «традиционными» методами обработки, такими как растяжение, сжатие, прокатка и т.д. Напротив, значительного измельчения зерен достигали методами, так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД), такими как равноканальное угловое прессование (РКУП), всесторонняя ковка (ВК), кручение под высоким давлением (КВД) и др., позволяющими «вносить» в материал значительные деформации при сохранении его формы и размеров [1,11]. Основным механизмом формирования микроструктуры при этом был сходен с «непрерывной» ДР. В литературе сообщалось о фрагментации исходных зерен при относительно больших степенях деформации ($\epsilon \sim \epsilon_c$) за счет формирования субграниц [11] или деформационных полос, таких как, геометрически необходимые границы [12], границы полос микросдвига [13—15] и др., с последующей их трансформацией в высокоугловые границы. С ростом $\epsilon \gg \epsilon_c$ этот процесс охватывал весь объем материала, приводя к формированию (ультра)мелкозернистых структур [11—15]. При этом кинетика структурных изменений контролировалась скоростью динамического возврата (ДВ), определяющего скорость перестройки дислокационных структур в процессе деформации [2,11,14].

Повышение температуры деформации (т.е. ускоре-

Таблица 1. Схематическое представление о процессах ДВ и ДР, протекающих в материалах [6]

Table 1. Schematic representation for DRV and DRX, occurring in materials [6]

SFE	Low and moderate	High
1	«Discontinuous» DRX (e.g. observed in «conventional» hot deformation)	DRV, «Continuous» DRX (e.g. observed in high temperature torsion testing and superplasticity)
0,5	DRV, «Continuous» DRX (e.g. occur at high strains upon ECAP, MDF, HPT, ARB etc.)	
0		

ние термоактивационных процессов), «накладываемое» на предложенную в табл.1 картину структурных изменений, обеспечивало для материалов с низкой и средней ЭДУ *вполне ожидаемый* переход от «непрерывного» к «прерывистому» процессу ДР (или от «ДВ» к «ДР», закономерности которого хорошо известны из классических работ [2—6]). Однако для материалов с высокой ЭДУ указанный переход остается неясным. С одной стороны, в работах, в основном выполненных при использовании «традиционных» методов деформации, сообщалось, что повышение T приводит к интенсивному развитию ДВ; это эффективно снижает накопленную энергию деформации и, тем самым, подавляет ДР. Структурные изменения при этом связывали с формированием *динамически равновесной субзеренной структуры* [5,16]. С другой стороны, измельчение зерен в соответствии с «непрерывным» механизмом ДР, наблюдали, например, при сверхпластической деформации некоторых предварительно деформированных Al сплавов [7—9], либо при испытаниях на кручение Al сплавов и некоторых сталей [8,10]. Кроме того, формирование мелкозернистой структуры отмечалось и при использовании схем ИПД при $T > 0,5T_{пл}$. Таким образом, в отличие от материалов с низкой и средней ЭДУ, для металлов и сплавов с высокой ЭДУ можно предположить, что переход в область высокотемпературной деформации не изменяет основной тип ДР, которая осуществляется по «непрерывному» механизму [2,7—10] (табл.1). Вместе с тем факторы, оказывающие влияние на измельчение зерен и механизмы формирования ДР структуры остаются во многом неизученными, что не позволяет построить целостную картину структурных изменений.

Целью настоящей работы является обзор текущих работ автора и его коллег [17—22], посвященных анализу структурных изменений и механизмов формирования мелкозернистой структуры в исходно литом высокопрочном алюминиевом сплаве 7475, подвергнутом высокотемпературной ИПД. Для постановки системных исследований, деформацию сплава проводили до больших степеней деформации в широкой области температур ($T \sim 0,5—0,85T_{пл}$) в сочетании с детальным изучением эволюции структуры.

2. Материал и методика исследований

Алюминиевый сплав 7475 (% 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 отлит методом полунепрерывного литья и гомогенизирован при 490 °C, 20 ч. Чтобы получить крупные выделения основных упрочняющих фаз и минимальную концентрацию твердого раствора, сплав гетерогенизировали при 410 °C, 12 ч. После термообработки сплав имел пластинчатую зеренную структуру с преимущественной ориентировкой пластин параллельно продольной оси слитка. 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_3Cr и Al_3Zr средним размером 100 и 20 нм, соответственно, были идентифицированы просвечивающей электронной микроскопией [17,20].

Образцы в форме параллелепипеда с осями X, Y и Z вырезали так, что первая ось сжатия при ВК (X) была параллельна продольной оси слитка. ВК до истинных логарифмических суммарных степеней деформации $\Sigma\Delta\epsilon \sim 9$ проводили при постоянной скорости $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ в интервале $T = 250-490$ °C. Образцы деформировали на сжатие последовательно вдоль каждой оси (т.е. $X \rightarrow Y \rightarrow Z \rightarrow \dots$) со степенью деформации за проход $\Delta\epsilon \sim 0,4$ или 0,7. Микроструктуру исследовали в центральной части деформированных образцов методами оптической металлографии, сканирующей электронной микроскопии (при использовании методов обратного рассеяния электронов (EBSD анализ) и топографических исследований), а также просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

3. Результаты и обсуждение экспериментов

Механическое поведение материала. Серия кривых напряжение течения — деформация для 10 проходов ВК в интервале $T = 250-490$ °C, представлена на рис.1 [18,19]. На всех кривых сразу после начала пластической деформации наблюдается острый пик напряжений течения, последующее разупрочнение и квазистабильная стадия пластического течения. При $T = 250-300$ °C снижение напряжений осуществляется до $\Sigma\Delta\epsilon \sim 2,5$, в то время, как при $T > 300$ °C падение напряжений происходит до $\Sigma\Delta\epsilon \sim 5$. Влияние температуры деформации на относительную величину разупрочнения $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$, где $\Delta\sigma$ — разность между пиковым напряжением течения, σ_p , и напряжением течения на установившейся стадии, σ_{ss} , представлена на рис.2 [18,19]. Видно, что $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$ слабо увеличивается с $\sim 0,25$ до $\sim 0,45$ с ростом T в интервале 250—400 °C. Однако при дальнейшем повышении температуры ВК до 490 °C величина $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$ достигает $\sim 1,9$. Такая разница в поведении материала может возникать из-за различия механизмов деформации, действующих при различных температурах ВК [19—21].

Чтобы подтвердить данное предположение, на рис.3 [21] приводится зависимость σ_{ss} при $\epsilon \sim 1,4$ для одноосного сжатия и $\Sigma\Delta\epsilon \sim 6$ для ВК сплава 7475 от параметра Зинера — Холломо-на, Z [2]: $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$, где R — универсальная газовая посто-

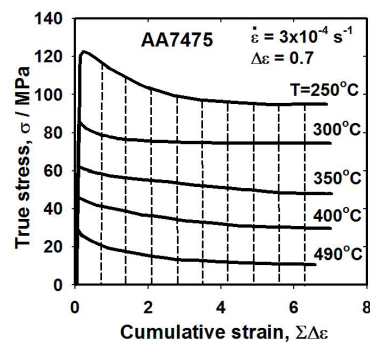


Рис. 1. Кривые напряжение — деформация, полученные при ВК сплава 7475 в интервале 250-490 °C, $\Delta\epsilon = 0,7$ [18,19].

Fig. 1. Stress — strain curves obtained during MDF of AA 7475 in the temperature interval 250-490 °C, $\Delta\epsilon = 0,7$ [18,19].

янная, Q — энергия активации деформации, которая была принята равной энергии активации объемной самодиффузии для Al, 142 кДж/моль [2]. В соответствии с рис.3, показатель степени n при напряжениях течения в зависимости: $\dot{\epsilon} = \sigma_{ss}^n \exp(-Q/RT)$ уменьшается с $\sim 9,4$ до $\sim 3,4$ при $Z \sim 3 \times 10^7 \text{ c}^{-1}$ ($T \sim 400$ °C; $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$) для одноосного сжатия и $Z \sim 10^9 \text{ c}^{-1}$ ($T \sim 320$ °C; $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$) для ВК. Таким образом, вся исследованная область температур и степеней деформации может быть разделена на два домена [19,21]. В области относительно низких $T = 250-400$ °C и небольших $\epsilon \sim 1,4$, где $n \sim 9$, основным механизмом деформации может являться внутризеренное скольжение, контролируемое ДВ, тогда как при больших ϵ и/или при более высоких $T > 400$ °C, где $n \sim 3$, значительный вклад в процесс пластического течения может вносить зернограничное проскальзывание (ЗГП) [19].

Указанная разница в деформационном поведении определяет разницу и в процессах структурообразования [19,20]. Особенности формирования структуры во время ВК в выделенных температурных интервалах рассматриваются в следующих разделах.

Формирование микроструктуры при температурах 250–400 °C. EBSD карты типичных микроструктур, полученные после деформации образцов на разную степень при 250 °C, представлены на рис.4а,б [18]. На данном рисунке (как и далее на всех приведенных EBSD картах) различные оттенки серого показывают разницу в

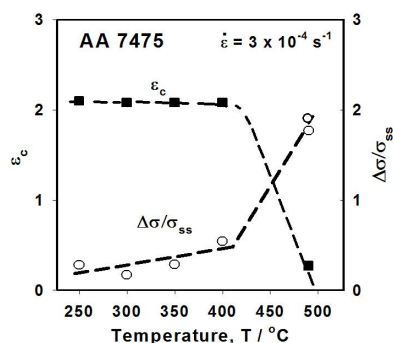


Рис. 2. Температурная зависимость $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$ и ϵ_c для сплава 7475, $\Delta\epsilon = 0,7$ [18,19].

Fig. 2. Temperature dependence of $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$ and ϵ_c for AA 7475, $\Delta\epsilon = 0,7$ [18,19].

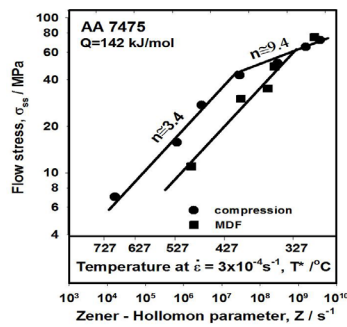


Рис. 3. Зависимость напряжений течения σ_{ss} от параметра Z , построенная для ВК и одноосного сжатия сплава 7475 [21].

Fig. 3. Dependence of the flow stress σ_{ss} on Z parameter, plotted for MDF and uniaxial compression of AA 7475 [21].

кристаллографической ориентировке, θ , а межкристаллитные границы с $\theta > 2^\circ$, $> 5^\circ$ и $> 15^\circ$ маркированы тонкими белыми, тонкими черными и толстыми черными линиями, соответственно. Рис.4с,d показывает распределение разориентировок между соседними точками, $\Delta\theta$, и по отношению к начальной точке, $\Sigma\theta$, вдоль линий T_1 и T_2 , указанных на рис.4а,b. При $\Sigma\Delta\epsilon=2,1$ (рис.4а) новые дислокационные границы формируются внутри исходных зерен. Как видно на рис.4с, $\Delta\theta$ для этих границ не превышает $\sim 3-5^\circ$ и кристаллическая ориентировка характеризуется непрерывным и слабым (до 5° на расстоянии более $50 \mu\text{m}$) увеличением $\Sigma\theta$. Данные ПЭМ при этой степени деформации (рис.5а) свидетельствуют об образовании близкой к равновесной субзеренной структуры с размером субзерен $\sim 1,5-2 \mu\text{m}$. Результаты показывают, что при $\Sigma\Delta\epsilon \leq 2,1$ главным образом формируется динамически равновесная ячеистая/субзеренная структура.

При увеличении $\Sigma\Delta\epsilon > 2,1$, в теле исходных зерен и вблизи их границ, наряду с субзеренными границами, наблюдаются деформационные полосы со средне- и высокоугловой разориентировкой, а также полосы, содержащие новые мелкие зерна (рис.4b). Как видно на рис.4d, $\Delta\theta$ на границах деформационных полос возрастает от 5° до $\geq 20^\circ$. При этом $\Sigma\theta$ «ступенчато» изменяется на таких границах в пределах $5-10^\circ$, что свидетельствует о жестких локальных ротациях решетки внутри деформационных полос. По характеру вносимых структурных изменений последние могут рассматриваться как полосы микросдвига [13] (или S-полосы [12]), особенности эволюции которых при холодной и теплой деформации

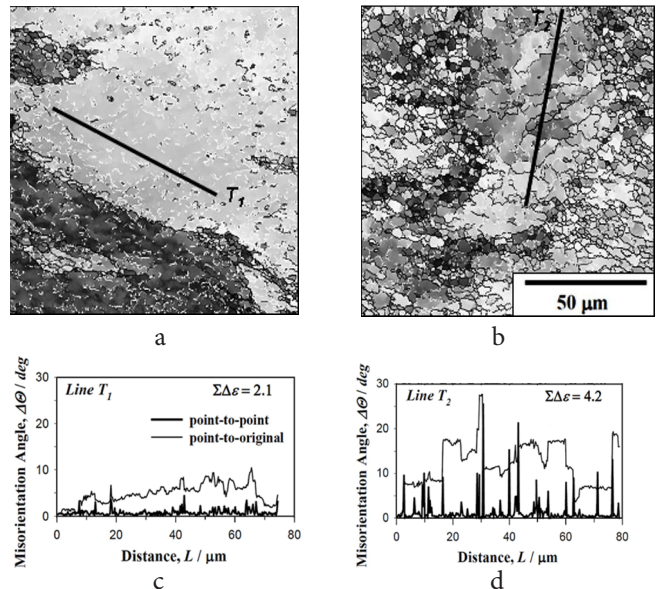


Рис. 4. EBSD карты типичных микроструктур (а,b) и распределение разориентировок $\Delta\theta$ и $\Sigma\theta$ (с,d) вдоль линий T , указанных на (а,b); $\Sigma\Delta\epsilon=2,1$ (а); $4,2$ (b), $T=250^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0,7$ [18]. Здесь и далее последняя ось сжатия при ВК – вертикальна.

Fig. 4. (a,b) Typical EBSD maps and distribution of misorientations $\Delta\theta$ and $\Sigma\theta$ (c,d) along the lines T indicated in (a,b); $\Sigma\Delta\epsilon=2.1$ (a); 4.2 (b), $T=250^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0.7$ [18]. Hereafter, the last compression axis in MDF is vertical.

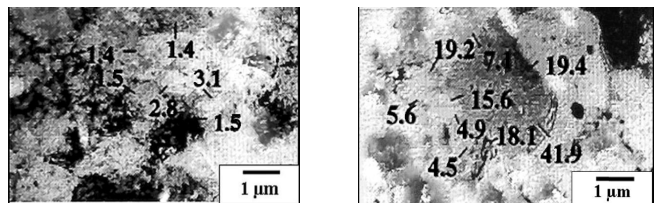


Рис. 5. Тонкая структура, формирующаяся при $\Sigma\Delta\epsilon = 2,1$ (а); и $6,3$ (b), $T=250^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0,7$.

Fig.5. TEM structure formed at $\Sigma\Delta\epsilon = 2.1$ (a); and 6.3 (b), $T=250^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0.7$.

с $\epsilon \geq 2,5$ достаточно хорошо описаны для некоторых материалов с кубической решеткой [12–15]. Повышение температуры деформации сплава 7475 в интервале $250-400^\circ\text{C}$ не приводит к качественному изменению процессов структурообразования [19]. Так, фрагментация исходных зерен, содержащих ячейки/субзерна, за счет

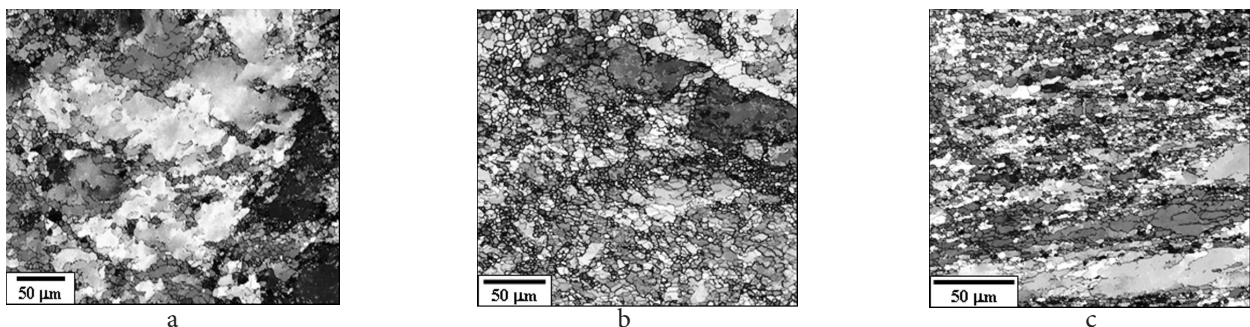


Рис. 6. EBSD карты типичных микроструктур, формирующихся при $\Sigma\Delta\epsilon=2,8$ (а); $4,9$ (b); и $7,0$ (с), $T=300^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0,7$

Fig. 6. Typical EBSD maps developed at $\Sigma\Delta\epsilon=2.8$ (a); 4.9 (b); and 7.0 (c), $T=300^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0.7$.

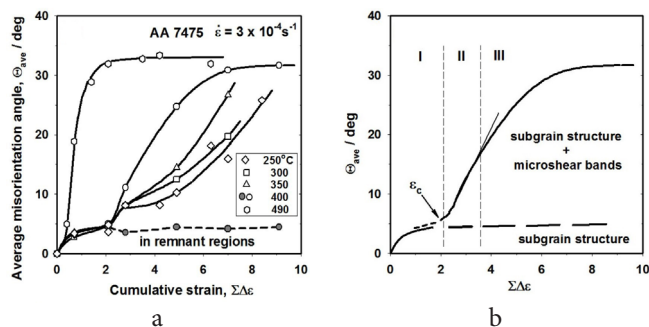


Рис. 7. Изменение θ_{ave} при ВК сплава 7475 при различных температурах, $\Delta\epsilon=0,7$ [18,19] (а). Схема изменения θ_{ave} от $\Sigma\Delta\epsilon$ (б).

Fig. 7. Changes in the θ_{ave} in AA 7475 with MDF at various temperatures, $\Delta\epsilon=0,7$ [18,19] (a). Schematic representation for θ_{ave} change vs strain (b).

формирования пересекающихся полос микросдвига и, связанное с этим образование новых мелких зерен, наблюдались также при $T = 300\text{--}400^\circ\text{C}$ (рис. 6).

Влияние T и $\Sigma\Delta\epsilon$ на изменение среднего угла разориентировки границ, θ_{ave} , представлено на рис. 7а (сплошные линии) [18,19]. При $250\text{--}400^\circ\text{C}$ θ_{ave} увеличивается при первом проходе ВК до $\sim 3\text{--}5^\circ$ и затем эта величина не изменяется до $\Sigma\Delta\epsilon \sim 2,1$. При дальнейшей ковке θ_{ave} вновь начинает увеличиваться и достигает $\sim 25^\circ$ при 250°C и $\Sigma\Delta\epsilon \sim 8,4$; и $\sim 32^\circ$ при 400°C и $\Sigma\Delta\epsilon \sim 9,1$. Для более детального анализа процессов структурообразования, в [19] были проведены «прицельные» измерения разориентировки деформационно-индуцированных границ в участках между деформационными полосами, а при больших $\Sigma\Delta\epsilon$ – во всех не измельченных («остаточных») фрагментах исходных зерен, присутствующих в мелкозернистой матрице (рис. 6б). На рис. 7а штриховой линией показана зависимость разориентировки таких границ от $\Sigma\Delta\epsilon$ при 400°C . Видно, что при всех степенях деформации углы разориентировки субграниц внутри данных фрагментов не изменяются и составляют $\theta \sim 5^\circ$. Аналогичные данные были получены и при других температурах.

Значения θ , измеренные внутри «остаточных» зерен, могут соответствовать малоугловым границам в развивающейся ячеистой/субзеренной структуре [2,5,16] (рис. 4а,с и 5а). Напротив, быстрый рост θ_{ave} при $\Sigma\Delta\epsilon > 2,1$, может быть обусловлен формированием полос микросдвига и увеличением разориентировки их границ, что ведет к образованию новой мелкозернистой структуры при больших $\Sigma\Delta\epsilon$ (рис. 5б,6с). Аналогичное структурное поведение наблюдалось и при холодной прокатке сплава Al-0,1%Mg [16].

В случае высокотемпературной деформации на кривой $\theta_{ave} - \Sigma\Delta\epsilon$ можно выделить три стадии (рис. 7б) [24]. На *стадии I* (инкубационный период) происходит формирование ячеистой/субзеренной структуры, в которой при дальнейшей деформации постепенно устанавливается динамическое равновесие за счет протекания ДВ. Это обеспечивает постоянство среднего размера субзерен и углов разориентировки их границ [5,16]. Отметим, что для некоторых сплавов *стадия I* может продолжаться до $\epsilon \sim 2\text{--}2,5$ (см. рис. 7а), поэтому именно субзеренная структура доминирует при «традиционной» высокотемпературной деформации материалов с высокой ЭДУ

на так называемой «установившейся стадии пластического течения» [5]. Одновременно с субзеренными границами в конце *стадии I* начинают формироваться деформационные полосы, например, полосы микросдвига (рис. 4б,6). Как и субзеренные границы, границы полос изначально имеют малоугловую разориентировку [13]. Однако в отличие от границ субзерен, которые остаются «неустойчивыми» (incidental [12]), т.е. непрерывно формируются и распадаются при деформации [16], полосы микросдвига выступают в качестве «перманентных» структурных элементов, способных значительно увеличивать разориентировку с увеличением ϵ [13–15].

Стадия II наступает после достижения *критической степени деформации*, ϵ_c (см. рис. 7б), когда средняя разориентировка границ начинает быстро увеличиваться вследствие интенсивного образования полос микросдвига и новых зерен [24]. При этом θ_{ave} возрастает как за счет формирования новых деформационных полос, так и роста углов их разориентировки. На более поздних стадиях деформации (*стадия III*) образование полос микросдвига замедляется, и рост θ_{ave} происходит в основном за счет увеличения угла разориентировки границ, сформированных при меньших ϵ . В конечном итоге это приводит к снижению скорости роста θ_{ave} и стабилизации угловых параметров формирующейся структуры при больших степенях деформации [20,24], как видно на рис. 7а при 400°C .

Отметим, что аналогично процессам, протекающим при низких температурах [16], формирование ячеистой/субзеренной структуры при повышенной температуре может быть связано с развитием относительно гомогенного (на мезоуровне) дислокационного скольжения, которое протекает на ранних стадиях пластического течения. Формирование деформационных полос/полос микросдвига является результатом локализации пластического течения, имеющей место при более высоких степенях деформации, например, из-за возникновения значительных деформационных градиентов и несовместности пластического течения в различных областях материала [2,16]. Как при низких, так и при высоких T , формирование полос микросдвига приводит к жестким ротациям кристаллической решетки и вносит значительные разориентировки в структуру материала. Было сделано заключение [17], что формирование деформационных полос/полос микросдвига может быть «мощным» структурным фактором, контролирующим деформационное и микроструктурное поведение материала с высокой ЭДУ, независимо от температуры.

Модель формирования новых зерен. Принципиальная схема формирования микроструктуры при ВК приведена на рис. 8 [15,19]. В соответствии с этой схемой, полосы микросдвига формируются внутри исходных зерен (рис. 8а). При этом ориентировка полос может изменяться при изменении направления приложения нагрузки в ходе ВК. Формирующаяся микроструктура состоит из взаимно пересекающихся полос, которые разделяют исходные зерна, на участки, содержащие ячеистую/субзеренную структуру (рис. 4—6). Важно отметить, что кристаллическая ориентировка внутри полос микросдвига значительно отличается от ориентировки прилегающих областей матрицы и изменяется скачкообразно при переходе че-

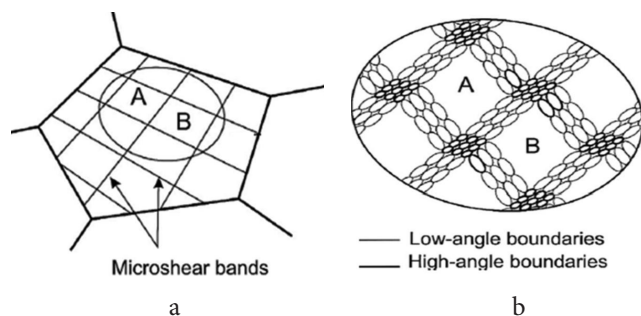


Рис. 8. Схема формирования полос микросдвига (а) с последующим формированием в полосах мелких зерен (б) [15,19].

Fig. 8. Schematic representation for the development of microshear bands (a) and subsequent formation of new fine grains in microshear bands (b) [15,19].

рез границы полос (рис.4d), в то время как ориентировка фрагментированных участков, например, А и В на рис.8, мало изменяется при микросдвиге [19]. Новые ультрамелкие зерна формируются преимущественно внутри полос микросдвига. Это происходит в результате аккомодации в них сдвиговой деформации и больших локальных разворотов решетки, возникающих при пересечении полос [25]. Из рассмотренных выше схем (рис.7b,8), описывающих эволюцию структуры, следует:

1) Необходимым условием для получения ультрамелкозернистой структуры в значительном объеме материала является формирование высокой плотности полос микросдвига [19]. Это требует достижения больших степеней деформации (рис.6с), которые чаще достигаются при ИПД.

2) Полосы микросдвига, которые образуются в различных направлениях на стадии I (рис.7b), разбивают исходные зерна на участки, ограниченные мало- и среднеугловыми границами. Постепенное увеличение количества деформационных полос и разориентировки их границ ведут к трансформации последних на стадиях II и III в высокоугловые границы и формированию на месте полос новой мелкозернистой структуры. Формирование новых зерен осуществляется, таким образом, по механизму «непрерывной» ДР [2].

3) При повышении температуры θ_{ave} в данном сплаве увеличивается, причем это имеет место, в основном, на стадии III, тогда как на стадиях I и II θ_{ave} слабо зависит от T (см. рис.7а). Следует отметить [2,4], что «непрерывная» ДР осуществляется за счет динамического зарождения и последующей трансформации зародышей *in situ* в рекристаллизованные зерна [2]. Образование зародышей на стадиях I и II происходит в результате разворотов кристаллической решетки при формировании и взаимном пересечении полос микросдвига. Это является механически-индуцированным событием, и определяется вкладом локализации пластического течения, в общую деформацию [25]. Вместе с тем, границы деформационных полос представляют собой диффузные дислокационные стенки [12], и их трансформация в более равновесные высокоугловые границы при развитии «непрерывной» ДР является термически активируемым процессом, который на стадии III контролируется ДВ. Известно [26], что скорость ДВ в сильнолегированных

сплавах Al понижается из-за взаимодействия дислокаций и межкусталлитных границ с частицами вторых фаз и атомами легирующих элементов в твердом растворе, что затрудняет образование новых зерен. Повышение T в данном случае, может обеспечить увеличение скорости ДВ и, соответственно, перестройки границ деформационных полос в равновесные границы с высокоугловой разориентировкой. Поэтому, повышение T может ускорять формирование новой зеренной структуры.

Эволюция микроструктуры при 490 °C. При 490 °C ($n \sim 3$ (рис.3)) деформация до $\epsilon \sim 0,7$ сопровождается интенсивным развитием ЗГП по исходным границам и формированием деформационных полос (рис.9). Это наглядно демонстрирует деформационный рельеф (рис.9а,б) [17,21,22]. Видно, что уже при $\epsilon \sim 0,16$ происходит смещение вдоль границ рисок-маркеров, нанесенных перед началом деформации (показано стрелками на рис.9а [17]). Установлен также факт «жесткого» разворота рисок внутри формирующихся деформационных полос (рис.9б). «Ступенчатый» характер переориентации кристаллической решетки внутри полос при таком развороте на $\sim 5-15^\circ$ является типичным для полос микросдвига (рис.4d). Согласно [17], ЗГП в исходной пластинчатой структуре протекает неоднородно вдоль различных сегментов высокоугловых границ, которые по-разному ориентированы к оси приложения нагрузки. Это может приводить к неоднородной деформации смежных областей каждого зерна. Однако необходимость обеспечения совместности деформации этих областей вызывает развитие процессов аккомодации, в частности, формирование полос микросдвига, которые фрагментируют исходные зерна уже на начальных стадиях пластического течения [17,21]. Рис.9с (поляризационная микроскопия) и d (EBSD) демонстрируют типичные микроструктуры, формирующиеся в сплаве после осадки до $\epsilon \sim 0,7$ [22]. Видно, что полосы микросдвига (рис.9с) хорошо выявляются в поляризованном свете и изменяют свою ориентировку при переходе от

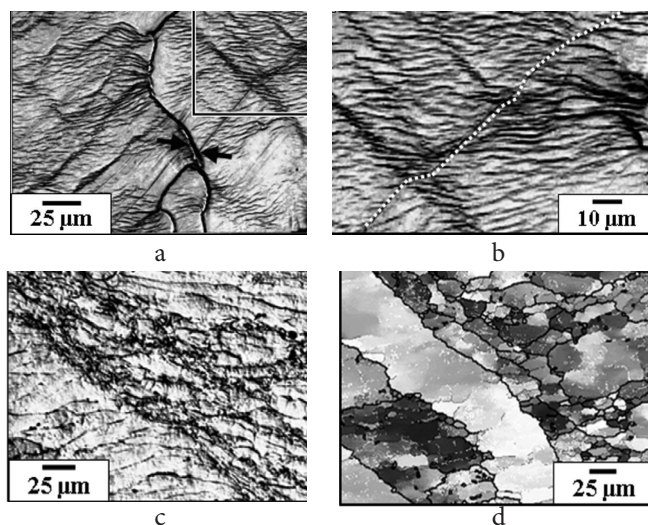


Рис. 9 Деформационный рельеф и микроструктуры, формирующиеся при $T=490^\circ\text{C}$: $\epsilon=0,16$ [17] (a,b); $\epsilon=0,7$ [22] (c,d).

Fig. 9 Deformation relief and microstructures, developed at $T=490^\circ\text{C}$: $\epsilon=0.16$ [17] (a,b); $\epsilon=0.7$ [22] (c,d).

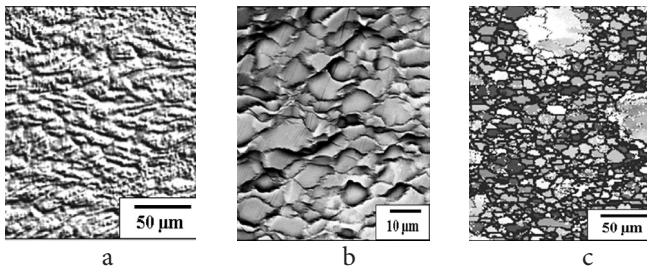


Рис. 10. Микроструктуры, формирующиеся при ВК при $\Sigma\Delta\epsilon=2,4$ (a); 2,4 [21] (b); 3,6 (c), $T=490^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0,4$.

Fig. 10. Microstructures developed by MDF at $\Sigma\Delta\epsilon=2.4$ (a); 2.4 [21] (b); 3.6 (c), $T=490^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon=0.4$.

одного зерна к другому. Плотность полос увеличивается преимущественно в областях, прилегающих к исходным границам зерен, где формируется несколько семейств таких полос, ведущих к образованию новой мелкозернистой структуры (рис.9d) [22].

ВК при переходе от одного цикла сжатия к другому обеспечивает развитие полос микросдвига в различных направлениях [17,22]. Непрерывное увеличение плотности полос приводит к фрагментации исходных зерен практически во всем объеме материала (рис.10a,b). Одновременно, судя по смещению и развороту рисок на деформационном рельефе (рис.10b), происходит *in situ* ротация фрагментированных участков в такой структуре, т.е. новые кристаллиты постепенно увеличивают разориентировку своих границ, вследствие развития вдоль них ЗГП (рис.7a). При этом, как видно на EBSD картах (рис.10c), зерна, сформированные при больших $\Sigma\Delta\epsilon$, приобретают хаотичную ориентировку.

Отметим, что при 490°C (в отличие от температур ВК $250\text{—}400^\circ\text{C}$), локализация пластического течения, наблюдаемая при значительно меньших степенях деформации, резко снижает величину ϵ_c (рис.2). Как результат, на зависимости $\theta_{ave} - \Sigma\Delta\epsilon$ (рис.7a) стадия I практически отсутствует, а две последующие стадии - II и III смещаются в сторону меньших $\Sigma\Delta\epsilon$. ЗГП обеспечивает также быстрое увеличение разориентировки деформационно-индуцированных субграниц и их трансформацию в новые высокоугловые границы. Интенсивное развитие ЗГП вдоль этих границ при 490°C приводит к более длительному разупрочнению

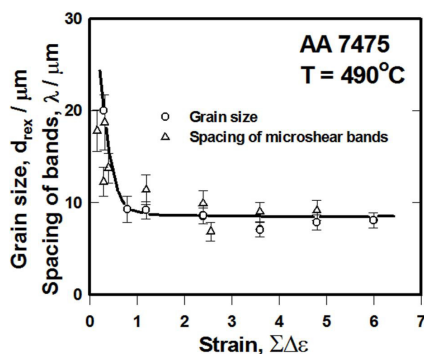


Рис 11. Зависимости среднего размера новых зерен и расстояния между полосами микросдвига от $\Sigma\Delta\epsilon$, $\Delta\epsilon=0,4$ [17].

Fig. 11. Dependences of the mean size of new grains and spacing of microshear bands on $\Sigma\Delta\epsilon$, $\Delta\epsilon=0.4$ [17].

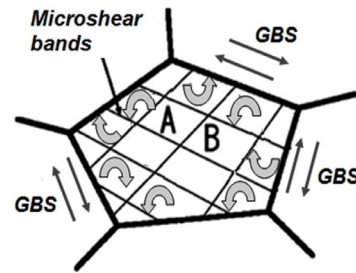


Рис. 12. Модифицированная схема формирования новых зерен при интенсивном развитии ЗГП.

Fig. 12. Modified schedule of new grain development under operation of GBS (GBS means grain boundary sliding).

материала (рис.1) и резкому росту $\Delta\sigma/\sigma_{ss}$ (рис.2) [22].

На рис. 11 приведены зависимости среднего размера новых зерен и расстояния между полосами микросдвига от $\Sigma\Delta\epsilon$ [17,21]. Видно, что размер новых зерен уменьшается в ~ 2 раза (с ~ 20 до ~ 10 мкм) при $\Sigma\Delta\epsilon \leq 1,2$ и сохраняется относительно стабильным при последующей ВК. Важно, что при всех исследованных степенях деформации размер новых зерен близок к расстоянию между полосами микросдвига. Это также позволяет предположить, что новые зерна формируются, главным образом, в результате трансформации участков, расположенных между полосами сдвига [20—22].

Из представленных результатов следует, что при 490°C новые зерна формируются главным образом на месте фрагментированных участков исходных зерен, т.е. А и В на рис.8a, а не внутри полос (рис.8b) [19,21]. Поэтому схема, представленная на рис.8, была скорректирована, как показано на рис.12. Аналогичная модель была представлена в [27] для объяснения эволюции (суб)зеренной структуры при сверхпластической деформации. Согласно данной схеме, ЗГП развивается локально вдоль границ исходных зерен, что приводит к повороту друг относительно друга всех прилегающих к границе фрагментированных участков (как показано изогнутыми стрелками на рис.12). Это вызывает быструю трансформацию этих участков в новые зерна, размер которых ограничен расстоянием между полосами микросдвига (рис.11). Границы вновь формирующихся зерен, в свою очередь, начинают поддерживать ЗГП при дальнейшей деформации, и процессы ротации кристаллитов постепенно «распространяются» от исходных приграничных областей в тело исходного зерна. В итоге, ЗГП начинает развиваться вдоль всех границ полос микросдвига, которые постепенно приобретают высокоугловую разориентировку, приводя к образованию новой зеренной структуры [27].

Таким образом, также как и в области $T \leq 400^\circ\text{C}$, ВК при 490°C сопровождается фрагментацией исходных зерен микрополосами сдвига с последующим формированием однородной мелкозернистой структуры при протекании процессов, сходных с «непрерывной» ДР. Изменение механизмов деформации при высокой температуре приводит к изменению преимущественного микромеханизма «непрерывной» ДР, что оказывает значительное влияние на феноменологию и кинетику измельчения зерен.

4. Выводы

1) ВК приводит к значительному измельчению зеренной структуры сплава при всех исследованных температурах деформации. Основным механизмом измельчения зерен непосредственно связан с формированием деформационных полос, таких как геометрически необходимые границы, полосы микросдвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментируют исходные зерна. Постепенное увеличение количества полос и разориентировки их границ с увеличением степени деформации ведут к трансформации последних в высокоугловые границы и формированию мелкозернистой структуры. По характеру структурных изменений, такой механизм образования зерен может быть сходен с «непрерывной» ДР. При этом, формирующаяся на более ранних стадиях деформации ячеистая/субзеренная структура достигает состояния динамического равновесия, контролируемого ДВ, и не приводит к формированию новой зеренной структуры.

2) По характеру деформационного поведения сплава вся исследованная область температур ВК может быть разделена на два домена. В области относительно низких температур 250–400 °С (и небольших степеней деформации) основным механизмом деформации может являться внутризеренное скольжение, контролируемое ДВ, тогда как при больших степенях деформации и/или при более высокой температуре ~490 °С значительный вклад в процесс пластического течения вносит ЗГП. Разница в деформационном поведении определяет разницу в процессах структурообразования.

3) В процессе ВК при 250–400 °С четко выявляются три стадии формирования новых зерен. На стадии *I* (инкубационный период) происходит образование ячеистой/субзеренной структуры, а также создаются условия для формирования деформационных полос/полос микросдвига, способных значительно увеличивать разориентировку с ростом степени деформации. На стадии *II* средняя разориентировка деформационно-индуцированных границ возрастает как за счет формирования новых деформационных полос, так и роста углов их разориентировки. На стадии *III* образование полос микросдвига замедляется и рост θ_{ave} происходит за счет увеличения разориентировок ранее сформированных границ. Повышение температуры деформации до 400 °С ускоряет процессы формирования новых зерен на стадии *III*, тогда как процессы, протекающие на стадиях *I* и *II*, носят, в основном, атермический характер.

4) При 490 °С стадия *I* значительно сокращается. Это связано с тем, что важную роль в формировании мелкозернистой структуры в сплаве начинает играть ЗГП. Оно развивается неоднородно в крупнозернистой литой микроструктуре, что вызывает локализацию пластического течения внутри исходных зерен уже на начальных стадиях деформации и их фрагментацию за счет формирования полос микросдвига. ЗГП обеспечивает также быстрое увеличение разориентировки деформационно-индуцированных границ в процессе деформации и их трансформацию в новые высокоугловые границы.

Литература / References

1. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov. *Mat. Sci. Eng.* **168**, 141—148 (1993).
2. F. J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. N. Y. Elsevier Science (2004) 628 p.
3. H.J. McQueen, J.J. Jonas. *Recovery and recrystallization during high-temperature deformation. Treasure on materials science and technology*. N.Y. Acad. press (1975) 493 p.
4. T. Sakai, J. J. Jonas. *Acta Mat.* **32**, 189—209 (1984).
5. J.P. Poirier. *Creep of Crystals: High-Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals*. Book. Cambridge, Cambridge University Press 1985.
6. T. Sakai, J. Jonas. *Plastic deformation: Role of recovery and recrystallization*, in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Oxford. **7**, 7079—7084 (2001).
7. R.H. Bricknell, J.W. Edington. *Acta Met.* **27**, 1303—1311 (1979).
8. C. Perdrix, M. Y. Perrin, F. Montheillet. *Met. Sci. Rev. Met.* **78**, 309—320 (1981).
9. S. J. Hales, T. R. McNelley. *Acta Met.* **36** (5), 1229—39 (1988).
10. S. Gourdet, F. Montheillet *Mater. Sci. Eng.* **283**, 274—288 (2000).
11. F. J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris. *Phil. Trans. R. Soc. Lond.* **357**, 1663—1681 (1999).
12. D. Kuhlman-Wilsdorf, N. Hansen. *Scripta Met. Mater.* **25**, 1557—1562 (1991).
13. P.J. Hurley, F.J. Humphreys. *Acta Mat.* **51**, 1087—1102 (2003).
14. C. Kobayashi, T. Sakai, A. Belyakov, H. Miura. *Phil. Mag. Lett.* **87**, 751—766 (2007).
15. T. Sakai, A. Belyakov, H. Miura. *Metall. Mat. Trans.* **39**, 2206—2214 (2008).
16. J. Gil Sevillano, P. Van Houtte, E. Aernoudt *Prog. Mat. Sci.* **25**, 69—134 (1980).
17. O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura. *Scripta Mat.* **51** (2), 175—179 (2004).
18. A. Goloborodko, T. Sakai, O. Sitdikov, H. Miura. *Mat. Sci. Forum* **539—543**, 2922—2927 (2007).
19. O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama. *Mat. Sci. Eng.* **516**, 180—188 (2009).
20. T. Sakai, H. Miura, A. Goloborodko, O. Sitdikov. *Acta Mat.* **57**, 153—162 (2009).
21. O. Sh. Sitdikov. *Deformation and fracture of materials*. **11**, 15—26 (2011). (in Russian) [O. Sh. Ситдииков. Деформация и разрушение материалов. **11**, 15—26 (2011).]
22. O. Sh. Sitdikov. *Letters on Materials*. **3** (3), 215—220 (2013). (in Russian) [O. Sh. Ситдииков. Письма о материалах. **3** (3), 215—220 (2013).]
23. T. Sakai, C. Takahashi *Mat. Trans. JIM.* **32**, 375—382 (1991).
24. I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov, R. Kaibyshev. *Mat. Sci. Eng.* **473**, 297—305 (2008).
25. J.C. Werenskiold *Equal Channel Angular Pressing (ECAP) of AA6082: Mechanical Properties, Texture and Microstructural Development: doctoral thesis*. Norwegian University of Science and Technology. Trondheim (2004) 262 p.
26. O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki. *Met. Mat. Trans.* **44**, 1087—1100 (2013).
27. X. Yang, H. Miura, T. Sakai. *Mat. Trans.* **43**, 2400—2407 (2002).