

## **Высокоскоростная сверхпластичность алюминиевого сплава 1570С с бимодальной структурой, полученной равноканальным угловым прессованием и прокаткой**

Е. В. Автократова<sup>†</sup>, О. Э. Мухаметдинова, О. Ш. Ситдилов, М. В. Маркушев

<sup>†</sup>avtokratova@imsp.ru

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

На примере литого гомогенизированного алюминиевого сплава 1570С продемонстрирована возможность достижения высоких показателей высокоскоростной сверхпластичности с удлинениями до разрушения более 2000% в сплавах системы Al-Mg-Sc-Zr с частично рекристаллизованной структурой, сформированной теплым равноканальным угловым прессованием с эффективной степенью деформации  $\epsilon \sim 3$ . В такой структуре объемная доля мелкозернистой составляющей, имеющей вид «мантии» новых преимущественно равноосных мелких зерен размером около 1—2 мкм и содержащих малоугловые границы, не превышала 30%. При этом в деформированных участках исходных зерен размером от 10 до 50 мкм, объемная доля которых составляла, соответственно, не менее 70%, формировалась хорошо развитая субструктура со средним размером субзерен около 1 мкм. Сплав с такой бимодальной структурой продемонстрировал наибольшее удлинение до разрушения  $\sim 2570\%$  при начальной скорости деформации  $1,4 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  и температуре 520°C. Проведение последующей прокатки сплава при комнатной температуре до  $\epsilon \sim 1,6$  привело к замещению бимодальной структуры, полученной равноканальным угловым прессованием, нагартованной структурой, содержащей большое количество малоугловых границ, как в крупных, так и в мелких зернах, и улучшило показатели его сверхпластичности, в том числе, расширило область высоких удлинений в сторону более высоких скоростей деформации. Наибольшее удлинение  $\sim 3030\%$  было зафиксировано при температуре 520°C и начальной скорости деформации  $1,4 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ .

**Ключевые слова:** алюминиевый сплав, равноканальное угловое прессование, прокатка, микроструктура, сверхпластичность

## **High strain rate superplasticity of an 1570C aluminum alloy with bimodal structure obtained by equal-channel angular pressing and rolling**

E. V. Avtokratova, O. E. Mukhametdinova, O. S. Sitdikov, M. V. Markushev

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

Using as-cast homogenized aluminum alloy 1570C, the feasibility has been demonstrated to reach enhanced parameters of high-strain-rate superplasticity with elongations to failure more than 2000% in the alloys of the Al-Mg-Sc-Zr system having the partially recrystallized structure, processed by warm equal-channel angular pressing with the effective strain of  $\epsilon \sim 3$ . In this alloy, the fine-grained component was represented by a «mantle» of new preferably equiaxed grains with size of about 1—2  $\mu\text{m}$ , whose volume fraction did not exceed 30%. Meanwhile, the remnant fragments of original grains, having the size of 10 though 50  $\mu\text{m}$ , contained a well-defined substructure with the subgrain size of about 1  $\mu\text{m}$ . The alloy with such bimodal structure exhibited the highest elongation to failure  $\sim 2570\%$  at the initial strain rate of  $1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  and the temperature of 520°C. Subsequent rolling, carried out at ambient temperature to  $\epsilon \sim 1.6$ , resulted in replacement of the bimodal structure described above by a heavily deformed one, consisting of the areas of high density dislocations developed in both coarse and fine grained regions; that further improved the alloy superplastic characteristics. So, the interval of the testing parameters, corresponding to optimum superplasticity, was extended toward the higher strain rates and simultaneously, the maximum elongation was significantly increased. The highest elongation to failure of  $\sim 3030\%$  was recorded at the initial strain rate of  $1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  and the temperature of 520°C.

**Keywords:** aluminium alloy, equal channel angular pressing, rolling, microstructure, superplasticity

## Введение

В последние годы сверхпластическая формовка становится все более широко используемой в промышленности технологией, что связано, в частности, с разработкой новых металлических материалов, демонстрирующих большие равномерные удлинения при скоростях деформации вплоть до  $10^0 \text{ с}^{-1}$  [1]. Среди таких материалов особое внимание привлекают сплавы системы Al-Mg-Sc(Zr), демонстрирующие уникально высокие характеристики высокоскоростной сверхпластичности [2—7] и обладающие одновременно повышенными значениями эксплуатационных свойств [8,9]. Высокоскоростная сверхпластичность, как правило, достигается за счет специальной термомеханической обработки слитков и деформированных полуфабрикатов, включающей деформационные методы, в том числе, методы интенсивной пластической деформации (ИПД) равноканальным угловым прессованием (РКУП), всесторонней изотермической ковки и др., и позволяющей получить ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру с размером зерна менее 1 мкм.

В настоящее время известны два основных пути получения УМЗ структуры в Al-Mg-Sc(Zr) сплавах деформационными методами: (i) холодная прокатка с последующим развитием динамической рекристаллизации на ранних стадиях сверхпластической деформации [3,10] и (ii) ИПД, обеспечивающая формирование УМЗ структуры до начала сверхпластической деформации [2,4—7]. Сочетание указанных выше методов обработки, например РКУП и последующей прокатки, для получения листов с улучшенными сверхпластическими характеристиками, ранее рассматривалось в литературе и показало свою высокую эффективность для Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, содержащих менее 4% магния [11,12]. Было, в частности, показано [11], что совмещение РКУП с холодной прокаткой позволяет существенно снизить количество проходов предварительной РКУП вплоть до 4 и обеспечить высокие сверхпластические свойства. Однако для более легированных сплавов данной системы (с содержанием магния более 4%) исследования были ограничены только большими степенями предварительной ИПД ( $e \geq 8$ ), обеспечивающими формирование уже перед прокаткой практически однородной УМЗ структуры [13—15]. Причем в некоторых работах было показано [13,15], что достижение высоких степеней предварительной ИПД таких сплавов может вести к резкому снижению сверхпластических характеристик после последующей холодной прокатки. Потенциал их обработки, включающей ИПД с заметно меньшими степенями, остается на сегодняшний день не изученным.

Цель настоящей работы заключалась в изучении сверхпластического поведения алюминиевого сплава 1570С системы Al-Mg-Sc-Zr с содержанием магния около 5%, подвергнутого трем циклам теплового РКУП ( $e \sim 3$ ) и последующей холодной прокатке ( $e \sim 1,6$ ).

## Материал и методы исследования

Для проведения РКУП из гомогенизированной слитки сплава 1570С (Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr

(вес. %)) со средним размером зерна около 24 мкм вырезали плиты с размерами  $152 \times 152 \times 25$  мм. РКУП осуществляли при температуре  $325^\circ\text{C}$  с  $e \sim 3$  по маршруту В<sub>С</sub> [16,17]. Прокатку проводили при комнатной температуре до степени деформации  $e \sim 80\%$  ( $e \sim 1,6$ ) в направлении последнего прохода РКУП. Испытания на растяжение в интервале температур  $350\text{—}520^\circ\text{C}$  и скоростей деформации  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3}\text{—}10^{-1} \text{ с}^{-1}$  проводили на машине Instron 1185 в условиях постоянной скорости деформирования на образцах с рабочей частью  $1,5 \times 3 \times 6$  мм, вырезанных вдоль направления прессования/прокатки. Структуру сплава изучали в сканирующем электронном микроскопе «TESCAN MIRA 3 LMN» с использованием метода EBSD анализа и программы «HKL Channel 5». На картах восстановленных структур малоугловые границы (с углом разориентировки от  $2$  до  $15^\circ$ ) обозначены белым цветом, а высокоугловые границы (с углом разориентировки более  $15^\circ$ ) — черным. Объекты для EBSD анализа подготавливали методом струйной электрополировки на приборе «TenuPol-5».

## Результаты исследования и их обсуждение

РКУП до  $e \sim 3$  привело к формированию в сплаве бимодальной структуры, состоящей из «мантии» новых преимущественно равноосных мелких зерен размером около  $1\text{—}2$  мкм, содержащих малоугловые границы, и деформированных участков исходных зерен размером от  $10$  до  $50$  мкм с хорошо развитой субструктурой (рис.1а). Объемная доля мелкозернистой составляющей при этом не превышала 30%, а средний размер субзе-

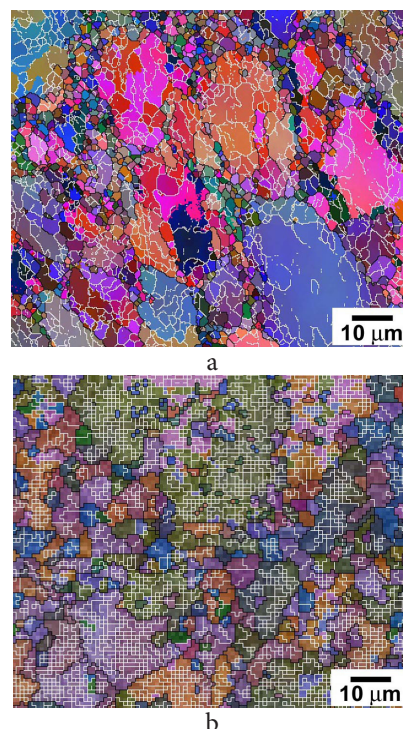
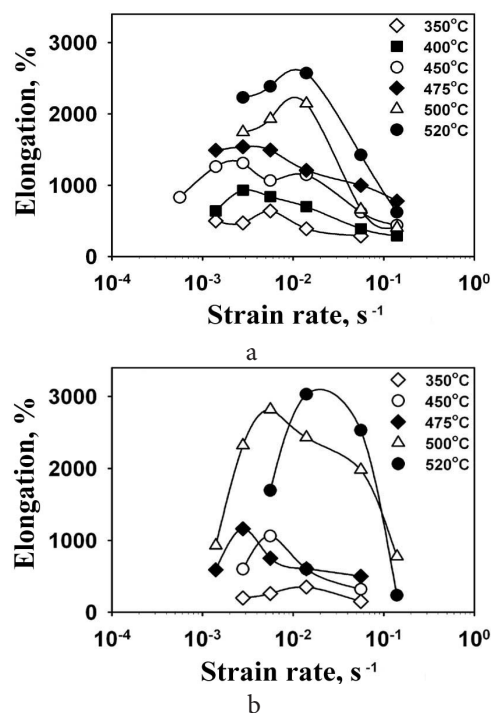


Рис. 1. EBSD карты сплава 1570С: (а) после РКУП; (б) после РКУП и последующей холодной прокатки (плоскость прокатки).

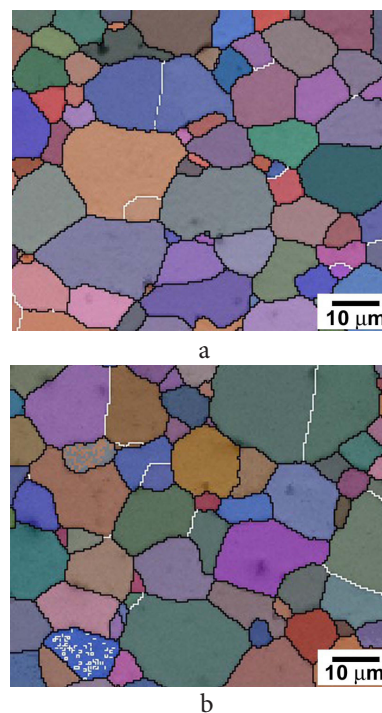
Fig. 1. EBSD maps of 1570C alloy: (a) after ECAP; (b) after ECAP and subsequent cold rolling (rolling plane).



**Рис. 2.** Зависимость относительного удлинения до разрушения от скорости деформации при разных температурах: (а) после РКУП; (б) после РКУП и последующей холодной прокатки.  
**Fig. 2.** The variation of elongation to failure with strain rate at different temperatures: (a) after ECAP; (b) after ECAP and subsequent cold rolling.

рен составлял примерно 1 мкм. Наличие малоугловых границ в теле новых мелких зерен, а также тот факт, что их размер был практически идентичен размеру субзерен, свидетельствовали о том, что формирование такой структуры осуществлялось в результате развития динамического возврата и непрерывной динамической рекристаллизации [17—19]. В результате последующей холодной прокатки бимодальная структура, полученная РКУП, замещалась нагатованной структурой, содержащей большое количество малоугловых границ, как в крупных, так и в мелких зернах, «расплюснутых» в плоскости прокатки (рис.1б).

По результатам механических испытаний было установлено, что сплав после РКУП даже без однородной УМЗ структуры демонстрирует высокоскоростную сверхпластичность с удлинениями до разрушения более 2000% (рис.2а). Наибольшее удлинение составило 2570% при начальной скорости деформации  $1,4 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  и температуре 520°C. Интересно отметить, что повышение температуры испытаний до 450°C сначала привело к смещению максимумов удлинений в сторону меньших, а затем, при температурах выше 475°C, напротив, в сторону больших скоростей деформации. Такое поведение сплава, по всей видимости, обусловлено активизацией процессов динамической рекристаллизации с ростом температуры испытания. Указанная немонотонная зависимость положения оптимума сверхпластичности от температуры деформации вызвана тем, что присутствующие в сплаве нанодисперсные алюминиды переходных металлов,  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ , обладают довольно высо-



**Рис. 3.** EBSD карты рабочих частей образцов, продемонстрировавших наибольшие удлинения до разрушения: (а) РКУП ( $\delta=2570\%$ ,  $T=520^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} \sim 1,4 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ); (б) РКУП+холодная прокатка ( $\delta=3030\%$ ,  $T=520^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} \sim 1,4 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ).  
**Fig. 3.** EBSD maps of gage section of samples demonstrated maximum elongations to failure: (a) ECAP ( $\delta=2570\%$ ,  $T=520^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} \sim 1,4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ); (b) ECAP+cold rolling ( $\delta=3030\%$ ,  $T=520^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} \sim 1,4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ).

кой термической стабильностью лишь до температур 450-475°C [20,21]. Поэтому, когда плотность этих частиц наибольшая, и они когерентны матрице (что имеет место при низких температурах испытаний), то, взаимодействуя с решеточными дислокациями, такие частицы интенсивно подавляют процессы возврата и рекристаллизации, препятствуя тем самым формированию однородной мелкозернистой структуры в процессе сверхпластической деформации. При более высоких температурах дисперсоиды укрупняются, их плотность становится меньше, и динамический возврат и рекристаллизация облегчаются. При этом плотность частиц остается все еще достаточной для сдерживания активной миграции границ, ведущей к росту зерен. В результате при определенных температурно-скоростных условиях создаются благоприятные условия, обеспечивающие необходимый баланс действующих механизмов сверхпластической деформации, в том числе баланс скоростей накопления и релаксации дефектов на границах зерен, необходимый для достижения высокоскоростной сверхпластичности сплава.

Последующая холодная прокатка заготовки, полученной РКУП, качественно не изменила сверхпластическое поведение сплава (рис.2б): повышение температуры также сначала приводит к смещению максимумов удлинений в сторону меньших скоростей деформации, а при температурах выше 475°C смещает их в сторону больших скоростей. Однако при этом удлинения до раз-



рушения при температурах 500 и 520°C оказываются несколько больше, чем после РКУП, и они отмечаются при более высоких скоростях деформации. Так, при скорости  $5,6 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  удлинения достигают 2060 и 2530% при температурах 500 и 520°C, соответственно, а наибольшее удлинение 3030% было зафиксировано при температуре 520°C и скорости деформации  $1,4 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ .

Анализ микроструктуры рабочих частей образцов, продемонстрировавших наибольшие удлинения (рис.3), показал, что, несмотря на значительную разницу в микроструктуре сплава после РКУП и прокатки, в обоих состояниях в процессе растяжения развивается динамическая рекристаллизация, ведущая к формированию схожей микрокристаллической структуры, с практически одинаковым размером зерна (8 и 9 мкм после РКУП и прокатки, соответственно) и одинаковым коэффициентом их формы, приблизительно равным 1,7. Последнее указывает на то, что основной вклад в общую деформацию сплава вносит зернограницное проскальзывание [1].

Расширение области максимально высоких удлинений в сторону более высоких скоростей деформации после прокатки, по всей видимости, было обусловлено более высокой накопленной энергией сплава. На начальной стадии растяжения такое состояние видимо обеспечивало более интенсивное формирование мало- и высокоугловых границ и, соответственно, большую степень измельчения зерен, и тем самым способствовало повышению уровня сверхпластических удлинений и смещению максимума к большим скоростям деформации.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о том, что обработка, включающая РКУП до  $\epsilon \sim 3$  и последующую холодную прокатку, обеспечивая формирование лишь бимодальной, частично рекристаллизованной или частично рекристаллизованной и нагартованной структуры, является достаточной для реализации высокоскоростной сверхпластичности сплавов системы Al-Mg-Sc-Zr с удлинениями до 3000%.

*Благодарность.* Данная работа была выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 13-08-92700а.

*Acknowledgements.* This study was partially supported by Russian Foundation for Basic Research, research project No 13-08-92700a.

## Литература / References

1. R. Mulyukov, R. Imaev, A. Nazarov, M. Imaev, V. Imaev. Superplasticity of ultrafine-grained alloys: Experiment, theory, technology. M.: Science. (2014), 284 p. (in Russian) [Р. Мулюков, Р. Имаев, А. Назаров, М. Имаев, В. Имаев. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: Эксперимент, теория, технологии. М. Наука (2014) 284 с.]
2. Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, A.J. Barnes, T.G. Langdon. Acta Materialia. **48**, 3633—3640 (2000).
3. R. Kaibyshev, E. Avtokratova, A. Apollonov, R. Davies. Scripta Materialia. **54**, 2119—2124 (2006).
4. V. Perevezentsev, M. Shcherban, M. Murashkin, R. Valiev. Technical Physics Letters. **33**, 648—650 (2007).
5. F. Liu, Z. Ma. Scripta Materialia. **59**, 882—885 (2008).
6. E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov. Materials Science Engineering: A. **538**, 386—390 (2012).
7. E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, O. Sitdikov, M. Markushev, S.V. S. N. Murty, M.J. N. V. Prasad, B.P. Kashyap. Letters on Materials. **4** (2), 93—95 (2014).
8. V. Davydov, T. Rostova, V. Zakharov, Yu. Filatov, V. Yelagin. Materials Science Engineering: A. **280**, 30—36 (2000).
9. Yu. Filatov, V. Yelagin, V. Zakharov. Materials Science Engineering: A. **280**, 97—101 (2000).
10. T. Nieh, L. Hsiung, J. Wadsworth, R. Kaibyshev. Acta Materialia. **46** (8), 2789—2800 (1998).
11. K. Park, H. Lee, C. Lee, W. Nam, D. Shin. Scripta Materialia. **51**, 479483 (2004).
12. H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita, T.G. Langdon. Scripta Materialia. **44**, 759—764 (2001).
13. S. Malopheyev, A. Kipelova, I. Nikulin, R. Kaibyshev. Materials Science Forum. **667—669**, 815—820 (2011).
14. E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev. Materials Science Forum. **710**, 223—228 (2012).
15. E. Avtokratova, O. Sitdikov. Fundamental problems of modern materials science. **10** (1), 72—76 (2013). (in Russian) [Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдииков. Фундаментальные проблемы современного материаловедения. **10** (1), 72—76 (2013).]
16. S. Ferrasse, V. Segal, S. Kalidindi, F. Alford. Materials Science Engineering: A. **368**, 28—40 (2004).
17. O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva. Physics of metals and metallography. **110** (2), 153—161 (2010).
18. O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva, T. Sakai, K. Tsuzaki, Y. Watanabe. Materials Transactions. **53** (1), 55—62 (2012).
19. O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki. Metallurgical and Materials Transactions: A. **44** (2), 1087—1100 (2013).
20. S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon. Acta Materialia. **50**, 553—564 (2002).
21. Y. Riddle, T. Sanders. Metallurgical and Materials Transactions: A. **35**, 341—350 (2004).