

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский технологический
университет «МИСИС»

Михайловская Анастасия Владимировна

ОСОБЕННОСТИ МЕХАНИЗМОВ ФОРМИРОВАНИЯ
МИКРОЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ И
СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ГЕТЕРОФАЗНЫХ СПЛАВОВ

Специальность – 2.6.1.

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант
проф., д.ф.-м.н. Головин И.С.

Москва 2026

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Интерес исследователей к состоянию сверхпластичности сохраняется много десятилетий подряд. Сверхпластичное состояние обеспечивает микрозеренная структура в определенных температурно-скоростных условиях деформации вследствие высокой скоростной чувствительности напряжения течения. Основное практическое использование феномена - технология сверхпластической формовки (СПФ), позволяющая изготавливать цельные детали сложной геометрии, которые трудно или невозможно получить другими способами. СПФ обеспечивает высокую точность воспроизведения гравюры матрицы и способствует минимизации числа соединений в конструкциях, снижая их вес. Технология эффективна в условиях мелко- и среднесерийного производства ввиду низкой стоимости оснастки по сравнению с традиционной штамповкой и использования малого давления газа вместо пуансона. В мировой практике СПФ применяют преимущественно для титановых и алюминиевых сплавов, но явление сверхпластичности имеет место в сплавах на разных основах и даже в керамиках.

Размер зерна является критическим параметром, определяющим сверхпластичное состояние и уровень показателей сверхпластичности. Существующие промышленные технологии и составы обеспечивают зерно ~ 10 мкм в алюминиевых сплавах с матричной структурой, 1-5 мкм в сплавах с микроdupлексной структурой, что ограничивает скорости деформации диапазоном 10^{-4} - 10^{-3} с $^{-1}$. Верхний предел скоростного диапазона реализуется для группы магналиев, двухфазных титановых и медных сплавов, нижний - для высокопрочных сплавов на основе алюминия и дуралюминов. Для роста производительности и расширения областей применения СПФ алюминиевых сплавов требуются скорости на один-два порядка выше. Среди практически значимых разработок последних лет можно отметить японский сплав Alnovi-U системы Al-Mg-Mn, разработанный исходя из принципа бимодальности по размерам частиц Al₆Mn фазы и позиционируемый, как сплав для высокоскоростной формовки. Однако скоростной диапазон проявления сверхпластичности Alnovi-U незначительно шире традиционно используемого AA5083 (типа АМг4).

Вторым ограничением СПФ является необходимость повышенных температур деформации. Для листов алюминиевых сплавов требуются температуры $\sim 500^{\circ}\text{C}$, а титановых ~ 850 - 900°C . Температурный фактор наиболее критичен для сплавов на основе титана, как с позиции энергозатрат, так и увеличения толщины альфированного слоя и износа матриц. Третья проблема СПФ – остаточная пористость, которая может приводить к существенному снижению прочностных свойств. Снижение пористости требует применения противодавления при СПФ, что также усложняет технологический процесс. Этот фактор наиболее актуален для латуней и высокопрочных сплавов на основе алюминия.

Улучшение показателей сверхпластичности и снятие существующих ограничений возможно, в первую очередь, через создание принципов легирования, нацеленных на формирование термически стабильной микроструктуры, что позволит увеличить число сплавов на разных основах, пригодных для СПФ и расширить температурно-скоростной диапазон СПФ. Требования к размеру зерна диктуются сочетанием механизмов сверхпластической деформации (СПД): зернограничного скольжения (ЗГС), аккомодируемого посредством дислокационной и диффузионной ползучести. Сомнений в действующих механизмах деформации и их зависимости в первую очередь от размера зерна не возникает, однако анализ состояния вопроса на момент начала исследований показал, что сплавы с одинаковым размером зерен, но разного состава демонстрируют разный вклад ЗГС в общую деформацию и способы его аккомодации.

Имеющиеся данные не позволяют однозначно трактовать роли аккомодационных механизмов и установить взаимосвязи между составом, структурными параметрами сплавов, температурно-скоростными условиями проявления сверхпластичности и количественными соотношениями вкладов действующих механизмов деформации. При этом путь к решению технологических проблем СПФ лежит через понимание механизмов структурообразования в разных сплавах и определения влияния совокупности структурных и технологических факторов на вклады действующих при сверхпластической деформации механизмов.

Степень разработанности темы. Аномально-большие удлинения (~1950 %) в двухфазных легкоплавких эвтектиках Pb-Sn и Bi-Sn были впервые обнаружены в 1934 г. британским исследователем С.Э. Пирсоном, однако научное сообщество не увидело в находке ничего необычного. А.А. Бочвар и З.А. Свидерская обнаружили аномально высокие удлинения в другом двухфазном сплаве Zn-Al и впервые идентифицировали это как новое особое состояние материала, введя в 1945 году ставший международным термин «сверхпластичность» и инициировав активное изучение данного явления в мировой науке. Именно советские ученые обратили внимание, что материал в состоянии сверхпластичности не только значительно удлиняется, но и проявляет аномально низкое сопротивление деформации - меньшее, чем каждая из фаз в отдельности, что указывало на зернограничный механизм деформации. Важно отметить, что в последующей публикации 1946 г. Бочвар подчеркнул, что продолжительная межзеренная деформация в структуре с неидеальной формой зерен невозможна без аккомодационного механизма, он также указал на важную роль неравновесного строения границ зерен в сверхпластичном состоянии. В качестве аккомодационного механизма для двухфазных материалов Бочвар предложил диффузионные растворно-осадительные процессы (РОП), возникающие на границах раздела фаз, инициируемые локально неравновесными состояниями и создающие основу для направленного массопереноса.

Ученики А.А. Бочвара, И.И. Новиков, В.К. Портной и В.С. Левченко, подтвердили его аккомодационную теорию на двухфазных микродуплексных сплавах Zn–Al анализом реплик в ПЭМ. Сегодня эта теория получила прямое подтверждение в *in situ* исследованиях в колонне микроскопа благодаря трудам группы Р.З. Валиева (УУНиТ). В наноструктурированных сплавах Al-Zn на современном уровне микроскопии зафиксированы проявления аккомодационного механизма РОП в виде выделений второй фазы, твердого раствора на основе цинка на границах зерен и в тройных стыках.

В классических физико-математических моделях предполагается, что аккомодация ЗГС осуществляется дислокационным скольжением/ползучестью. Однако результаты анализа микроструктуры некоторых матричных сплавов предполагают действие не только дислокационных механизмов деформации, но и диффузионной ползучести. Действие механизма диффузионного массопереноса в матричных сплавах практически одновременно подтвердили наши работы, исследования британских и японских коллег.

Один из путей расширения температурно-скоростного диапазона проявления сверхпластичности заключается в разработке технологий получения ультрамелкозернистой структуры. Особенности сверхпластичного состояния и строения ГЗ в сплавах с размерами зерен менее 1 мкм, подвергнутых интенсивной пластической деформации представлены в работах российских ученых О.А. Кайбышева, Р.З. Валиева, А.П. Жилыева, Р.Р.Мулюкова, Р.О. Кайбышева, М.В. Маркушева, Г.А. Салищева, С.В. Жеребцова, Б.Б. Страумала, В.Н. Перевезенцева, В.Н. Чувильдеева, Е.В. Найденкина, их учеников и коллег. Несмотря на то, что мы сосредоточились на изучении сплавов с микрозернистой структурой и возможностях использования имеющихся промышленных мощностей для получения сверхпластичных листов, результаты, полученные на ультрамелкозернистых сплавах, во многом согласуются с представленными в настоящей работе.

Без математического аппарата и имитационного моделирования получить качественные изделия СПФ затруднительно, поэтому анализ аспектов механики и моделирования сверхпластической деформации, развитый в работах Ф.У. Еникеева, Е.Н. Чумаченко, П.В. Трусова, Р.А. Васина, их коллег и последователей в университетах и научных организациях также крайне важен.

Постсоветский период экономических реформ ограничил внедрение новых технологий в РФ и привел к переориентации на импорт готовых решений. В то время как в странах Запада, а затем и в Китае развивались как научные аспекты сверхпластичности, так и производства, использующие технологии СПФ в нашей стране разработки затормозились. В настоящее время взят курс на независимость от импорта, что создает предпосылки для развития междисциплинарного подхода через сотрудничество ученых разных отраслей знаний и промышленности и дальнейшее внедрение отечественных разработок в области СПФ.

Отсутствие системного подхода и многофакторность задач затрудняют трактовку действующих механизмов деформации и установление их количественных соотношений. Несмотря на значительный объем исследований, влияние многообразия факторов на стабильность структуры, соотношение вкладов действующих механизмов и показатели сверхпластичности оставалось недостаточно изученным на момент начала исследований. Группа сплавов для получения изделий СПФ ограничена несколькими составами, которые имеют недостатки в части температурно-скоростных режимов формовки, технологий получения листовых заготовок и/или постформовочных механических свойств. Большую часть проблем СПФ можно решить путем создания новых материалов и технологий их получения. В этих условиях критическое значение приобрело направление наших исследований.

Актуальность представленной работы и ее новизна состоит в расширении номенклатуры сплавов, обеспечивающих высокую эффективность сверхпластической формовки через повышение скоростей, снижение температуры и/или улучшение постформовочных механических характеристик сплавов. Для решения проблем СПФ металлических материалов разработан научный подход, включающий целенаправленное легирование алюминиевых, медных и титановых сплавов и выбор режимов их термомеханической обработки, обеспечивающих сплавам необходимую структурную гетерогенность.

Цель работы состоит в научно обоснованной разработке подходов повышения эффективности сверхпластической формовки гетерофазных сплавов разного структурного типа на основе алюминия, меди и титана. Разработка подходов включала решение следующих **научных задач**:

1. Определить взаимосвязь между структурными параметрами (химический состав фаз, морфология и их объемная доля), режимами термической и деформационной обработки и показателями сверхпластичности сплавов на основе алюминия разных систем легирования.
2. Обосновать использование метода механической спектроскопии для изучения структурных превращений в холоднодеформированных сплавах на основе алюминия в *in situ* режиме при различных тепловых воздействиях и разработать соответствующую методику.
3. Выявить соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации при варьировании наиболее значимых структурных и технологических факторов на основе результатов сопоставления эволюции микроструктуры в объеме и на поверхности образцов сплавов различных групп, включая алюминиевые сплавы с разными структурными параметрами, титановые и медные сплавы с микродуплексной структурой.

4. Установить причинно-следственную взаимосвязь «химический состав-обработка-структура-свойства» и обосновать выбор интервалов концентраций легирующих элементов и режимов обработки, обеспечивающих сплавам улучшенные показатели сверхпластичности и конкурентный уровень механических свойств при комнатной температуре.

5. Разработать составы и/или рекомендации к технологическим режимам получения листовых полуфабрикатов сплавов на разных основах с улучшенным комплексом показателей сверхпластичности и механических характеристик при комнатной температуре и продемонстрировать возможность их использования для получения деталей методом сверхпластической формовки.

Научная новизна результатов заключается в следующем:

1. Сформулирован и экспериментально обоснован принцип создания многоуровневой структурной гетерогенности в алюминиевых сплавах разных систем легирования для достижения высокоскоростной сверхпластичности. Подход заключается в формировании бимодального распределения по размерам частиц - микронных Ce-, Ni- и Fe-содержащих фаз эвтектического происхождения и наноразмерных дисперсоидов Zr/PЗМ-или Mn/Cr-содержащих фаз регламентированной морфологии и объемной доли, при целенаправленном легировании алюминиевого твердого раствора Mg, Zn, Cu, контролирующих процессы рекристаллизации, размер зерна и соотношение вкладов действующих механизмов деформации.

2. Выявлены следующие особенности формирования при распаде пересыщенных переходными металлами твердых растворов дисперсоидов, обеспечивающих термическую стабильность зеренной структуры в исследуемых алюминиевых сплавах, которые реализуются для разных систем легирования:

- при отжиге слитков магналиев в интервале температур 350-400°C выделяются наноразмерные Mn-содержащие дисперсоиды квазикристаллической икосаэдрической I-фазы частично когерентной алюминиевой матрице, зарождающейся преимущественно на дислокациях. Впервые показано, что легирование Mg является основным фактором, определяющим размер и объемную долю I-фазы, а добавки Cr и Fe, растворяясь в I-фазе, повышают ее термическую стабильность и дополнительно обеспечивают рост плотности распределения частиц в алюминиевой матрице;

- малая добавка Cr в Mn-содержащие сплавы с концентрацией до 6.5 мас. %Mg, растворяясь в фазе Al_6Mn , облегчает деление пластинчатых выделений данной фазы при термомеханической обработке, обеспечивая уменьшение их среднего размера в два раза, а при повышенном соотношении Cr/Mn дополнительно способствует образованию дисперсоидов фазы $Al_{18}Mg_2Cr_3$, в которой растворяется Zn и Mn. Повышение концентрации магния выше указанного предела приводит к формированию агломератов частиц фазы

Al₁₈Mg₂Mn₃, что огрубляет зеренную структуру и ухудшает показатели сверхпластичности;

- ключевым фактором увеличения вклада непрерывного распада твердого раствора с формированием L1₂-фазы и сохранения ее дисперсности (7-14 нм) и, как следствие, обеспечения сверхпластичного состояния в алюминиевых сплавах с Zr разных систем легирования, является введение малых добавок Sc или Er с повышенным коэффициентом диффузии в алюминии и/или применение двухступенчатой термической обработки с первой ступенью при 360±10°C, создающей максимальное число зародышей L1₂ фазы, а также высокотемпературной второй ступенью при 420-500°C, ускоряющей непрерывный распад и обеспечивающей уменьшение ширины зон прерывистого распада у границ зерен, а в псевдоматричных сплавах одновременно способствующей необходимой фрагментации и сфероидизации частиц фаз эвтектического происхождения.

3. По результатам систематических исследований температурных и временных зависимостей внутреннего трения в холоднодеформированных алюминиевых сплавах обнаружен и интерпретирован псевдо-пик внутреннего трения, который использован в работе в качестве эффективного инструмента для анализа кинетики возврата и рекристаллизации в режиме реального времени в сплавах, отличающихся составом твердого раствора и параметрами частиц гетерогенизирующих фаз.

4. По результатам анализа эволюции микроструктуры поверхности и объема образцов сплавов разного типа на основе алюминия, меди и титана при сверхпластическом течении установлены структурные факторы, определяющие вклады зернограничного скольжения в общую деформацию и аккомодационных механизмов (дислокационной и диффузионной ползучести), которые кроме размера зерна зависят от состава твердого раствора и параметров частиц вторых фаз. Показана возможность целенаправленного управления соотношением этих вкладов за счет легирования и изменения температурно-скоростных режимов деформации.

5. Выявлены следующие закономерности влияния состава твердого раствора (Mg и Zn) на кинетику рекристаллизации, стабильность зеренной структуры и соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации алюминиевых сплавов с микрозеренной структурой:

- Mg, растворяясь в алюминии, сдерживает возврат, ускоряет рекристаллизацию, способствует уменьшению размера зерна, но ограничивает зернограничное скольжение при сверхпластической деформации. Установлено, что в условиях максимальной скоростной чувствительности ($m > 0.5$) при подсолидусной температуре в сплавах с повышенной концентрацией Mg и исходным зерном 6-10 мкм зернограничное скольжение и диффузионная ползучесть действуют взаимозависимо согласно модели Лифшица при этом вклад зернограничного скольжения в общую деформацию ограничен 10-30%, а диффузионная ползучесть приобретает функцию ключевого механизма деформации;

- Zn, растворяясь в алюминии, увеличивает вклад зернограницного скольжения в сплавах с Mg в 1.5-2 раза и улучшает показатели сверхпластичности сплавов исследуемых систем легирования. В сплавах с Zn и размером зерен 2-3 мкм зернограницное скольжение обеспечивает 50-60% от общей деформации при скоростях деформации до 10^{-1} с^{-1} .

6. Установлено, что сверхпластическая деформация двухфазных сплавов с микродуплексной структурой на основе меди и титана контролируется процессами, протекающими в более пластичной и диффузионно-проницаемой β -фазе с ОЦК решеткой, управлять которыми можно через содержание растворенных атомов:

- в латунях впервые выявлено действие динамической рекристаллизации в β -фазе, обеспечивающей уменьшение размера ее зерна на порядок при сверхпластической деформации; при этом легирование латуни 0.4-1.1% алюминия замедляет диффузию цинка, уменьшает размер зерен β -фазы, локализуя деформацию в β -фазе и уменьшает вклад зернограницного скольжения по межфазным границам, обеспечивая снижение остаточной пористости в несколько раз и улучшение показателей сверхпластичности;

- в титановых сплавах выявлено образование β -фазы по мало- и высокоугловым границам зерен при сверхпластическом течении, что объяснено действием диффузионного массопереноса за счет растворно-осадительных процессов на границах раздела (по Бочвару), аккомодирующих зернограницное скольжение. Легирование быстро диффундирующим железом значительно снижает температуру проявления сверхпластичности, что можно объяснить межузельным механизмом диффузии атомов Fe в титане, ускорением самодиффузии титана из-за формирования комплексов вакансии-атом Fe и облегчением аккомодации ЗГС диффузионным массопереносом.

Практическая значимость результатов заключается в следующем:

1. На основании выявленных закономерностей разработаны новые сверхпластичные сплавы разных систем легирования Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Mg-Zn с регламентированным составом твердого раствора и структурой псевдоматричного типа, содержащие эвтектикообразующие и дисперсоидообразующие переходные, в том числе редкоземельные металлы. Составы и обработка сплавов обеспечивают бимодальное распределение частиц вторых фаз по размерам с соотношением объемной доли (f) к размеру (d) $0.04 - 0.08 \text{ мкм}^{-1}$ для крупной фракции частиц и $0.3 - 0.7 \text{ мкм}^{-1}$ для дисперсоидов, средний размер зерна 1-5 мкм и сверхпластичность при скоростях на один-два порядка больше, чем у промышленных аналогов при повышенных прочностных характеристиках при комнатной температуре. Новизна предложенных технических решений подтверждена семью патентами Российской Федерации и одним международным патентом на новые алюминиевые сплавы и/или технологии:

- сплавы типа магналии с регламентированным содержанием растворимых в алюминии 4.5-5.8 %Mg и до ~ 1 %Zn с эвтектикообразующими Ni или Ce и Fe, и

дисперсоидообразующими Mn, Cr, Zr или Zr совместно со Sc. Сплавы демонстрируют относительные удлинения более 400 % в интервале температур 460-540 °С и скоростей деформации 2×10^{-3} - 5×10^{-2} с⁻¹ и имеют предел текучести после 100 % сверхпластической деформации 170-240 МПа при удовлетворительной коррозионной стойкости (получено 3 патента на составы сплавов и способы обработки);

- высокопрочные алюминиевые сплавы, содержащие по ~4% Mg и Zn, эвтектикообразующий Ni или Ni совместно с Fe и дисперсоидообразующий Zr или Zr совместно со Sc, обеспечивающие удлинения более 400% в интервале температур 420-480 °С при постоянных скоростях деформации от 2×10^{-3} до 1×10^{-1} с⁻¹ (со Sc до 1 с⁻¹) и предел текучести более 420 МПа в состоянии после 100-200% сверхпластической деформации, закалки и старения на максимальную прочность. Разработана технология получения твердой плакировки листов другими сверхпластичными сплавами, сохраняющая сверхпластичное состояние и решающая проблему низкой коррозионной стойкости сплавов данной группы (получены патенты РФ на состав сплава и способы его обработки);

- сплавы типа авиаль с повышенным соотношением $Mg/Si = (1.2-2)/(0.7-0.8)\%$, которые благодаря легированию эвтектикообразующими Fe и Ni и дисперсоидообразующими Zr и Sc демонстрируют относительные удлинения более 400% при температурах 460-500°С и постоянных скоростях деформации до 1×10^{-2} с⁻¹, предел текучести 290 МПа в состоянии после 100% сверхпластической деформации, закалки и искусственного старения (получен патент РФ).

2. На основании выявленных закономерностей формирования структуры микродуплексных сплавов при сверхпластической деформации предложена латунь (получен патент РФ), которая благодаря легированию алюминием, демонстрирует сверхпластичность с большими, чем сплавы аналоги, удлинениями (более 400%) и на порядок меньшей постдеформационной остаточной пористостью, а также титановый сплав, содержащий молибден и железо, сверхпластичный при пониженных до 675-775 °С температурах при получении листов по традиционным технологиям с применением прокатки.

3. Научные подходы, предложенные в работе, использованы для оптимизации состава и режимов получения сверхпластичных листов толщиной до 5 мм сплава 1565ч. Получены партии листов с микрозеренной структурой в промышленных условиях на Самарском металлургическом заводе (имеется акт внедрения), которые демонстрируют лучшие показатели сверхпластичности и механические характеристики, по сравнению с аналогичными сплавами для СПФ. Полученные в работе результаты использованы предприятиями РФ в хозяйственной деятельности для улучшения качества выпускаемой продукции (имеются акты использования результатов на предприятиях ЗАО «Чебоксарское предприятие «СЕСПЕЛЬ» и АО Композит).

Объекты исследования. Модельные и промышленные сплавы на основе систем Al-Mg, Al-Zn-Mg-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu), Al-Cu-(Mg) с матричным типом структуры (содержащие дополнительно дисперсоидообразующие элементы) и псевдоматричным типом структуры (содержащие дисперсоидообразующие и эвтектикообразующие элементы). Для подтверждения разработанного научного подхода в сплавах с дулексным типом структуры выбраны сплавы на основе меди (двухфазные латуни систем Cu-Zn, Cu-Zn-Al, Cu-Zn-Fe-Mn) и титана ($\alpha+\beta$ Ti-Al-V, Ti-Al-Mo-V, Ti-Al-Mo-V-Fe-(B) и псевдо- α Ti-Al-Mn сплавы).

Актуальность работы подтверждается реализованными под руководством автора проектами по теме диссертации, поддержанными фондами и организациями: грант РНФ № 23-19-00791; грант Президента РФ для ведущих научных школ № НШ-1752.2022.4 (2022 г.); грант РФФИ № 20-03-00778 (2020 г.); грант РНФ № 17-79-20426; грант Президента РФ № МК-232.2013.8 (2013 г.); Государственный контракт № 02.740.11.0161 в рамках ФЦП; Проекты Государственного задания вузам (11.18.2014 и 07.18.2020.0030); хозяйственными работами с хозяйствующими субъектами РФ.

Методология исследования. Подходы к достижению цели опираются на (1) уменьшение размера зерна через изменение технологии получения листовых полуфабрикатов горячей и холодной прокаткой (для матричных сплавов с промежуточным гетерогенизационным отжигом) и (2) изменение составов сплавов, через разработку новых композиций или модифицирование существующих сплавов. В основе разработанного подхода лежит принцип формирования многоуровневой структурной гетерогенности: управление параметрами частиц вторых (гетерогенизирующих) фаз (крупных эвтектического происхождения и дисперсоидов) и химическим составом фаз, как дополнительным важным фактором структурной гетерогенности. Направление исследования эвтектик как основы конструкционных алюминиевых сплавов развивает работы В.С. Золоторевского и Н.А. Белова (МИСИС). Кроме классических методов микроструктурного анализа и исследования механических свойств для установления закономерностей формирования структуры в алюминиевых сплавах использован метод механической спектроскопии.

Положения, выносимые на защиту:

1. Научный подход, основанный на принципе многоуровневой оптимизации гетерогенности структуры для управления кинетикой рекристаллизации, зеренной структурой, соотношением вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации, обеспечивающий улучшение показателей сверхпластичности алюминиевых сплавов, заключающийся в регламентированном содержании легирующих элементов в твердом растворе и бимодальном распределении по размерам частиц вторых фаз.

2. Установленные закономерности влияния химического состава и режимов обработки на формирование дисперсоидов алюминидов переходных, в том числе редкоземельных

металлов, имеющих кристаллическую, в том числе атомно-упорядоченную и квазикристаллическую структуру и режимы обработки, обеспечивающие наибольшую долю частиц наименьшего размера и связанное с этим улучшение показателей сверхпластичности алюминиевых сплавов.

3. Разработанная методика и ее успешная реализация при использовании метода механической спектроскопии для *in situ* анализа процесса рекристаллизации в алюминиевых сплавах и полученные закономерности, описывающие зависимость кинетики процесса от структурных и технологических факторов.

4. Количественные соотношения вкладов зернограницного скольжения, внутризеренной дислокационной и диффузионной ползучести в алюминиевых сплавах в зависимости от структурных параметров (размера зерна, параметров частиц вторых фаз и состава твердого раствора) и температурно-скоростных условий сверхпластической деформации.

5. Установленные механизмы улучшения показателей сверхпластичности в микродуплексных латунях и титановых сплавах путем целенаправленного легирования растворимыми элементами, совершенствующими аккомодационную функцию ОЦК β -фазы в процессе сверхпластического течения.

6. Химические составы и/или способы обработки сверхпластичных сплавов на основе алюминия, меди и титана, обеспечивающие улучшенный комплекс показателей сверхпластичности (рост скорости деформации на порядок и более, снижение температуры и уменьшение остаточной пористости) и постформовочных механических характеристик.

Степень достоверности: Достоверность полученных результатов обеспечена применением комплекса взаимодополняющих современных методик и статистически обоснованным объемом экспериментальных данных.

Апробация: Основные результаты работ доложены автором и обсуждены на международных и всероссийских научных конференциях: EuroSPF 2010, 2013, 2014, 2019, 2020, 2024 (Доностия-Сан-Себастьян/Испания, Шпейер/Германия, Вадуц/Лихтенштейн, Матера/Италия, Тулуза/Франция, Бидарт/Франция); ICSAM 2012, 2015, 2018, 2023, 2026 (Альби/ Франция, Токио/Япония, Санкт-Петербург/Россия, Барселона/Испания, Сучжоу/Китай); УМЗНМ 2010, 2012, 2014, 2016, 2018, 2022, 2024 (Уфа, Россия); ПРОСТ 2018, 2023 (Москва, Россия); ISAA17 2020 (онлайн, Гренобль, Франция); ICIFMS-19 2022 (онлайн участие, Италия/Россия), Бернштейновские чтения 2022 (Москва, Россия); ФТПМ-2025 (Уфа, Россия).

Вклад автора. Диссертационная работа обобщает результаты многолетней работы соискателя лично и в сотрудничестве с коллегами в области изучения явления сверхпластичности. Автору принадлежат постановка цели и задач исследования, выбор

объектов, планирование и проведение экспериментов, анализ и обобщение результатов, формулировка выводов, а также подготовка всех научных публикаций.

Структура и объем. Диссертация изложена на 346 страницах машинописного текста, состоит из введения, 6 глав, заключения из 7 выводов, 2 Приложений. Содержит 246 рисунков, 23 таблицы, библиографический список из 355 наименований.

Благодарности. Автор благодарит своего учителя профессора Портного Владимира Кимовича за знания, вдохновение и научную интуицию; научного консультанта, профессора Головина Игоря Станиславовича за многолетнюю поддержку, ценные обсуждения и развитие методологии механической спектроскопии применительно к исследуемым сплавам. Особая признательность коллегам с кафедры Металловедения цветных металлов и ЦКП «Материаловедение и металлургия» НИТУ МИСИС, в сотрудничестве с которыми выполнены основные эксперименты и подготовлены публикации, создан задел для постановки задач и их реализации, а также за емкие научные дискуссии. Автор благодарит семью за терпение на всех этапах этой долгой и важной работы и родителей за опору и поддержку.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** изложена актуальность работы, практическая значимость и научная новизна исследований, выдвинуты положения, выносимые на защиту.

В **части I** диссертации представлены особенности формирования структуры алюминиевых сплавов при термомеханической обработке (ТМО) (Главы 1-3). В **первой главе** описаны параметры структуры листов сплавов матричного (<3% нерастворимых при СПД частиц кристаллизационного происхождения) и псевдоматричного (с 5-8% частиц структурного типа на основе Al-Mg (магналии), Al-Zn-Mg-Cu (высокопрочные сплавы), Al-Cu-Mg и Al-Mg-Si-Cu (авиали), легированных эвтектикообразующими и дисперсоидообразующими элементами (Ni, Fe, Ce, Mn, Cr, Zr, Sc, Y, Er) в литом, гомогенизированном и термомеханически обработанном состояниях (прокатка или ВИК). Установлены основные фазы, их коэффициент формы (КФ), средний размер (d) и объемная доля (f) (рис.1,2, Таблица 1).

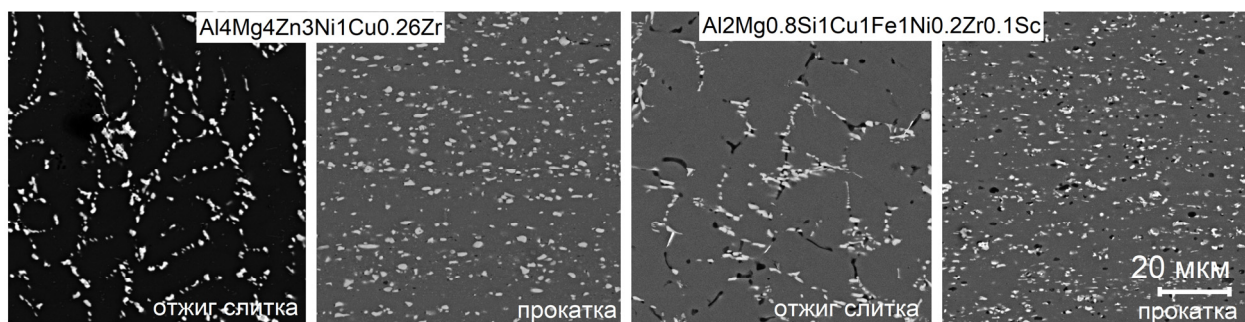


Рисунок 1 – Типичные микроструктуры псевдоматричных сплавов после отжига слитка и прокатки

Введение Ni (до 3.5%) и совместно Fe и Ni (по 0.9-1%) формирует фазы Al_3Ni и Al_9FeNi , соответственно, частицы которых после прокатки имеют средний размер 0.7-2 мкм и $KФ \sim 0.9$, долю 5-8%, что делает эти элементы перспективными для управления гетерогенностью структуры (рис.1, 2). В фазе Al_9FeNi растворения прочих легирующих элементов не выявлено, а в Al_3Ni растворяется Cu. Структура и морфология частиц в сплавах с Ni слабо зависят от чистоты использованного алюминия (A99, A85, A7). Добавка дисперсоидообразующего Mn (0.6-0.7%) в магналии с ~1% Ni и Fe формирует грубые фазы, содержащие все переходные металлы с $KФ < 0.8$, что вынуждает снижать содержание Fe до $\leq 0.7\%$ для сохранения морфологии частиц и дисперсоидообразующего эффекта Mn (рис.1а,д).

Легирование магналиев Ce и Fe формирует фазы $Al_{11}Ce_3$ и $Al_{10}Fe_2Ce$, в присутствии Mn - $Al_{20}MnCe_2$, (рис.2г) частицы которых однородно распределены в деформированной матрице и имеют коэффициент формы около 0.85, долю 5-6%. Ввиду чувствительности фазового состава и огрубления частиц в сплавах с Mn и Ce при избытке Si и Fe необходимо применять алюминий повышенной чистоты (A85,A99).

Таблица 1. Основные исследуемые системы легирования Al сплавов, основные гетерогенизирующие структуру фазы, их средний размер (d), коэффициент формы (КФ), объемная доля (f) при температуре СПД

Сплав	Частицы кристаллизационного происхождения				Дисперсоиды		
	Фазы	d, мкм	КФ	$\sim f, \%$	Фазы	d, нм	$\sim f, \%$
Al-Mg-Zr-Er	$(Al,Mg)_3(Er)$	1.1	0.85	1.4	$Al_3(Er,Zr)$	7	0.4
Al-Mg-Mn-Cr	$Al_6(Mn,Cr)$	0.7-0.9	0.8	1.5-2.3	I-фаза, $Al_6(Mn,Cr)$	28-90	2-5
Al-Cu-Mg-Fe-Ni-(Sc, Zr)	Al_9FeNi	1.1	0.86	6	Al_3Zr $Al_3(Sc,Zr)$	13-14	0.3/0.4
Al-Mg-Fe-Ni-Zr-Sc	Al_9FeNi	0.7-1.5	0.85	6	$Al_3(Sc,Zr)$	11	0.4
Al-Mg-Fe-Ni-Mn-Cr-(Zr)	$Al_6(Mn,Fe)+Al_9FeNi$	0.7-1.5	0.85	6	I-фаза, $Al_6(Mn,Cr)$, ϵ , Al_3Zr	11	2-4/0.1
Al-Mg-Fe-Ce-(Zr, Sc)	$Al_{11}Ce_3+Al_{10}Fe_2Ce$	0.7	0.85	4	$Al_3(Sc,Zr)$	11	0.4
Al-Mg-Fe-Ce-Mn-Cr-Zr	$Al_{11}Ce_3+Al_6(Mn,Fe)+Al_{13}(Mn,Fe)_4+Al_{20}MnCe_2+Al_{10}Fe_2Ce$	0.7-1.5	0.82	5	I, $Al_6(Mn,Cr)$, ϵ , Al_3Zr	36-49	2-4/0.1
Al-Mg-Zn-Ni-Zr-(Sc)	$Al_2NiCu/Al_3(Ni,Cu)+(T/\eta)$	1.1-3	0.84/0.94	3-8	$Al_3Zr/Al_3(Sc,Zr)$	9	0.3
Al-Mg-Zn-Fe-Ni-Zr-(Sc)	$Al_9FeNi+(T/\eta)$	1.1	0.86	7	$Al_3(Sc,Zr)$	9-11	0.3-0.4
Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc	$Mg_2Si+Al_9FeNi+AlSc_2Si_2$	1.2-1.9	0.84/0.81	6		12	0.4
Al-Mg-Si-Cu-Ce-Zr-Sc	$Mg_2Si+Al_{11}Ce_3+(Al,Cu)CeSi$	1.1-1.8	0.82/0.73	6-11			
Al-Mg-Si-Cu-Ni-Zr-Sc	Mg_2Si+Al_3Ni	1.2-1.5	0.82/0.86	4-8			

Введение в авиали ~0.5 % Er или Y, также как и 2-4 %Ce, 0.5-4 %Ni не удовлетворяет предложенному подходу к разработке сплавов, т.к. связывает основные легирующие

элементы Si и/или Cu в фазы кристаллизационного происхождения AlCeSi , (Al,Ce,Cu,Si) , Al_2NiCu , $\text{Al}_3(\text{Ni,Cu})$ с $\text{КФ} < 0.8$, а в сплаве с Y дополнительно выделяются первичные кристаллы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. В авиалах часть Sc связана в фазу AlSc_2Si_2 кристаллизационного происхождения, что ограничивает эффективную концентрацию Sc до 0.1% и Si до 0.8% (рис.1г,з, рис.2д,е).

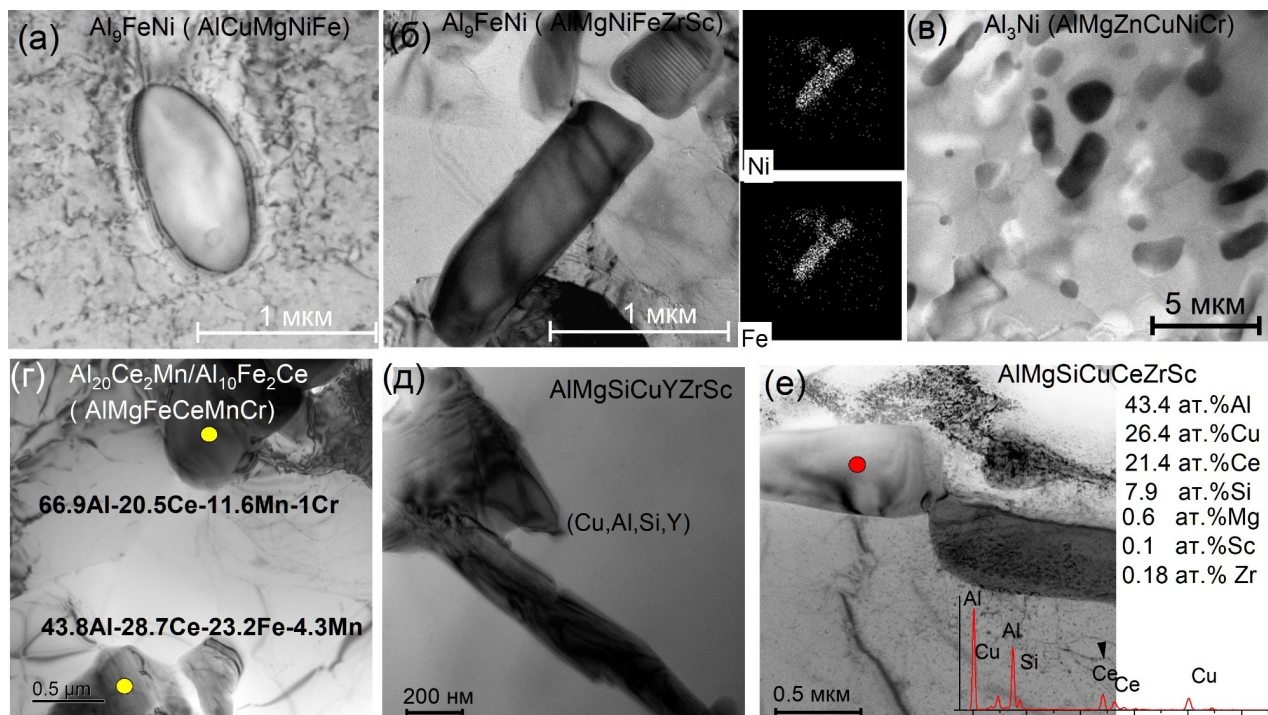


Рисунок 2 – Частицы эвтектического происхождения в ПЭМ сплавов с (а-в)Ni и Fe, (г)Ce и Fe (д) Y, (е) Ce,Si,Cu

При сравнительно малой объемной доле (2-3%) частицы кристаллизационного происхождения образуют строчки, вытянутые в направлении прокатки (сплавы с Er, Y и до 1%Ni). При повышении доли частиц до 5-8% ($\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$, Al_3Ni , Al_9FeNi) отжиг слитка при 470-500°C (>3 ч) и обжатие при прокатке >83% обеспечивают КФ частиц >0.8 и их однородное распределение в матрице. Интенсификация пластической деформации за счет применения всесторонней изотермическойковки (ВИК) (по сути многопереходной осадки) при 350°C и $\sum \epsilon > 12$ уменьшает средний размер частиц Al_9FeNi и Mg_2Si в 1.5-2 раза по сравнению с прокаткой. Снижение скорости охлаждения при литье с 15 до 3К/с увеличивает размер частиц после ТМО в 1.3-2 раза.

Во **второй главе** проанализирован распад пересыщенного Mn, Cr, Zr и РЗМ твердого раствора на основе Al и параметры дисперсоидов в зависимости от режимов обработки, исходя из необходимости обеспечения высоких значений сдерживающей силы Зинера ($P_z \sim f/d$) при температурах сверхпластической деформации. Определены условия образования дисперсоидов с наибольшим параметром f/d и факторы на них влияющие.

В магналиях с 1.5-5%Mg и 0.6-2%Mn при температурах 350-380 °С формируется частично когерентная икосаэдрическая квазикристаллическая I-фаза равноосной формы, преимущественно на дислокациях, которая сохраняет размеры после ТМО (рис.3-4).

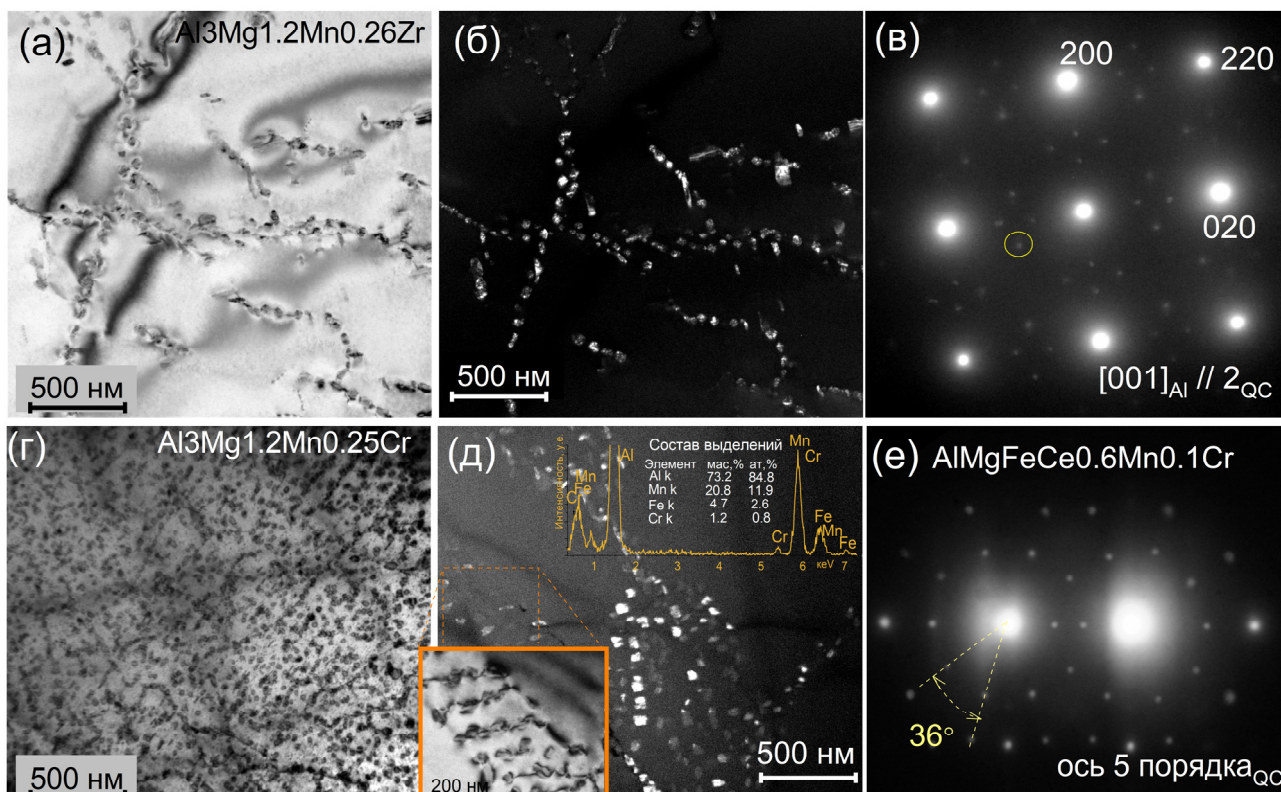


Рисунок 3 – Выделения I-фазы (а,б,д,е) светлое поле (в,ж) темное поле и (г,з) электронограммы

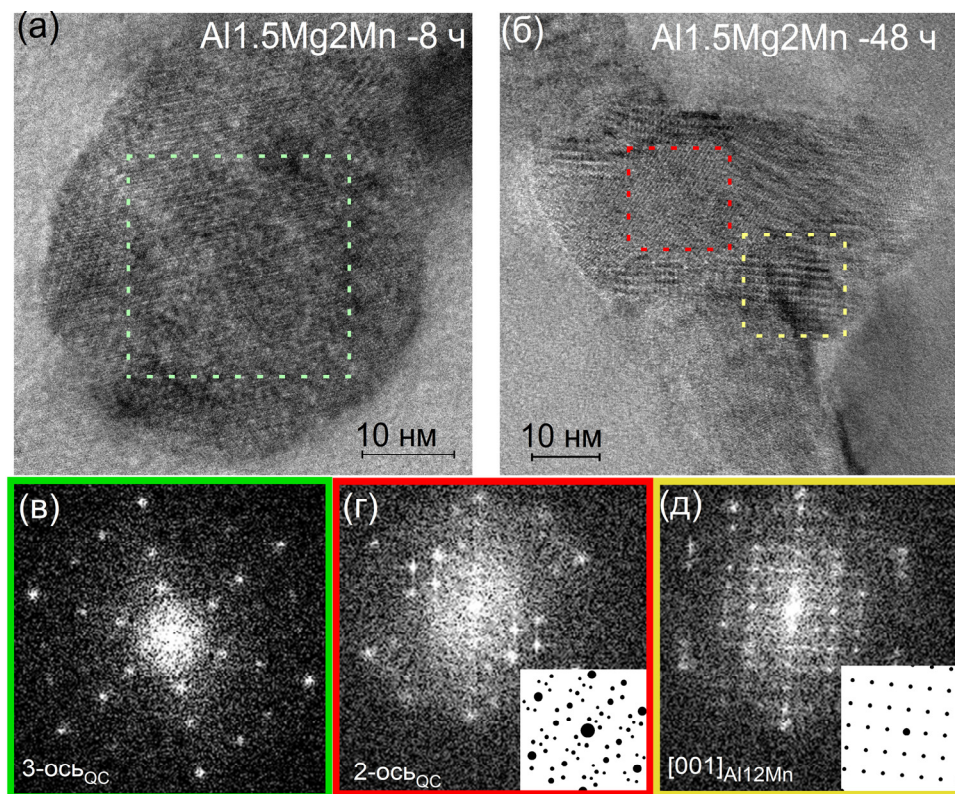


Рисунок 4 –Изображение (а) I-фазы, (б) I и Al₁₂Mn фаз и (в,г,д) Фурье преобразования с участков высокого разрешения ПЭМ после отжига (а,в) 8 ч и (в-д) 48 часов при 350°С

По данным ЭДА рост концентрации Mg выше уровня фона в I-фазе не обнаружен, при этом Mg увеличивает ее долю, что объяснено повышением плотности дислокаций и ускорением диффузии Mn через комплексы вакансия-примесный атом Mg. Средний размер частиц I-фазы увеличивается с 26 ± 2 до 38 ± 2 нм с увеличением %Mg с 1.5 до 3-4.8% после 8 ч при 360°C. Выдержка >32 ч или повышение температуры до 400°C формирует $Al_{12}Mn$ фазу на частицах I-фазы.

Атомы Cr и Fe растворяются в фазах с Mn, замещая его, что повышает плотность распределения и термическую стабильность дисперсоидов: при 4.8%Mg I-фаза имеет $d=36 \pm 2$ нм после 24-48 ч при 360 °C. Кроме того, в сплавах с Cr I-фаза выделяется в свободных от дислокаций областях.

При 430-480°C образуются пластины Al_6Mn фазы, которые измельчаются при ТМО. Добавка Cr уменьшает d с 75-90 до 45-50 нм, увеличивает КФ (рис.5а-б). При 0.6%Mn и 0.25%Cr и 0.4%Mn при 0.15%Cr в растворе, дополнительно выделяется $\epsilon-Al_{18}Mg_3Cr_2$ фаза среднего размера 45 ± 6 нм (рис.5е), ϵ -фаза основная в сплавах с Mg без Mn при 0.2-0.3Cr, в ϵ -фазе растворяется цинк. При >6.5%Mg формируются агломераты фаз $Al_{18}Mg_3Mn_2$ / $Al_{18}Mg_3(Mn,Cr)_2$, снижающие f/d для дисперсоидов.

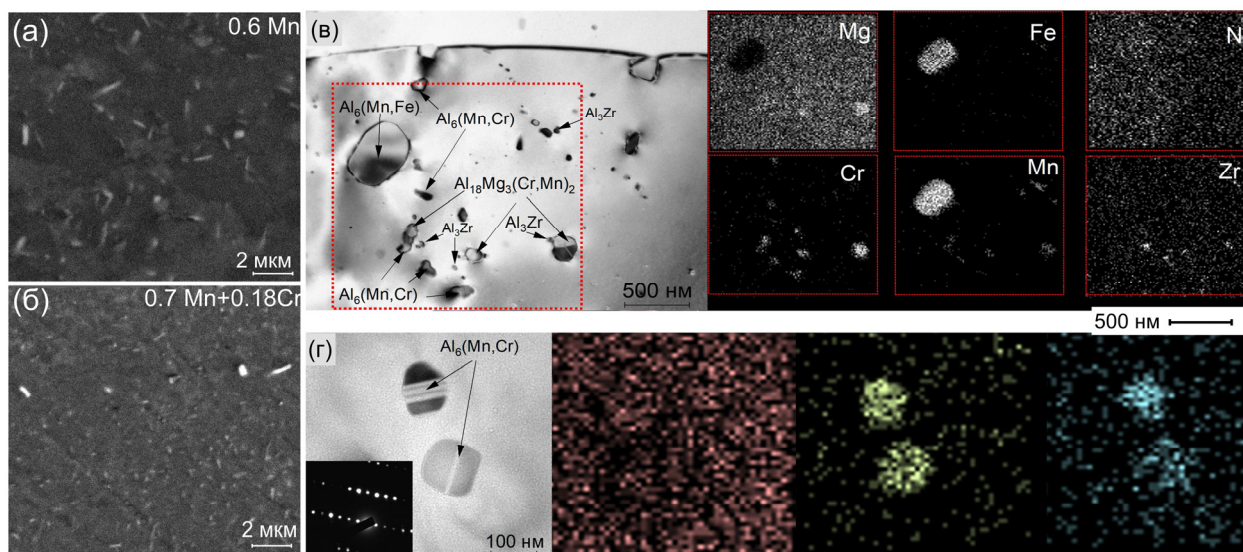


Рисунок 5 - Дисперсоиды в сплавах (а)Al5MgMn, (б)Al5MgMnCr, (в,г)AlMgFeNiMnCr

Формирование L_{12} Al_3Zr и $Al_3(Er/Sc,Zr)$ фаз происходит по механизмам прерывистого и непрерывного распада (рис.6). Вытянутые веерообразные выделения состоят из отдельных фрагментов размерами 10-40 нм, демонстрирующих контраст Эшби-Брауна у поперечных границ. Непрерывный распад обеспечивается увеличением времени отжига >30 ч при 350-360°C или повышение температуры до ~420°C в сплавах только с Zr. Введение 0.1-0.3 %Er и особенно 0.1-0.2%Sc ускоряет непрерывный распад, повышает плотность и однородность выделений L_{12} -фазы после одноступенчатых режимов отжига,

уменьшает ширину зон прерывистого распада. Размер дисперсоидов после отжига при $350\pm 5^\circ\text{C}$ составляет 7-11 нм, увеличиваясь при легировании Er и особенно Sc.

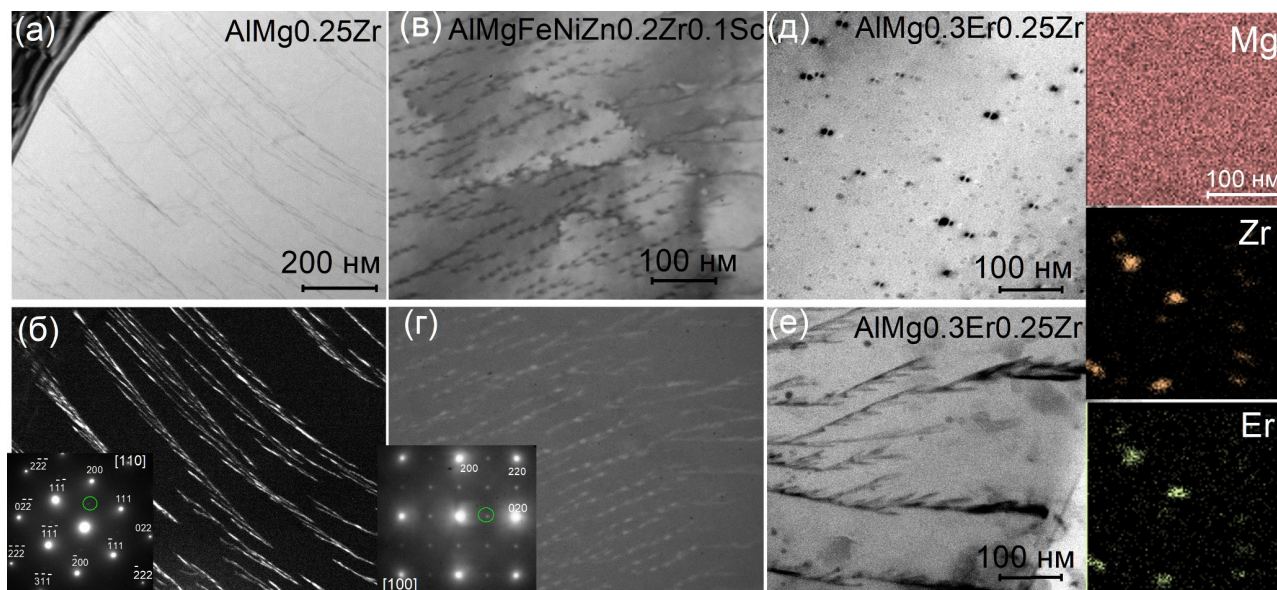


Рисунок 6 – L_{12} выделения в сплавах, образованные (а-г,е) путем прерывистого распада и (д) непрерывного распада после отжига слитка при $355\pm 5^\circ\text{C}$ с картами распределения элементов

Повышение температуры до $\sim 420^\circ\text{C}$ увеличивает средний размер Al_3Zr до 18 ± 1 нм за 134 ч, $\text{Al}_3(\text{Er},\text{Zr})$ до 20 ± 1 нм за 32 ч, $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ до 27 ± 2 нм за 12 ч. Двухступенчатый отжиг (360°C и $430-480^\circ\text{C}$) обеспечивает максимальные прирост твердости и соотношение f/d для L_{12} -фазы в исследуемых сплавах за более короткое время обработки, одновременно удовлетворяя требованиям фрагментации эвтектических частиц в псевдоматричных сплавах. Вторая ступень сохраняет L_{12} структурный тип и обеспечивает средний размер Al_3Zr и $\text{Al}_3(\text{Er},\text{Zr})$ фаз $(7-8)\pm 1$ нм при температуре $425\pm 5^\circ\text{C}$ и $(9-11)\pm 2$ нм при $470-500^\circ\text{C}$, а для $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ – $(11-14)\pm 2$ нм при $470-500^\circ\text{C}$ (рис.7). Введение Sc и Er приводит к гетерогенному зарождению дисперсоидов на дислокациях и ГЗ. После ТМО по выбранным режимам $d=7-14$ нм, в зависимости от сплава и обработки.

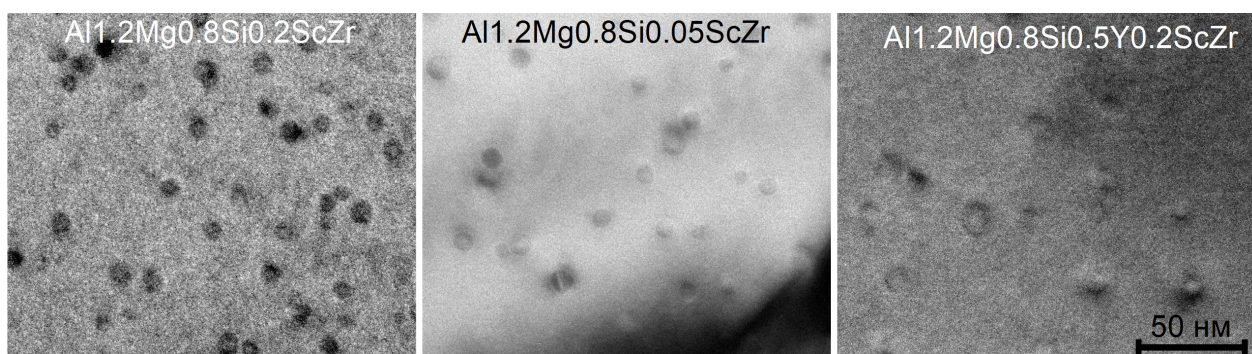


Рисунок 7 – L_{12} выделения в авиалавах разного состава после отжига слитка при $360-480^\circ\text{C}$

Таким образом, полученные результаты позволили выбрать перспективные составы и режимы обработки, обеспечивающие повышенную долю дисперсных частиц в сплавах

разных систем. Установлено, что двухступенчатый отжиг удовлетворяет требованиям к получению высокой плотности распределения дисперсоидов в матрице и компактности частиц кристаллизационного происхождения (Таблица 1).

В третьей главе проведен анализ влияния состава твердого раствора и параметров частиц в алюминиевых сплавах на формирование зеренной структуры при рекристаллизации и ее стабильность методом внутреннего трения (ВТ). В холоднодеформированных Al сплавах, отличающихся содержанием легирующих элементов и параметрами частиц вторых фаз, при нагреве на температурных зависимостях внутреннего трения (ТЗВТ) обнаружен и систематически исследован псевдо-пик P_R (рис.8,9а), отражающий резкое снижение плотности дислокаций при рекристаллизации. Разработана схема формирования данного эффекта (рис.8в), показано, что его температура близка к температуре начала рекристаллизации при используемой скорости нагрева и не зависит от частоты вынужденных колебаний. Псевдо-пик P_R использован в качестве инструмента для изучения степени гетерогенности структуры на процессы рекристаллизации.

Согласно температурному положению P_R и микроструктурному анализу температура начала рекристаллизации слабо зависит от малой добавки цинка, но снижается при легировании Mg и увеличении его содержания в сплавах с 0.3 до 5%, а также дополнительно уменьшается в присутствии $Al_6Mn/Al_6(Mn,Cr)/\epsilon$ -фаз среднего размера 45-90 нм при их объемной доле ~4-7%.

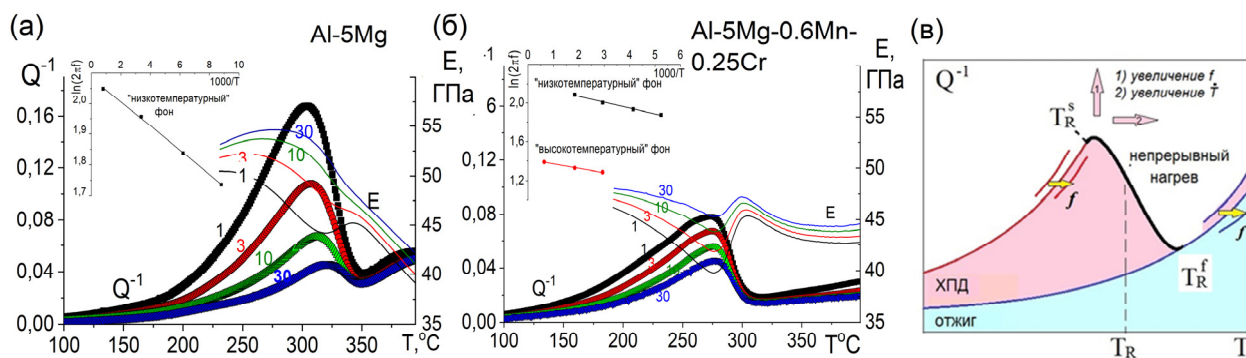


Рисунок 8 - ТЗВТ и модуля упругости при нагреве до 400 °С холоднокатаных сплавов (а) Al-5Mg, (б) Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr и (в) схема образования псевдо-пика ВТ

В присутствии частиц I-фазы среднего размера ~30 нм (расчетное значение f до 7%), а также дисперсоидов $L1_2$ фазы размерами 7-12 нм и долей 0.3-0.4% после двухступенчатых режимов отжига слитков или в присутствии частиц $d=300$ нм и $f=0.07-0.1$ при условии малолегированного твердого раствора при нагреве доминирует возврат, P_R при нагреве не выявлен до 400°C, а структура остается нерекристаллизованной (рис.9). При этом увеличение доли частиц Al_3Ni/Al_9FeNi среднего размера 0.7-2.2 мкм снижает температуру P_R , т.е. температуру начала рекристаллизации в сплавах с малолегированным твердым раствором и магналиях, в том числе с дисперсоидами Mn и Cr содержащих фаз. В сплавах

с 7 и 10% частиц ($d=1.1-2.2$ мкм) кинетика временных зависимостей ВТ аналогична, т.е. по данным анализа ВТ 7% частиц указанного размера достаточно для эффективного стимулирования рекристаллизации при используемых обжатиях при прокатке, что важно с точки зрения конструирования сплавов с эвтектической составляющей. Крупные частицы не обеспечивают статической рекристаллизации в сплавах с размером дисперсоидов L_{12} фазы 7-14 нм и $f=0.3-0.4\%$.

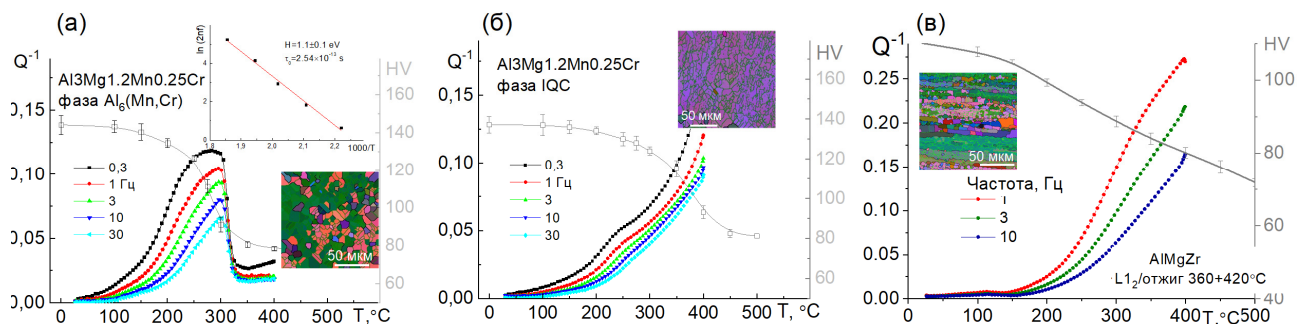


Рисунок 9 - ТЗВТ при нагреве (левая шкала) и HV- Тотж (правая шкала) холоднокатанных образцов сплавов (а,б) Al-3Mg-0.25Zr с L_{12} фазой образованной по механизму (а) прерывистого и (б) непрерывного распада и (в,г) Al-3Mg-1.2Mn-0.25Cr с (в) $Al_6(Mn,Cr)$ и (г) I-фазой

В сплавах с рекристаллизованной структурой формируется термически активируемый пик ВТ при 170-250°C, активационные параметры которого свидетельствуют о зернограницной (ЗГ) природе эффекта за счет релаксации напряжения на высокоугловых границах (ВУГ) зерен (рис.10а). Использование теории скоррелированных релаксационных процессов Конга дает типичные значения энергии активации ЗГ релаксации $H \sim 1$ эВ и характеристического времени релаксации $\tau_0 = 10^{-11}-10^{-13}$ с. С увеличением размера зерна положение максимума ЗГ пика ВТ смещается в область более высоких температур, а энергия активации ЗГ релаксации увеличивается (рис.10б). При формировании «бамбуковой» структуры ЗГ пик не наблюдали до 550 °C.

Благодаря увеличению концентрации атомов Mg в сплавах с 0.3 до 3-5% и росту f/d дисперсоидов (рис.10в,г), степень ЗГ релаксации уменьшается. В присутствии дисперсоидов ($d < 100$ нм) происходит рост измеренной энергии активации и сокращение времени ЗГ релаксации ввиду эффективного закрепления границ зерен. Малая добавка Zn в магналиях с рекристаллизованной структурой не влияет на время релаксации, но снижает измеренную энергию активации и степень ЗГ релаксации.

В сплавах с дисперсоидами 10-30 нм L_{12} и I-фазы, как следствие, с нерекристаллизованной субзеренной структурой, при температурах 270-400 °C выявляется термически активируемый пик P1 с активационными параметрами, свидетельствующими о релаксации за счет дислокаций или малоугловых границ (МУГ), температура максимума пика повышается с уменьшением размера частиц с 35 до 10 нм. При $f=0.4\%$, $d=7$ нм Al₃Zr P1 пик не выявляется до 400°C, т.е. частицы с указанными параметрами сдерживают релаксацию по МУГ.

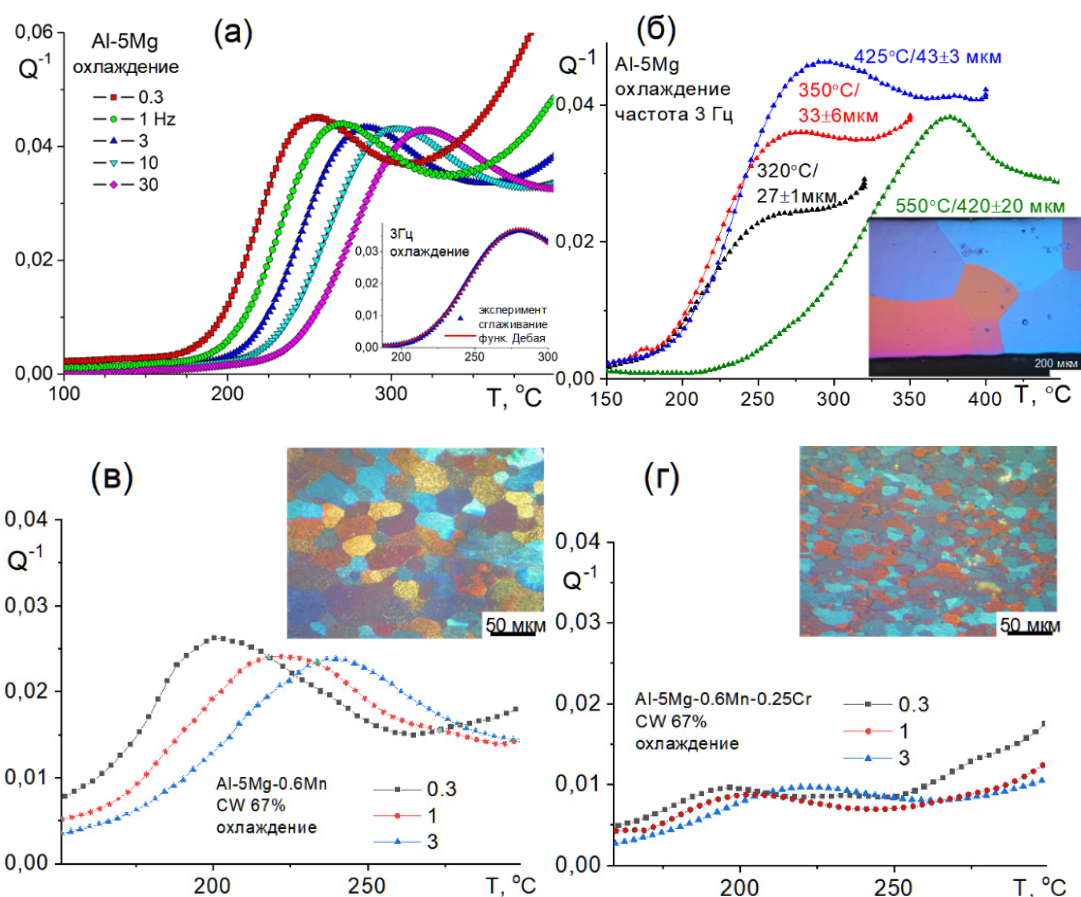


Рисунок 10 – Кривые ТЗВТ при охлаждении сплава (а,б) Al-5Mg с разным размером зерен (в) Al-5Mg-0.6Mn и (г) Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr после ТМО и рекристаллизации

Для изучения изменения плотности и подвижности дислокаций и границ зерен при рекристаллизации анализировали амплитудную зависимость внутреннего трения (АЗВТ) при температуре около псевдо-пика P_R для малолегированных сплавов (рис.11а). Критическая амплитуда отрыва дислокаций от точек закрепления ε_{cr2} при 0.3Mg выше, чем при 0.3Zn в несколько раз, т.е. напряжение отрыва дислокаций ($\sigma_{отр} = E \times \varepsilon_{cr2}$) в сплаве с Mg больше. Mg увеличивает значения ε_{cr2} , что обеспечивает замедление возврата и ускорение рекристаллизации.

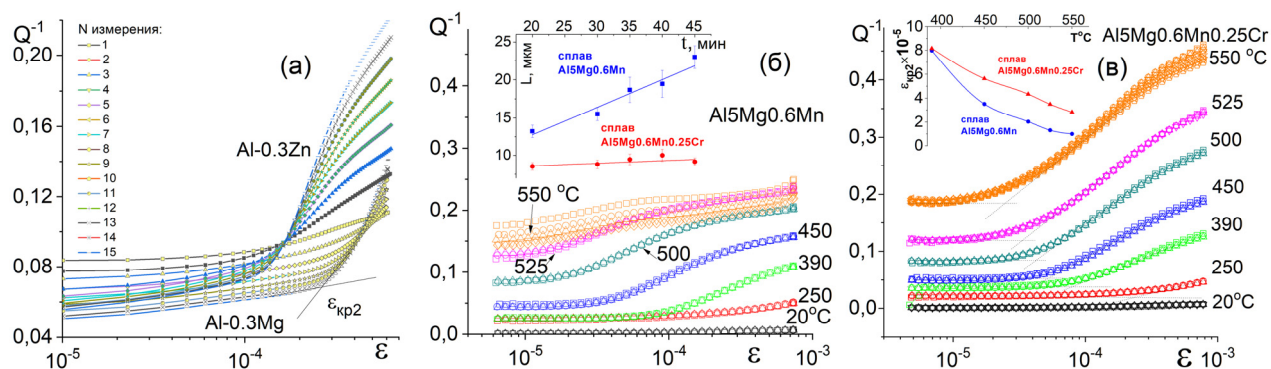


Рисунок 11 - АЗВТ при температуре 262 °C сплавов (а) Al-0.3Zn/Mg и (б,в) при нагреве от 20 до 500 °C (б) Al-5Mg-0.6Mn, (в) Al-5Mg-0.6Mn-0.25Cr

Совместное введение Cr и Mn в сплав Al-5%Mg приводит к увеличению критической амплитуды деформации в интервале температур 390-550 °C (рис.11б,в). В сплаве с дисперсоидами Al₆(Mn,Cr)/Al₁₈Mg₂Cr₃ $d=45$ нм, $\varepsilon_{кр2}$ закономерно выше, чем с фазой Al₆Mn и $d=80$ нм (врезка на рис.11в). АЗВТ также чувствительна к стабильности рекристаллизованной зеренной структуры, что подтверждают микроструктурные исследования (врезка на рис.11б). В сплаве с $d=45$ нм размер зерна слабо меняется за 40 минут выдержки при подсолидусной температуре 550 °C и фон ВТ снижается слабо, в отличие от сплава только с Mn в котором рост зерна сопровождается интенсивным снижением фона ВТ.

В **части II** диссертации изложены особенности сверхпластической деформации сплавов с разным типом структуры (Главы 4-6). В **четвертой главе** проанализировано влияние структурных факторов на размер зерна (рис.12,13) и показатели сверхпластичности (напряжение течения σ , показатель скоростной чувствительности напряжения m , максимальные значения которого соответствуют оптимальной скорости деформации и относительное удлинение до разрушения δ при постоянной скорости деформации $\dot{\varepsilon}$) (рис.14,15).

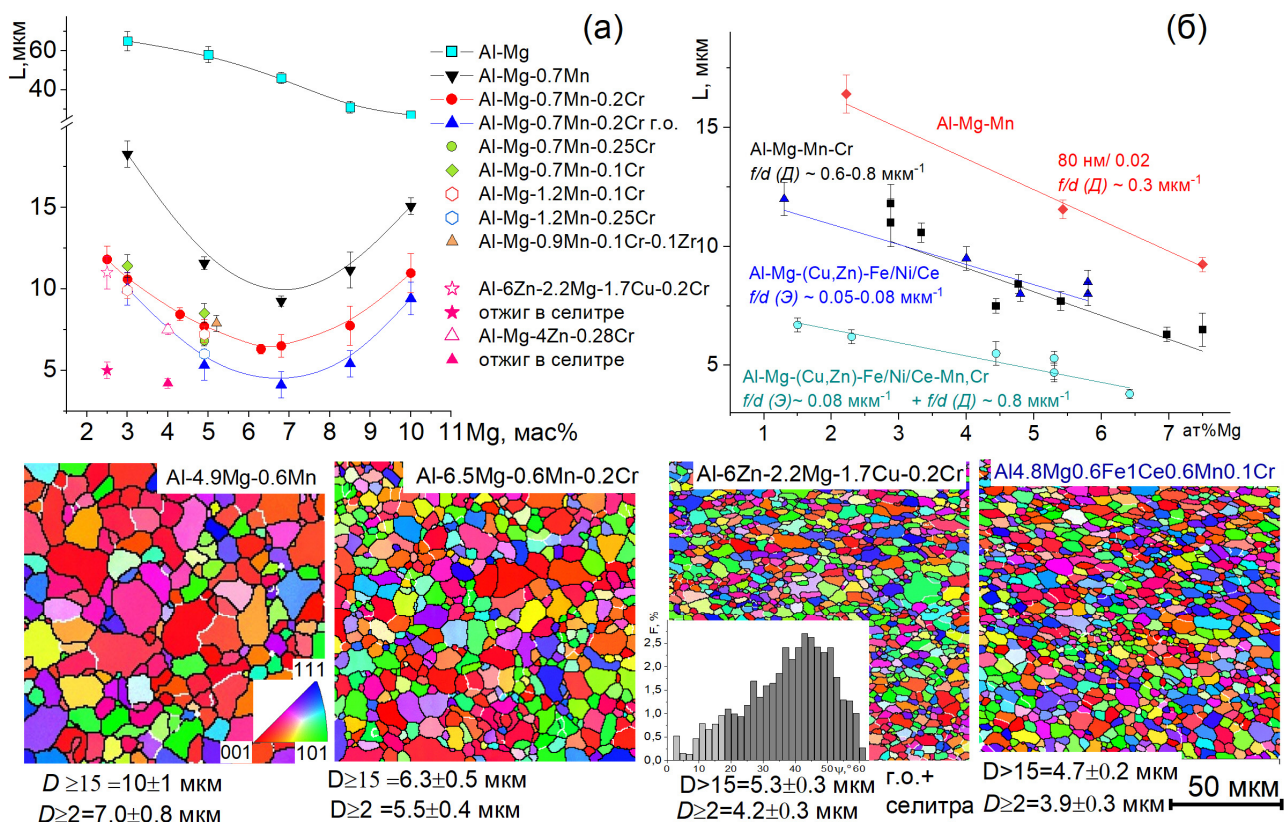


Рисунок 12 – Зависимости размера зерна от концентрации Mg после отжига при $(0.95-0.97)T_{пл}$ и примеры зеренной структуры (ДОЭ – дифракция обратно рассеянных электронов)

В присутствии дисперсоидов Al₆Mn/Al₆(Mn,Cr)/ ε (Al₁₈Mg₂Cr₃) фаз с $d=45-90$ нм формируется рекристаллизованная структура с долей ВУГ более 85% (рис.12). Размер зерна уменьшается с увеличением концентрации Mg в двойных сплавах с 3-10%Mg, ввиду

ускорения кинетики рекристаллизации, отмеченной выше и ограничения подвижности ГЗ, и проходит через минимум в ~ 5 мкм при $\sim 6.5\%$ Mg в сплавах с Cr и Mn и ~ 9 мкм в сплавах только с Mn. Крупные частицы эвтектического происхождения при доле $6\pm 1\%$ и $d=0.7-1.2$ мкм уменьшают размер зерна до 4-5 мкм при $\sim 4.8\%$ Mg. Огрубление при концентрациях более 6.5% Mg обусловлено формированием агломератов фаз $Al_{18}Mg_2Mn_3/Al_{18}Mg_2(Mn,Cr)_3$.

Сплавы с дисперсоидами L1₂ фаз размером 7-14 нм и долей $\sim 0.3\%$ сохраняют нерекристаллизованную структуру до подсолидусных температур (рис.13). С ростом фракции крупных частиц с 1.5 до 5-7% доля высокоугловых границ зерен в исходной структуре увеличивается с 20 до 50-65%. Размер зерен в рекристаллизованном объеме в сплавах с псевдоматричной структурой в ~ 1.5 раза меньше, чем в матричных сплавах.

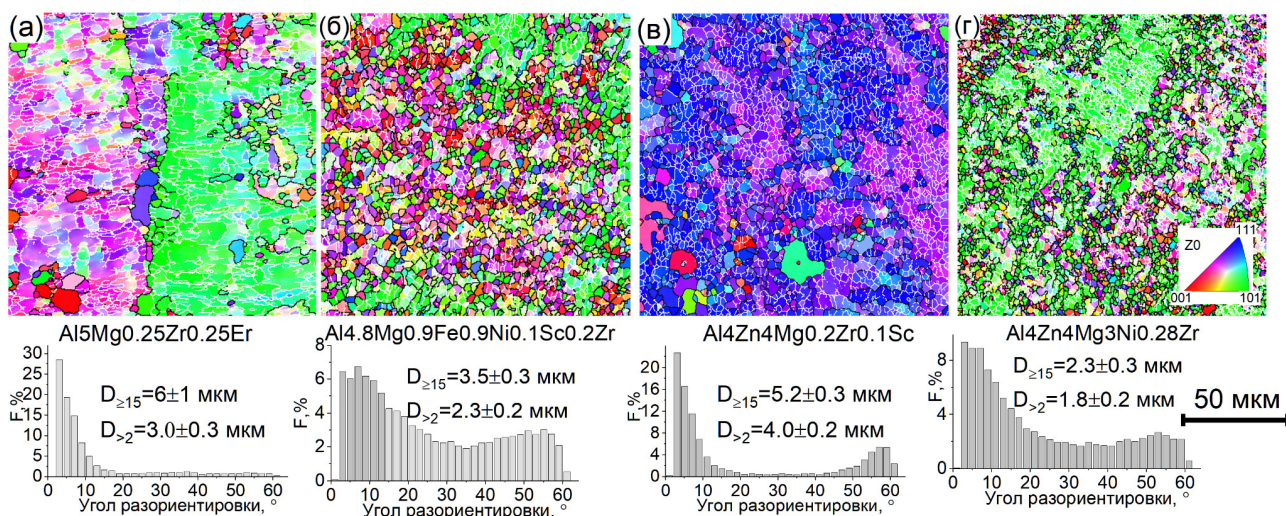


Рисунок 13 - ДОО карты распределения ГЗ после отжига при $460\pm 20^\circ\text{C}$ в сплавах с L1₂ дисперсоидами

С уменьшением размера зерна, ввиду роста f/d для частиц вторых фаз, увеличением содержания Mg в твердом растворе, оптимальная скорость деформации и удлинения значимо растут (рис.14). Сплавы с Mn/Cr наилучшие показатели демонстрируют при 0.95-0.97Тпл. При увеличении концентрации Mg с 3 до 6.5-7% в матричных сплавах оптимальная скорость деформации возрастает с $2\times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ до $5\times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, δ растут с 200-250 до 350-450%. Добавка Cr при 0.6-1.2 %Mn и дополнительное легирование $\sim 0.1\%$ Zr снижает напряжение течения, повышает оптимальную скорость деформации и удлинение. Увеличение оптимума $\dot{\epsilon}$ до $5\times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, удлинений в 1.3-1.5 раза обеспечивает отжиг-гетерогенизация в матричных магналиях.

Легирование эвтектикообразующими элементами Fe и Ni/Ce повышает оптимальную скорость на порядок с 10^{-3} до 10^{-2} c^{-1} с удлинением $>400\%$, и 300 % при $m\geq 0.3$ сохраняется вплоть до $1\times 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ в сплавах с L1₂ дисперсоидами (рис.14). При наличии крупных частиц, стимулирующих рекристаллизацию, I-фаза с $d=36$ нм обеспечивает улучшение показателей. В этом ключе псевдоматричные сплавы выгодно отличаются от матричных, в

которых I-фазы сдерживает рекристаллизацию до 400°C, но структура огрубляется при повышенных температурах и сверхпластичность не проявляется.

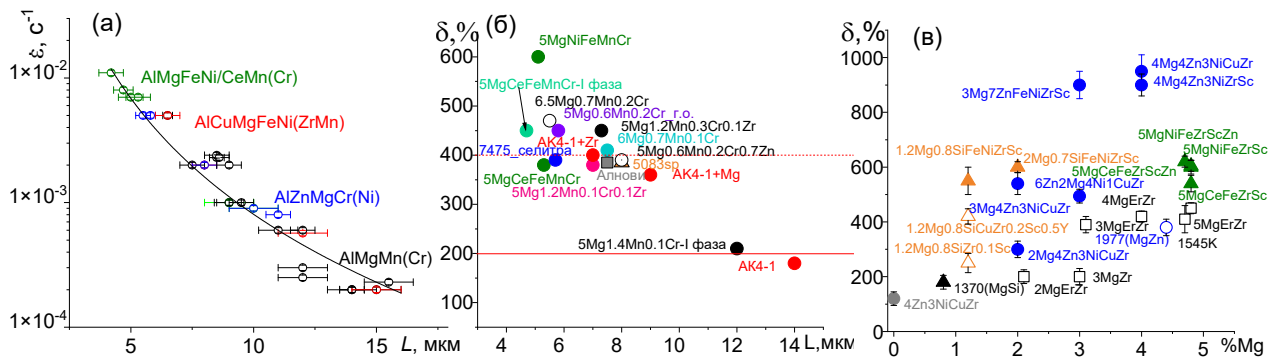


Рисунок 14 - Зависимость (а) $\dot{\epsilon}_{\text{opt}}$ и (б) относительного удлинения при $\dot{\epsilon}_{\text{opt}} = (0.5-5) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и 0.95-0.97Тпл от среднего размера зерна в сплавах с высокой долей ВУГ и (в) данные δ при $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ в зависимости от содержания Mg для сплавов с $L1_2$ фазой

Повышение содержания Mg в сплавах всех систем легирования снижает чувствительность размера зерна к скорости нагрева, уменьшает размер зерна, обеспечивает рост оптимальной скорости СПД и удлинений (рис.15).

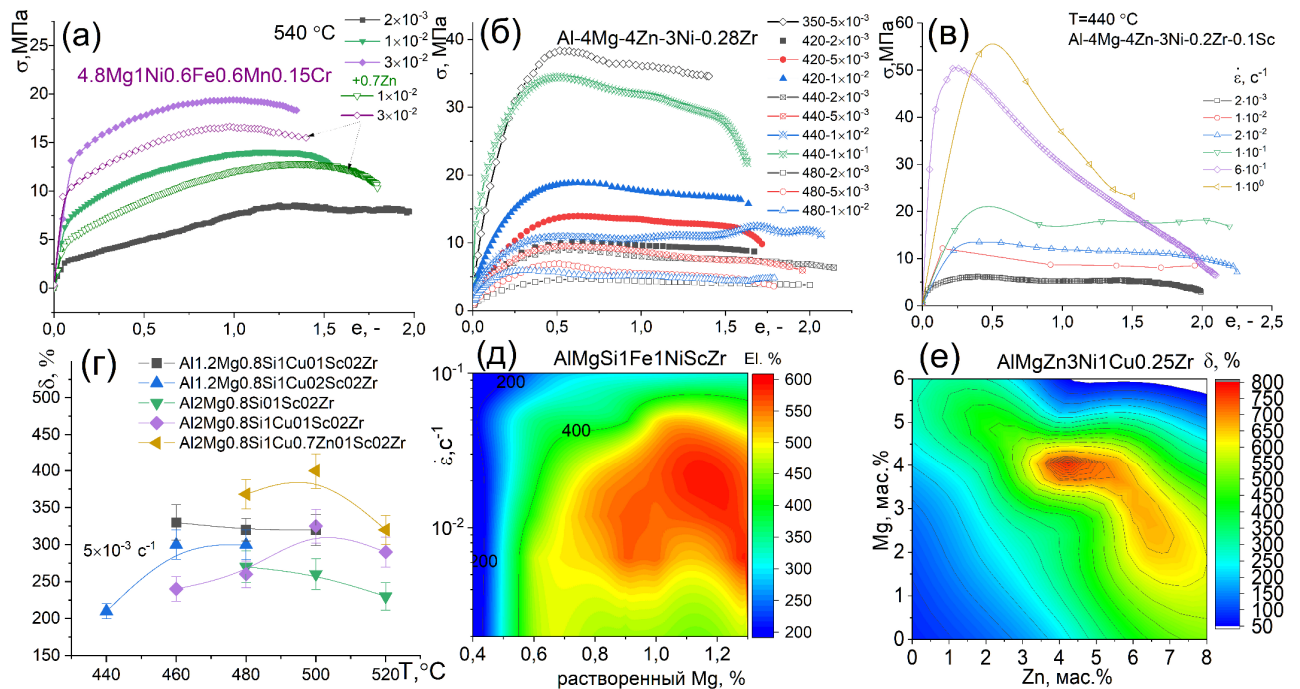


Рисунок 15– (а-в) Кривые деформации и (г-е) относительные удлинения Al сплавов

Увеличение с 2 до 5%Mg в системе Al-Mg-Zr-(Sc,Er) увеличивает δ с 200 до 400-600%, снижает напряжения течения, увеличивает m , способствует росту значений оптимальной скорости деформации в 5 раз. При этом наибольшие значения m и удлинения достигнуты при $460 \pm 20^\circ\text{C}$, в сплавах со Sc при $(2-5) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, в сплавах с Er при $5 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$. С увеличением содержания Mg в твердом растворе в пределах растворимости в высокопрочных сплавах и в авиалавах растут δ в 1.5-2 раза, уменьшается напряжение,

повышается m . Добавки Er и Y в матричные авиали улучшают их показатели сверхпластичности в том числе за счет формирования крупных частиц, обеспечивая относительное удлинение 300-350% при 440°C и 400-450% при 480°C.

В авиалах псевдоматричного типа (Al-Mg-Si-Cu-Fe-Ni-Zr-Sc) $m=0.45-0.5$, а максимальное $\delta=400-600\%$ наблюдается при скорости $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Рост содержания растворенного Mg (при снижении Si от 0.8 до 0.1% или повышении Mg в сплаве) увеличивает δ и расширяет скоростной интервал сверхпластичности, а повышение Sc с 0.1 до 0.2% влияет не существенно. С увеличением e до 1.4, m остается ~ 0.5 для сплавов с 0.1-0.2%Sc, и снижается до 0.33 в сплаве с 0.05%Sc.

Легирование 0.6-0.8%Zn не влияет на размер зерна, но приводит к снижению напряжения течения, повышению m и δ в матричных и псевдоматричных магналиях и авиалах вне зависимости от типа дисперсоидов, расширяет область скоростей, обеспечивающих удлинения более 400%. Авиаль с Cu ($\sim 1\%$) показывает большие удлинения и равномерность течения, чем сплав без Cu. В сплаве АК4-1 (Al-Cu-Mg-Fe-Ni с 1%Fe и 1%Ni) только с микронными частицами идет интенсивный динамический рост зерен и слабые признаки сверхпластичности наблюдаются при скоростях $\sim 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ с $\delta < 250\%$. Повышение легированности твердого раствора за счет увеличения содержания до $\sim 2\%$ Mg и $\sim 3.5\%$ Cu в сплаве при введении 0.2%Zr и 0.8%Mn обеспечивает оптимальную скорость $(1-2) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при $\delta = 320\%$. Аналогично улучшаются показатели в сплавах Al-Cu-Y/Er-Zr при повышении в твердом растворе содержания Cu и Mg.

В сплавах Al-Zn-Mg-Cu-Ni-(Fe)-Zr-(Sc) с ростом Mg и Zn (в сумме до 8-10%) размер зерна уменьшается с 14-18 мкм до 3-4 мкм. Существенное измельчение зерна с 11 до 3 мкм при увеличении доли ВУГ происходит при увеличении с 1 до 4-5%Mg. При 4%Zn, 4%Mg и 3%Ni $\delta=800\%$ при 10^{-2} с^{-1} и 400% при 10^{-1} с^{-1} ($m=0.5$). Добавка Sc ($\sim 0.05-0.1\%$ Sc) повышает δ до 500-1000% ($m=0.40-0.55$) при скоростях до $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и 350% при 1 с^{-1} . Эффект обусловлен ростом f/d для дисперсоидов в присутствии скандия, повышением силы Зинера и уменьшением размера зерна.

Когерентные дисперсоиды L1₂-фазы (Al₃Zr, Al₃(Sc,Zr)) размером 9-14 нм эффективнее сдерживают рост зерен, чем частицы Al₆(MnCr)/Al₁₈Mg₂Cr₃ размером 45-50 нм при близких значениях f/d , что обеспечивает сверхпластичность при скоростях деформации на порядок выше, $10^{-2}-10^{-1} \text{ с}^{-1}$ против $10^{-3}-10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и более низких гомологических температурах, 0.87-0.92 $T_{пл}$ против 0.95–0.97 $T_{пл}$. Наилучшие показатели с удлинениями до 1000% у сплавов с содержанием Zn/Mg по 4% и максимальной долей ($7 \pm 1\%$) равномерно-распределенных частиц вторых фаз – микронных Al₃Ni/Al₉FeNi и наноразмерных L1₂ Al₃Zr/Al₃(Sc,Zr).

Применение ВИК при $300 \pm 50^\circ\text{C}$ и $\sum e > 12$ или обработки трением с перемешиванием уменьшает средний размер зерна. При $\sim 5\%$ Mg, после ВИК при 350°C зерно 2-2.4 мкм, после

обработки трением с перемешиванием размер зерна 3-4 мкм. Однако, сплавы с дисперсоидами ~50 нм термически нестабильны, проявляют признаки аномального роста зерен. Холодная прокатка на 50% подавляет аномальный рост, сохраняя микрозеренную структуру после рекристаллизации. Сплавы с L1₂-фазой демонстрируют более высокую термическую стабильность зеренной структуры, средний размер зерна ~4 мкм сохраняется до 460°C, аномальный рост зерен начинается при ≥500°C. Крупные частицы фаз Al₃Ni/Al₉FeNi (рис.16) или β-фазы (продукт отжига-гетерогенизации) обеспечивают рост доли ВУГ, уменьшение среднего размера зерен и рост однородности зеренной структуры. Наиболее однородной и стабильной зеренной структурой во всех случаях обладают сплавы с L1₂ фазой d~10 нм и 6±1% частиц вторых фаз с d~1 мкм. Значимого улучшения показателей сверхпластичности указанные технологии по сравнению с прокаткой при исследуемых режимах не обеспечивают, но позволяют сформировать микрозеренную структуру в заготовках повышенной толщины.

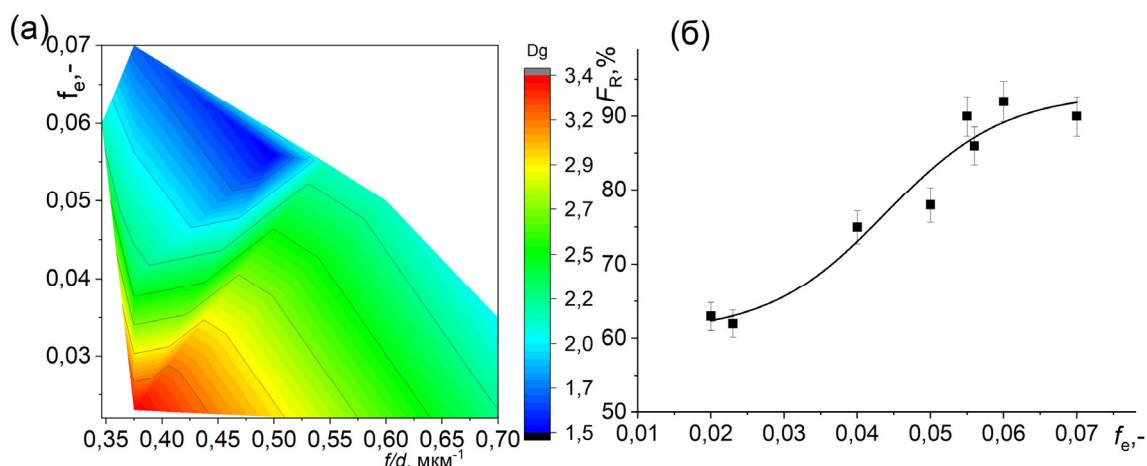


Рисунок 16 - Зависимость (а) размера зерен и (б) доли мелкозернистой рекристаллизованной структуры, F_R , в центральном сечении от параметров частиц вторых фаз (f_e – объемная доля частиц эвтектического происхождения, f/d – соотношение доля/размер для дисперсоидов) в сплавах с разными параметрами структуры после 6 циклов ВИК при 350 °C

Закономерности формирования структуры при разных видах обработки и сверхпластичного состояния определяются тремя факторами: f/d дисперсоидов и крупных эвтектических частиц, а также составом твердого раствора, в первую очередь %Mg. Дисперсоиды сдерживают рост зерен (сила Зинера растет с увеличением f/d), причем при близких f/d когерентные частицы L1₂-фазы эффективнее некогерентных Mn-содержащих фаз, т.е. нужно учитывать не только параметр f/d , но и размер частиц и их когерентность.

Крупные эвтектические частицы (~1 мкм) интенсифицируют деформацию «изнутри», что стимулирует зародышеобразование при рекристаллизации, увеличивает долю ВУГ и, в сочетании с дисперсоидами, обеспечивает высокоскоростную сверхпластичность. Среди эвтектикообразующих элементов универсальной парой являются Fe и Ni, формирующие фазу Al₉FeNi во всех Al сплавах. Увеличение их доли

ограничено эвтектической концентрацией в сплавах и технологической пластичностью, однако как показали исследования модельных сплавов при размере около 1 мкм достаточно ~7% частиц. Растворенные атомы создают гетерогенность на атомном уровне, сегрегируют на границах и влияют на подвижность дислокаций. Увеличение содержания Mg закономерно уменьшает размер зерна во всех исследованных системах, повышает долю ВУГ в сплавах с L12-фазой. Добавка Cu в авиали, и повышение ее концентрации в сплавах Al-Cu-Mg при условии отсутствия изменения морфологии частиц также улучшает показатели сверхпластичности. Легирование Zn (0.7 %) снижает напряжение течения, увеличивает m и удлинение магниев и авиалей, а в высокопрочных сплавах с максимальной степенью гетерогенности Zn обеспечивает сверхпластичность до 1 с^{-1} .

Легирование **двухфазных латуней** 0.4-2.2%Al, Mn (растворяются в α - и β -фазах) и Fe (формирует частицы субмикронных и микронных размеров) обеспечивает уменьшение размера зерна. В результате легирования снижается напряжение и растет относительное удлинение с 300% в двойном сплаве до 460-500% в многокомпонентных при оптимальной температуре деформации 550°C с соотношением фаз $\alpha/\beta \approx 50/50\%$ и постоянной скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис.17а,б).

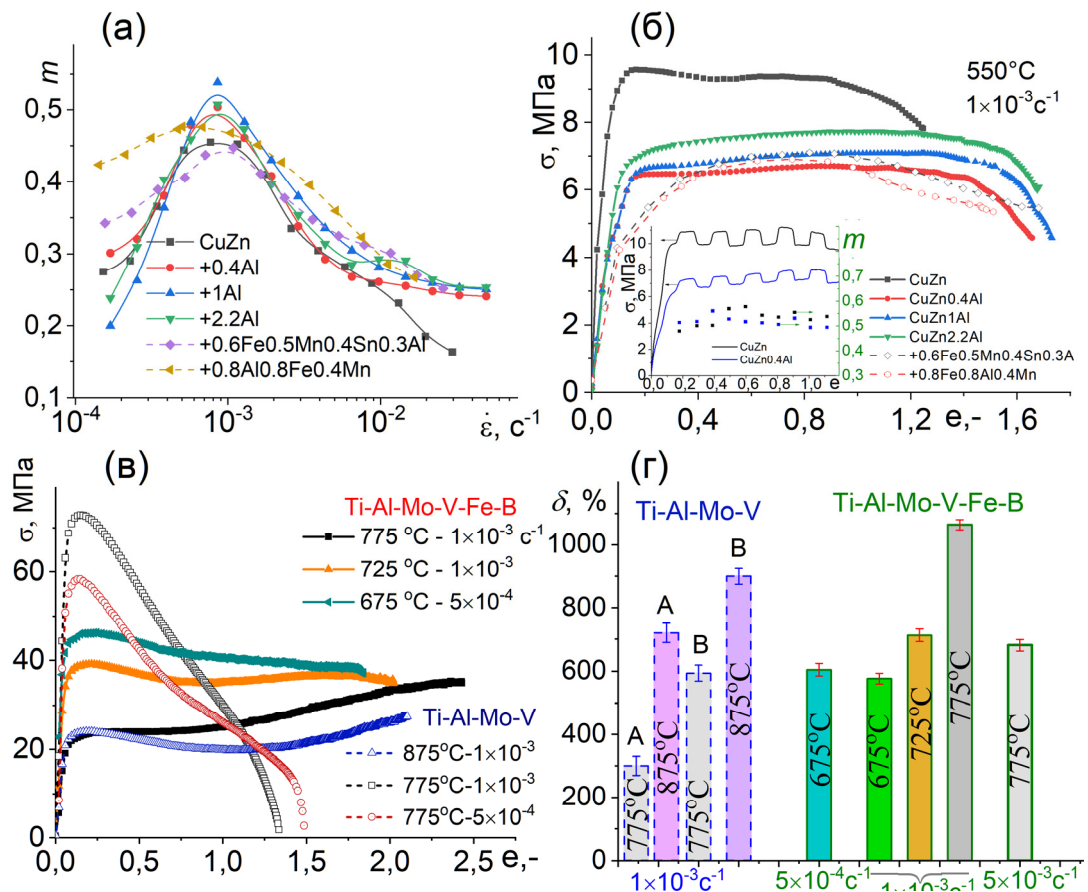


Рисунок 17 – (а) Зависимость m от ϵ и (б,в) кривые деформации и (г) δ при разных температурно-скоростных условиях сплавов с микродуплексной структурой (а,б) латуни (в,г) ВТ14 с Fe и В

Сравнивали промышленные сплавы псевдо- α ОТ4-1 (Ti-2.5Al-1.8Mn), $\alpha+\beta$ типа ВТ6 (Ti-6Al-4V) и ВТ14 (Ti-4%Al-3%Mo-1%V) (полученного по двум технологиям с закалкой

перед прокаткой и без. При нагреве до температур СПД формируется равноосная зеренная структура ОТ4-1 и ВТ6. Промежуточная закалка из β -области перед конечной операцией прокатки обеспечивает распад мартенсита с образованием более равноосной смеси двух фаз при последующей прокатке. Легирование ВТ14 Fe или Fe и бором ускоряет рекристаллизацию и глобуляризацию структуры при пониженных температурах. Формирование примерно равной объемной доли фаз ($50 \pm 5\%$) происходит в интервале 850-875 °C для ОТ4-1, 875-900 °C для ВТ6, 850-875 °C для ВТ14 и 775-800 °C для сплава с Fe. В данной области температур размер зерна обеих фаз 2-5 мкм в наименее легированном ОТ4-1, 1-4 мкм в ВТ6, 1-2 мкм в ВТ14 и 0.7-1 мкм для сплавов с Fe.

Для сплавов ВТ6 и ОТ4-1 значение $m > 0.5$ при температурах 840-890 °C и 850-900 °C в интервале скоростей 1×10^{-4} - 1×10^{-3} с⁻¹. ВТ14 имеет наилучшие свойства при 875°C с максимумом m при скорости 1×10^{-3} с⁻¹ 0.45 и 0.51, для стандартного режима и режима с закалкой, соответственно, причем в последнем случае диапазон скоростей с $m > 0.3$ шире, а абсолютные значения m выше. По результатам испытаний с постоянной скоростью удлинения $> 400\%$ при 775 °C и низких скоростях $< 1 \times 10^{-4}$ с⁻¹, максимум δ наблюдаем при 875 °C и скорости 1×10^{-3} с⁻¹ (рис.17в,г). Сплав с Fe демонстрирует стабильно высокие значения m в более широкой области температур и скоростей деформации, при 675–775°C и 1×10^{-4} - 1×10^{-2} с⁻¹, а при пониженной температуре 625°C при скоростях $< 1 \times 10^{-3}$ с⁻¹. Наилучшие показатели ($m \approx 0.45$ в диапазоне $(1-5) \times 10^{-3}$ с⁻¹) сплав имеет при 775°C с $\delta \sim 1000\%$. При 675-725°C, $\delta = 570-700\%$ при 1×10^{-3} с⁻¹.

В пятой главе проанализирована эволюция микроструктуры и соотношение механизмов сверхпластической деформации в сплавах разного структурного типа путем проведения сравнительного анализа структуры объема и поверхности образцов. Деформация при 0.95-0.97Тпл в матричных алюминиевых сплавах с размером зерен 6-10 мкм и дисперсоидами $d \sim 45-50$ нм ведет к удлинению зерен (рис.18,19).

Эффект обусловлен, главным образом, действием диффузионного массопереноса, приводящего к формированию зон свободных от выделений (ЗСВ) у поперечных границ зерен и в тройных стыках зерен и скоплению частиц на продольных границах (рис.20а,б,г).

Доля ЗСВ увеличивается с ростом температуры деформации и уменьшением скорости, что объясняется ускорением диффузии при направленном переносе атомов от продольных границ к поперечным и вакансий в обратном направлении (модель Лифшица).

В теле зерен при СПД формируются скопления дислокаций и МУГ, расположенные поперек оси деформации. МУГ делят вытянутые зерна на части, т.е. удлинение зерен – результат в том числе дислокационной ползучести (рис.19а,20в,д). Дислокации зачастую имеют форму геликоидов, что говорит о присутствии повышенной концентрации вакансий при деформации, необходимых для действия механизма диффузионной ползучести.

В псевдоматричных сплавах плотность дислокаций в теле зерен больше, чем в матричных, а КФ зерен после деформации ближе к 1. Вблизи крупных частиц Al₉FeNi/Al₃Ni

формируются скопления дислокаций и зерна, окруженные высокоугловыми границами, т.е. при условии исходной рекристаллизованной структуры крупные частицы при высокотемпературной деформации служат «источниками» размножения дислокаций и обеспечивают формирование зародышей новых зерен при сверхпластическом течении (рис.20е-з).

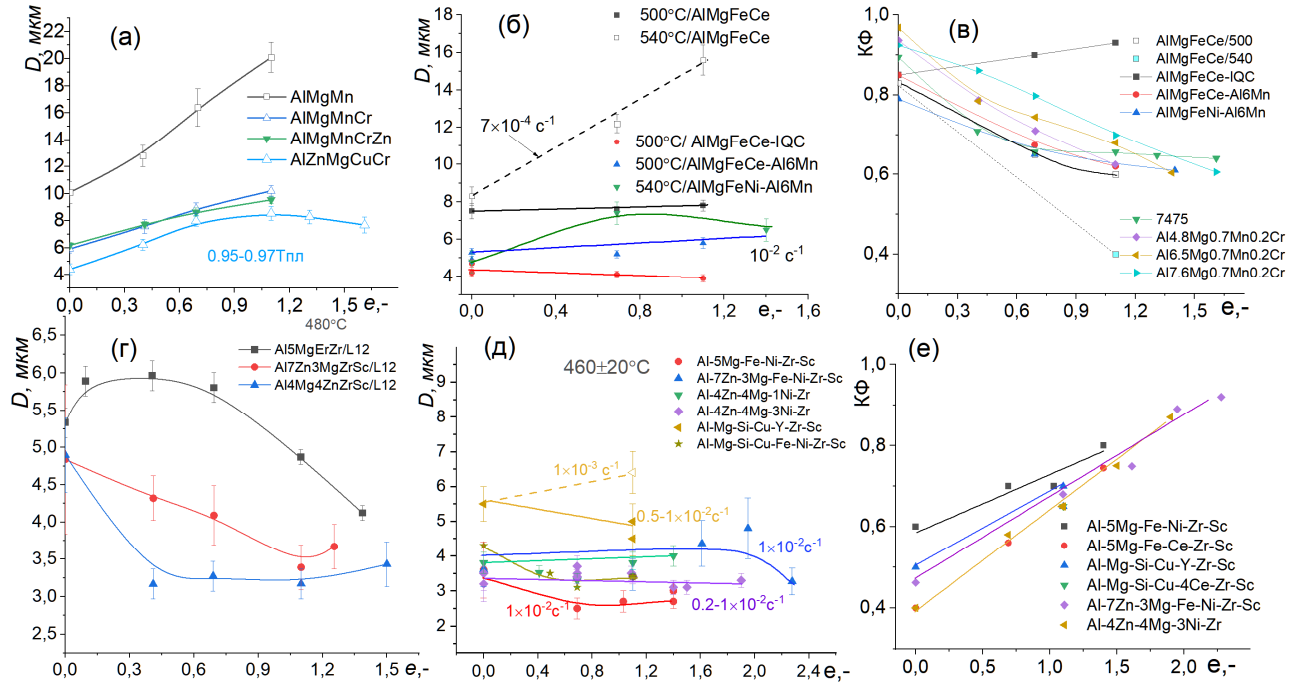


Рисунок 18 – Зависимость (а,б,г,д) среднего размера и (в,е) КФ зерен Al сплавов от деформации

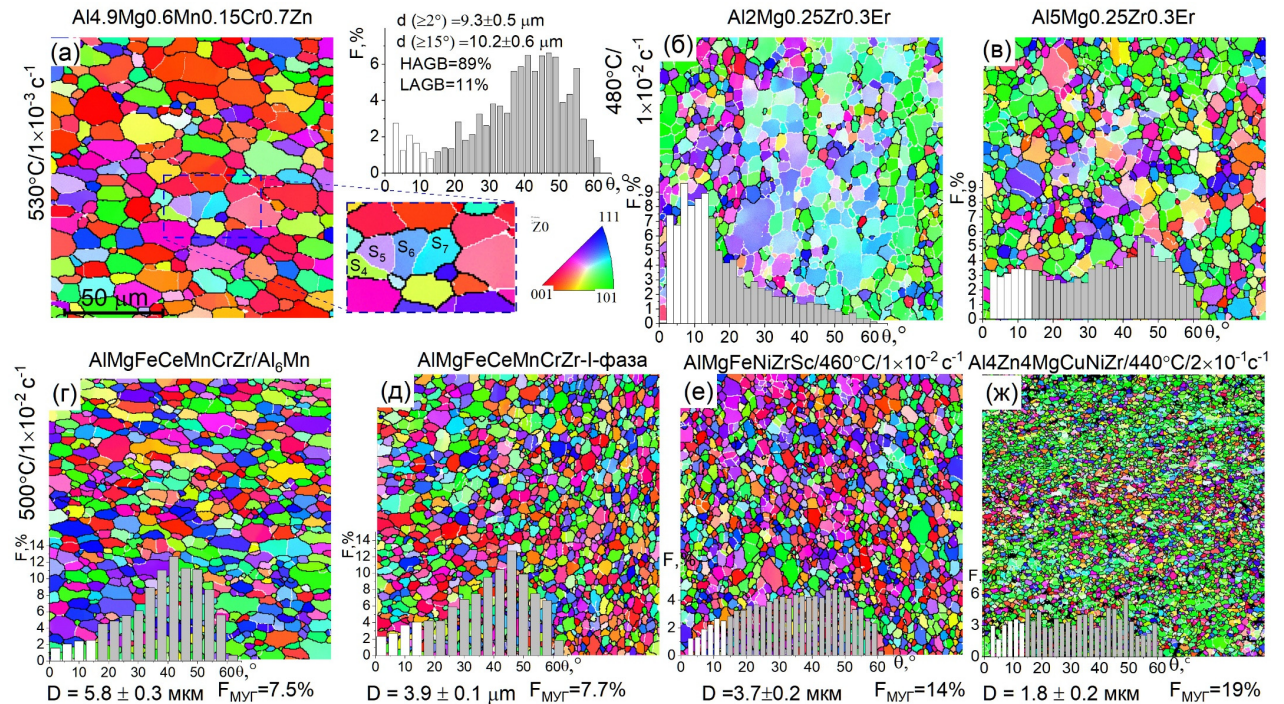


Рисунок 19 - ДОО карты распределения ГЗ после сверхпластической деформации в Al сплавах разных составов

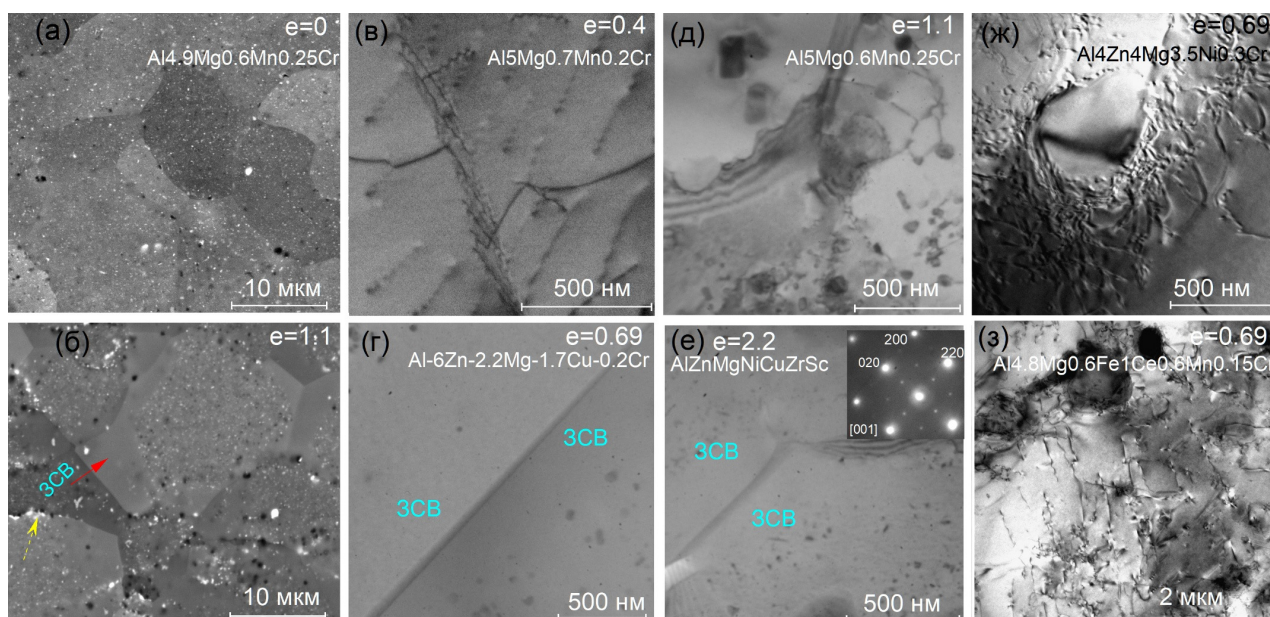


Рисунок 20 – (а,б) СЭМ и (в-з) ПЭМ изображения микроструктур после СПД

Деформация сплавов с $L1_2$ фазой сопровождается ростом ВУГ и напротив увеличением равноосности зерен, с формированием структуры размером 2-4 мкм, что является явным признаком динамической рекристаллизации (рис.19е,ж). Параметры $L1_2$ фазы дисперсоидов не существенно меняются при СПД, сохраняя структурный тип и нанометрические размеры, при этом растет плотность дислокаций в теле субзерен. Частицы фаз эвтектического происхождения эффективно уменьшают размер зерна, стимулируя зародышеобразование и наряду с сдерживающими динамический рост зерен дисперсоидами обеспечивают формирование и сохранение микроструктуры при сверхпластическом течении, в том числе в малолегированных авиалавах. Частицы Al_9FeNi , Al_3Ni фаз размером 0.7-1.7 мкм не инициируют развитие пористости при сверхпластической деформации.

Увеличение содержания растворенного Mg в сплавах разных групп уменьшает средний размер зерен после деформации ввиду ограничения миграции границ зерен при сверхпластическом течении. При этом добавка 0.6-0.8%Zn в авиали и магналии, не существенно влияет на эволюцию зеренной структуры, формирующуюся при СПД.

По результатам анализа эволюции маркерной сетки на поверхности образцов (рис.21) в матричных магналиях Al-Mg-Mn-(Cr) с размером зерна 8-10 мкм вклад ЗГС ограничен 10–25%. Кроме повышенного содержания магния сплавы с Cr отличаются высокими значениями f/d для дисперсоидов, которые ограничивают ЗГС.

При подсолидусной деформации на поверхности образца у поперечных границ зерен формируются широкие полосчатые зоны, следствие диффузионного массопереноса атомов Al и формирования оксида на ювенильной поверхности. Сверхпластическое поведение сплавов согласуется с моделью Лифшица, согласно которой ЗГС и диффузионный массоперенос действуют взаимозависимо. Под полосчатыми зонами часто обнаруживается

граница зерна и ЗСВ, а угол наклона зон к плоскости поверхности не превышает 13° (рис.22). Доля ЗСВ в объеме коррелирует с долей полосчатых зон (ПЗ) на поверхности. Деформация, локализованная в зонах ПДЗ, составляет 35-50% от общей деформации при $\sim 5\% \text{Mg}$ и 20-30 % при 6.5-7.5%Mg и более мелком зерне или сплавов с Zn.

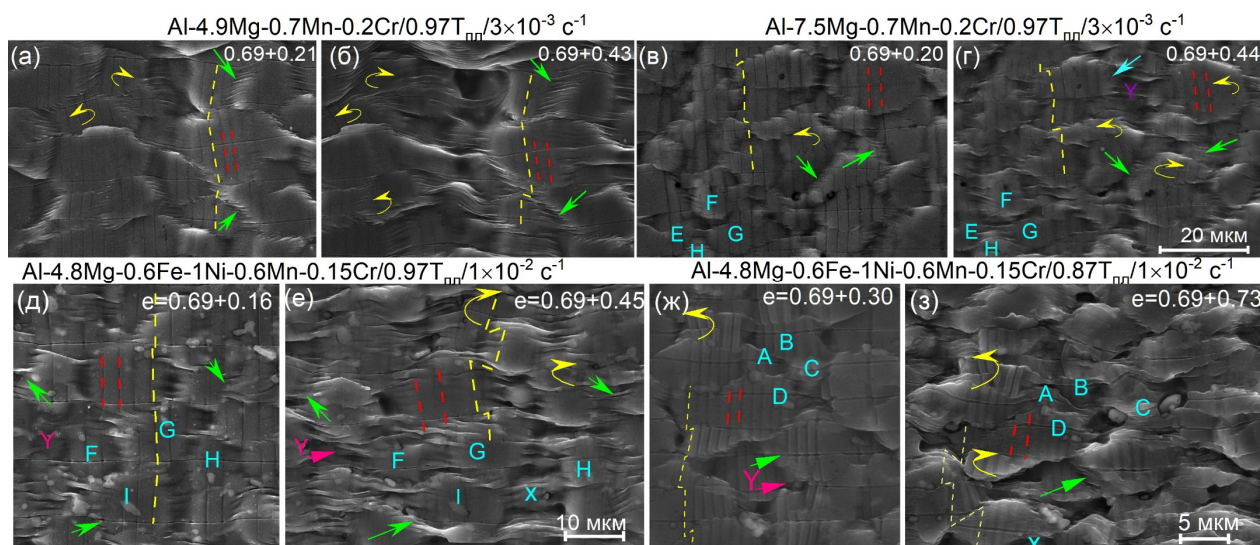


Рисунок 21 – Примеры эволюции структуры поверхности Al сплавов при СПД

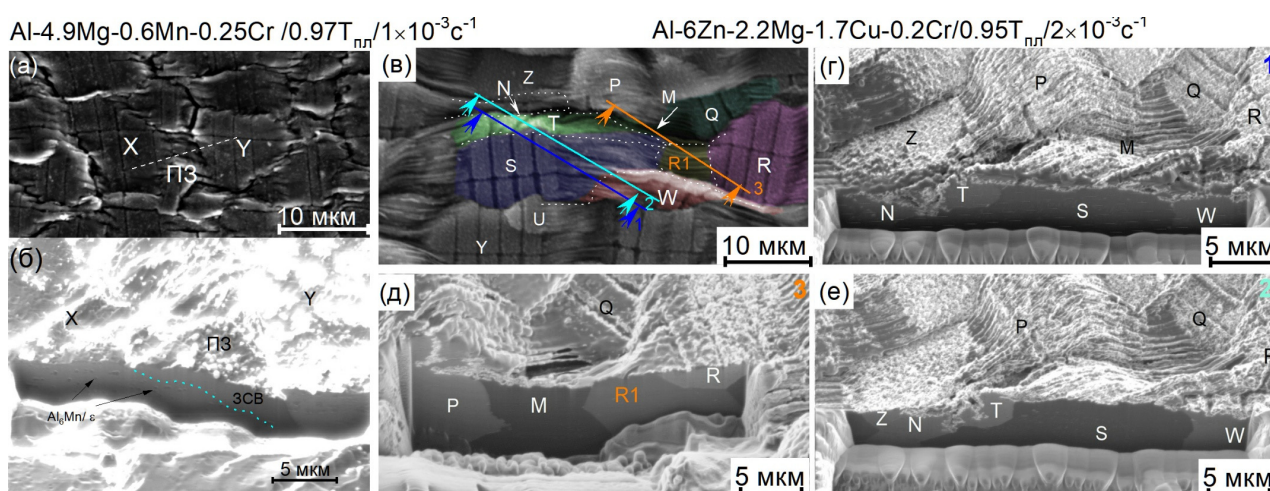


Рисунок 22 – (а,в) СЭМ-изображение структуры поверхности с положением ФИП разрезов и (б,г-е) ФИП изображение приповерхностных слоев Al сплавов после деформации

Легирование матричных магналиев малой добавкой 0.7%Zn увеличивает вклад ЗГС до 40% при подсолидных температурах. Уменьшение размера зерна или снижение температуры деформации до $0.87T_{пл}$ также приводит к росту вклада ЗГС до 40-50%. При этом снижение температуры увеличивает вклад внутризеренной деформации, как и присутствие микронных частиц, что согласуется с анализом дислокационной структуры. В псевдоматричных магналиях с $L1_2$ фазой ввиду уменьшения размера зерна до 3-4 мкм и скольжения по межфазным границам (эвтектическая фаза/матрица) вклад ЗГС увеличивается, достигая 40-45% при скоростях $(1-6) \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$.

Удлинение зерен в сплаве Al-6Zn-2.2Mg-1.7Cu-0.2Cr с размером зерна ~8 мкм также сопровождается образованием полосчатых зон на поверхности образцов (рис.23в) при этом деформации тела зерна и роста плотности дислокаций не происходит до $\epsilon=1.3$. ЗГС обеспечивает до 60% деформации, происходит смена соседей, рельеф поверхности более выражен, угол ПЗ к плоскости достигает ~30°. ПЗ в данном сплаве являются как следствием ЗГС вне плоскости и «всплывания» зерен из объема, так и диффузионного массопереноса с образованием ЗСВ, который приводит к удлинению зерен в условиях отсутствия деформации и дислокаций в теле зерен.

С ростом содержания Mg (Mg/Zn=4/4%), вклад ЗГС снижается до 35% и увеличивается доля ВДС. В присутствии частиц Al₃Ni размером около 1 мкм и близком зерне ЗГС снова увеличивается до 50-60%, в том числе в результате скольжения по межфазным границам. L₁₂ фаза в сплаве с 4%Mg и 4%Zn обеспечивает зерно 2-4 мкм и средний вклад ЗГС в общую деформацию 40-50% при скоростях деформации 2×10^{-3} - 2×10^{-1} с⁻¹. Вклад ВДС увеличивается с 20 до 40%, а ПЗ уменьшается с 30 до 12% с увеличением скорости. В авиалавах с L₁₂-фазой и зерном 3–4 мкм характер рельефа поверхности и вклад ЗГС сопоставимы с Zn-содержащими сплавами.

Сравнивали вклад ЗГС на поверхности образцов и в объеме на примере Al-Mg-Mn-Cr (5083) и Al-Zn-Mg-Cu-Cr (7475) сплавов с внутренними маркерами в виде цепочки частиц Al₃Ni. Средние значения смещения продольных линий маркерной сетки на поверхности и сдвигов цепочки маркеров в объеме составили ~2.5 мкм в AA7475 и ~1.2 мкм в AA5083, т.е. внутренние и поверхностные маркеры дают близкий результат и подтверждают более выраженное ЗГС в сплавах с Zn.

Таким образом, на соотношение вкладов механизмов сверхпластической деформации (рис.23) существенно влияют не только размер зерна и скорость деформации, но и состав твердого раствора, а также параметры частиц вторых фаз. Снижение температуры деформации с $0.95-0.97T_{пл}$ до $0.87-0.92T_{пл}$ и увеличение содержания Zn (или присутствие Si) приводят к росту вклада ЗГС. Увеличение $f/d > 0.5$ мкм⁻¹ для дисперсоидов усиливает сдерживание миграции границ и несколько ограничивает ЗГС, тогда как рост доли крупных частиц, напротив, способствует его увеличению.

Наоборот, рост зерна, %Mg и температуры деформации увеличивают долю полосчатых зон и вклад диффузионного массопереноса. Влияние растворимых элементов (Mg, Zn, Si) коррелирует с атомистическими моделями влияния растворимых элементов и их сегрегаций на ЗГ диффузию и пороговое напряжение ЗГС (Mg увеличивает, а Zn, Si уменьшают).

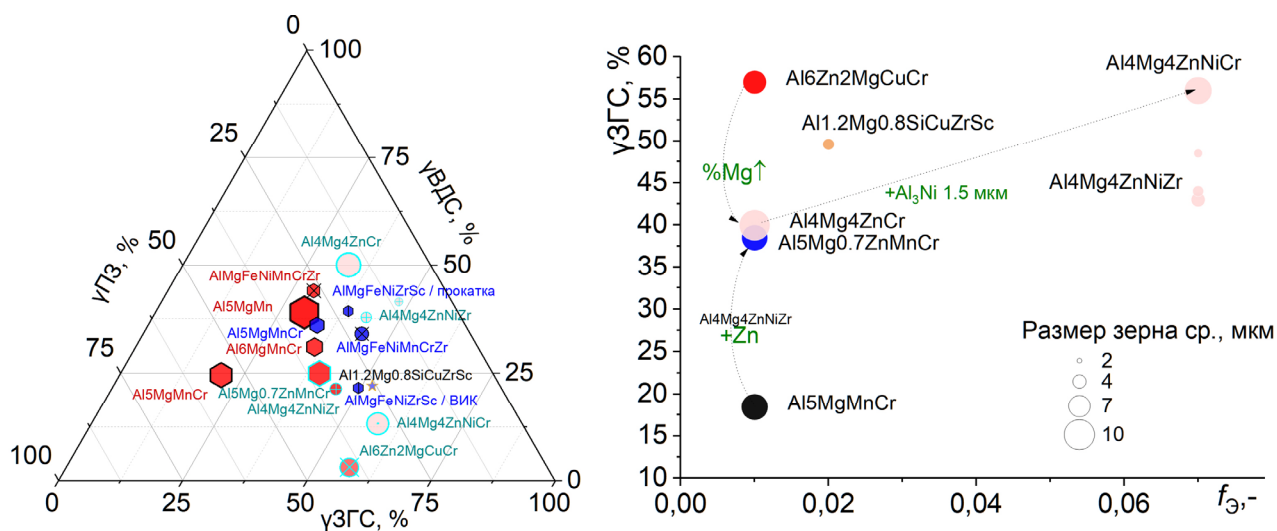


Рисунок 23 – Диаграмма соотношения вкладов механизмов СПД в алюминиевых сплавах (цвет символа –гомологическая температура (повышение температуры от синего к красному), размер символа – размер зерна, геометрия символа – система легирования)

В сплавах с микродуплексной структурой, как известно, важным для стабильности зеренной структуры является соотношение фаз. Показано, что вторая фаза дополнительно выполняет аккомодационную функцию, обеспечивая действие дислокационной и диффузионной ползучести. В латунях и титановых сплавах вторая ОЦК β -фаза имеет меньший коэффициент компактности решетки и обеспечивает большую пластичность и скорость диффузии, чем ГЦК/ГП α -фазы. В данном контексте химический состав фаз микродуплексных сплавов также как и содержание легирующих элементов в алюминии, имеет важное значение.

В процессе сверхпластического течения двухфазных латуней происходит динамическая рекристаллизация β -фазы с образованием зерен размером менее 1 мкм (рис.24).

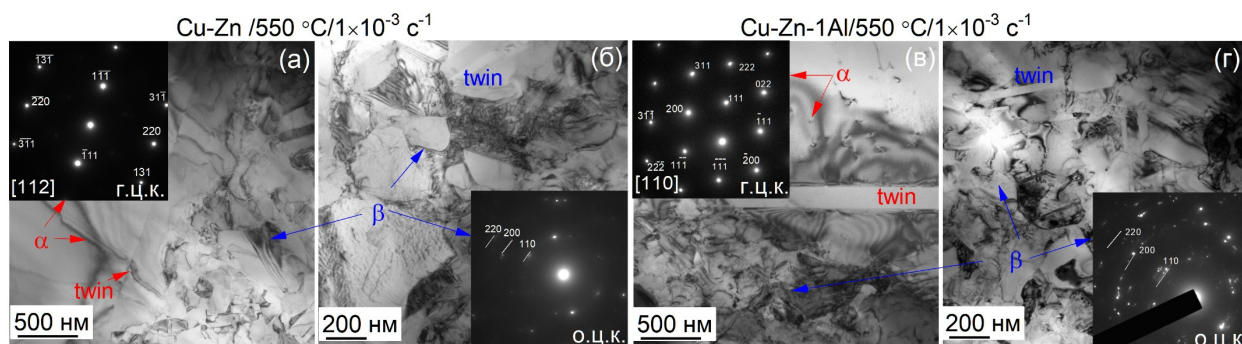


Рисунок 24 - Дислокационная структура латуней после деформации $\epsilon=1.0$

Структура β -фазы в недеформированных головках образцов остается крупнозернистой. Легирование (0.4-1.1)Al, который преимущественно растворяется в β -фазе замедляет диффузию цинка, и обеспечивает уменьшение размера зерен β -фазы в

несколько раз. В латунях с Al линии сетки полностью размываются в областях богатых цинком, т.е. деформация локализуется в β -фазе, а интенсивного порообразования не происходит в отличие от двойной латуни (рис.25). Более мелкие зерна эффективно аккомодируют ЗГС, обеспечивая эффект скольжения зерен α -фазы в пластичной динамически рекристаллизующейся β -матрице. При этом искривление линий сетки в областях β -фазы в начале деформации и случайные повороты зерен (красные стрелки и линии на рис. 26) указывают на ЗГС на β/β границах.

При легировании Al вклад ЗГС на межфазных границах α/β снижается с 75% до 30–40%, что компенсируется значительной деформацией β -фазы и ЗГС на β/β границах. Вклад деформации β фазы в общее удлинение увеличивается с 20% до 50%, что снижает остаточную пористость в 3-4 раза. В двойной латуни интенсивное ЗГС по межфазным границам приводит к формированию несплошностей из-за более крупнозернистой структуры β -фазы, которая не способна обеспечить достаточную аккомодацию ЗГС, что уменьшает удлинения.

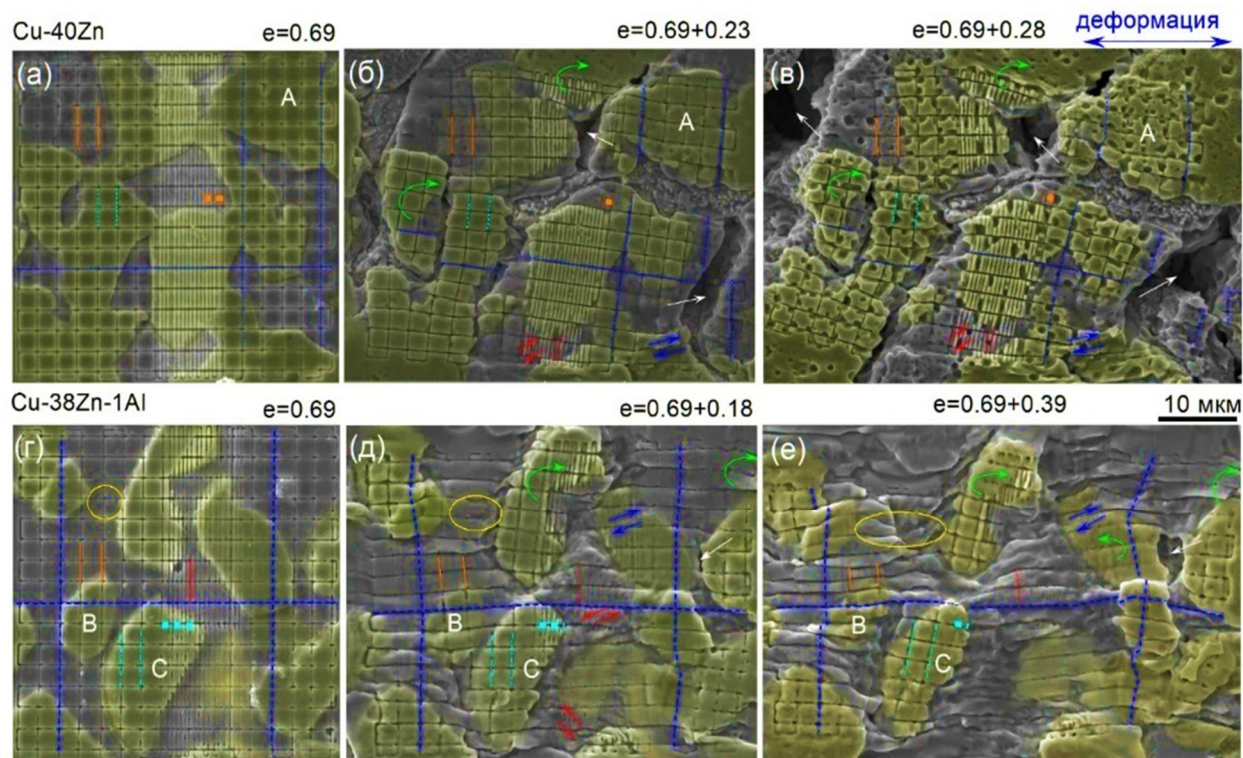


Рисунок 25 – Эволюция структуры поверхности латуней при деформации

Структурный анализ не выявил остаточной пористости после СПД исследуемых **титановых сплавов**, в отличие от латуней и алюминиевых сплавов, вплоть до разрыва. Во время деформации происходит рост плотности дислокаций в теле α -фазы и на межфазных границах α/β , что можно считать результатом аккомодации ЗГС внутризерненным дислокационным скольжением.

Данные ДООЭ, анализ поверхности с маркерными линиями (рис.26) и ПЭМ выявляют признаки динамической рекристаллизации при СПД при 875°C титанового сплава BT14.

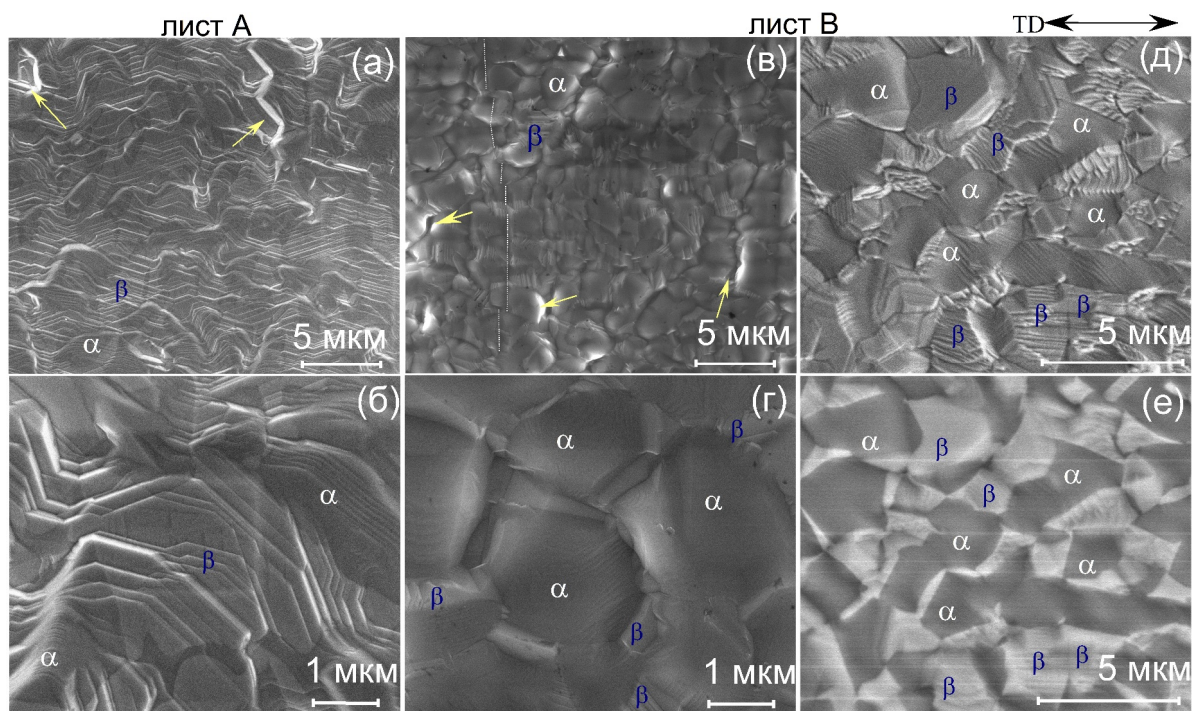


Рисунок 26 – Эволюция микроструктуры поверхности VT14 после СПД (а-г) $\epsilon=0.1$ и (д,е) $\epsilon=0.2$

В сплаве с повышенной долей нерекристаллизованной структуры, полученном по технологии без закалки, линии сетки почти полностью исчезают с поверхности, ввиду формирования в α - и β -зернах множественных полос скольжения, указывающих на действие дислокационных механизмов деформации в обеих фазах. Формирование рекристаллизованной структуры завершается при меньших деформациях при получении листа по технологии с промежуточной закалкой, и образец демонстрирует типичный рельеф ЗГС после деформации, при этом локализация полос скольжения наблюдается в теле β -зерен. Часть зерен α -фазы содержит полосы скольжения, а часть сохраняет гладкую поверхность.

Как и в латунях, β -фаза в титановых сплавах играет важную роль. Сравнением отожженных и деформированных образцов в титановых сплавах (ОТ4-1, ВТ6, ВТ14 и ВТ14 с Fe) показано, что β -фаза при деформации меняет морфологию, выделяясь между высокоугловыми границам зерен α/α или в тело зерен по МУГ, тем самым фрагментируя структуру и создавая новые места для ЗГС (рис.27).

Во всех сплавах происходит динамическое выделение β -фазы с ее образованием вдоль границ скользящих и вращающихся зерен ввиду направленного диффузионного массопереноса, который аккомодирует ЗГС. Таким образом изменение морфологии β -фазы обеспечивает ЗГС, как следствие, высокое относительное удлинение с установившимся течением и крайне низкую пористость, типичную для титановых сплавов. Данный процесс вписывается в концепцию РОП Бочвара. Отметим, что по данным микроструктурного

анализа в аккомодации ЗГС задействованы оба механизма дислокационная и диффузионная ползучесть.

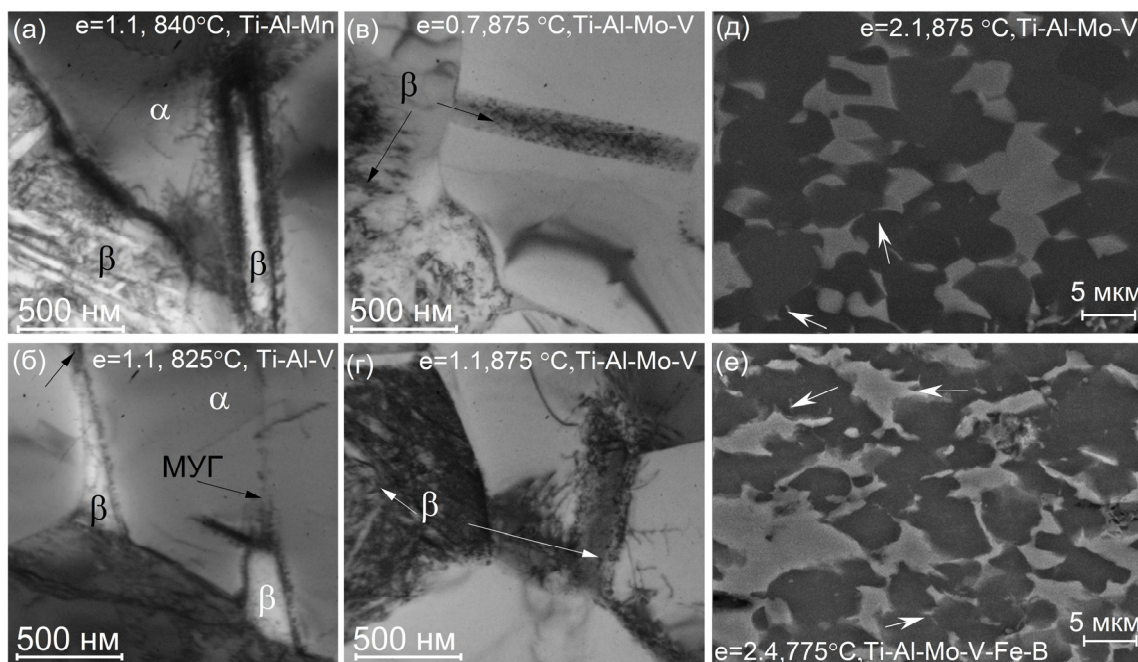


Рисунок 27–Микроструктура сплавов (а) Ti-Al-Mn, (б) Ti-Al-V, (в-д) Ti-Al-Mo-V, (е) Ti-Al-Mo-V-Fe-B после СПД

Добавка Fe в сплав BT14 обеспечивает равноосную структуру на начальной стадии деформации при более низкой температуре 775 °C (50% β -фазы), размер зерна обеих фаз сохраняется ~ 3 мкм после деформации 600%. При этом разветвление β -фазы усиливается в присутствии Fe, диффундирующего по межузельному механизму и ускоряющего самодиффузию титана. После длительного отжига при температуре деформации разветвлений не обнаружено. Таким образом, легирование титановых сплавов медленно диффундирующим стабилизирующим зеренную структуру Mo и быстро диффундирующим Fe обеспечивает сверхпластичное состояние с 700-1000% удлинения при температурах 675–775 °C при использовании традиционной термомеханической обработки прокаткой. Эффективность легирования титановых сплавов железом показана классиком материаловедения титановых сплавов Б.А. Колачевым, который называл данный элемент одним из перспективных для повышения прочностных свойств титановых сплавов и уменьшения их себестоимости.

В главе 6 охарактеризованы перспективные сплавы, описаны технологические особенности получения, оценена их формуемость в состоянии сверхпластичности и механические свойства. По результатам анализа показателей сверхпластичности и эволюции микроструктуры матричных алюминиевых сплавов эффективной системой легирования является Al-Mg-Zn-Mn-Cr-Zr, ввиду чего перспективно выглядит состав сплава 1565ч, содержащего указанные элементы в требуемых диапазонах концентраций.

Выбран состав в пределах марки и предложены технологии получения листовых заготовок толщиной от 1 до 5 мм, обеспечивающие микрозеренную структуру и сверхпластичное состояние сплава 1565ч (рис.28а). Показано, что увеличение содержания до 0.9-0.95%Mn и повышение степени холодной прокатки до 80% обеспечивает зерно 7-8 мкм и удлинения 350-450% при 500-520°C и скоростях 10^{-3} - 10^{-2} с⁻¹ (рис.28б,в). Сплав 1565ч уточненного состава имеет лучшие показатели сверхпластичности, чем АА5083, произведенный для СПФ. Для листов толщиной 3-5 мм эффективно включение промежуточного гетерогенизационного отжига для выделения β -Al₃Mg₂ в технологию получения листа, что обеспечивает δ =230-300%. Получены модельные детали сложной формы методом СПФ (рис.28г). При свободной выдувке купола диаметром 330 мм при $T=510\pm 5$ °С и скорости деформации $\sim 2 \times 10^{-3}$ с⁻¹ разрушение происходит при высоте купола 170-175 мм, также успешно проведена формовка деталей в матрицы разных габаритов (рис.28г,д).

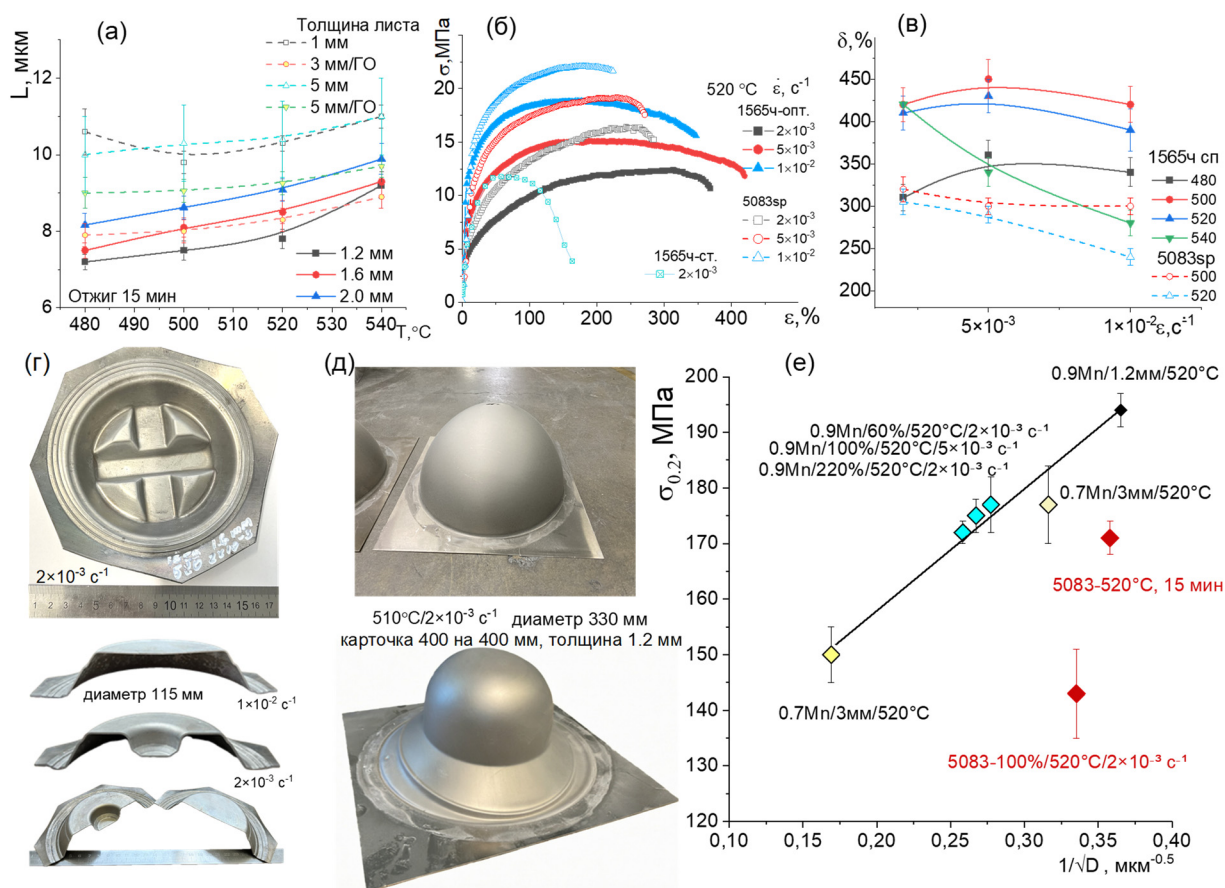


Рисунок 28 – (а) Зависимость среднего размера зерна от температуры отжига, (б) кривые деформации, (в) зависимость удлинения от скорости деформации листов сплава 1565ч в сравнении с 5083sp, (г,д) примеры модельных деталей СПФ в матрицу и свободной выдувкой купола, (е) зависимость предела текучести от $1/\sqrt{D}$ (D-размер зерна)

Среднее значение $\sigma_{0.2}$ сплава с 0.9%Mn 190 МПа, предела прочности 370 МПа, что выше значений серийных листов 1565ч. Значения $\sigma_{0.2}$, σ_b и δ после СПД снижаются до 177–172 МПа и до 345–350 МПа, с 21 до 18% соответственно, что обусловлено динамическим

ростом зерен (зависимость предела текучести линейно увеличивается с увеличением $1/\sqrt{D}$ (D -средний размер зерна) (рис.28е)). Остаточная пористость менее 0.8% после деформации 220%. Механические свойства после сверхпластической формовки остаются выше гарантируемых ГОСТ для 1565чМ.

Сплавы со структурой псевдоматричного типа на основе системы Al-Mg-Fe-Ni/Ce-(Zn) с добавками Mn, Cr, Zr или Zr и Sc способны к СПФ со скоростями деформации до $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и обеспечивают значительное (до 40 %) превосходство по формуемости по сравнению со сплавом AA5083 при в 5-10 раз большей скорости. Уменьшение размера зерна до ~4-5мкм обеспечивает более высокий предел текучести: при 5.7%Mg ~215МПа при 4.8%Mg ~190МПа. Примесь Si до ~0.15% практически не влияет на механические свойства. После 100% деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях предел текучести сплавов с Mn-содержащими дисперсоидами и исходной рекристаллизованной структурой снижается всего на 10-20 МПа ввиду незначительного роста зерна, при этом пористость до деформации 350% не выявлена (рис.29г).

Сплав данной системы с 0.1%Sc ожидаемо демонстрирует наибольшие прочностные характеристики. Ввиду процессов возврата предел текучести снижается с 470МПа в нагартованном состоянии до 270МПа после 20мин отжига при 460°C, характеристики пластичности растут (с 5% до 14%). Повышенный уровень прочностных свойств обеспечен не только L12 нанодисперсоидами, но и субзеренной структурой. После 100% сверхпластической деформации предел текучести снижается до 240МПа вследствие частичной динамической рекристаллизации. Образцы после ВИК и отжига, имея практически рекристаллизованную структуру, показали меньший предел текучести ~230 МПа при повышенной пластичности 24%. Обработка трением с перемешиванием снижает предел текучести до ~210 МПа. При этом снижение механических свойств не обнаружено после коррозионных испытаний, и не превышает 7-11% после 100% сверхпластической деформации.

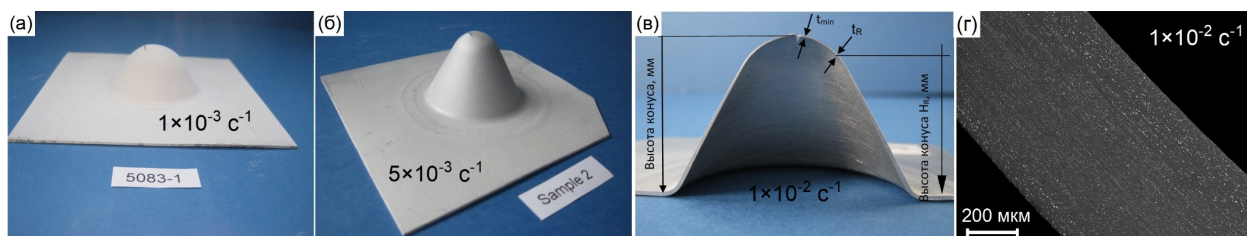


Рисунок 29 – (а-в) Результаты испытаний на формуемость экспериментальных сплавов в сравнении с AA5083 и (г) микроструктура поперечного сечения полученной СПФ детали

Сплав типа авиаль Al-(1.2-2)%Mg-(0.7-0.8)%Si-(0.9-1)%Fe-(0.9-1)%Ni-(0.17-0.21)%Zr-(0.05-0.1)%Sc сверхпластичен при 440-500 °C и скоростях деформации 2×10^{-3} - $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ с удлинениями 300-500%. Сплав демонстрирует после закалки (с $T_{\text{спд}}$ 480°C) и искусственного старения предел текучести до 360МПа, предел прочности до 410МПа и

относительное удлинение до 10%, которые практически не снижаются после 100% сверхпластической деформации. Замена охлаждения в воду на воздушное закономерно снижает прочностные характеристики: предел текучести уменьшается до 300 МПа, что все равно выше, чем у магналиев. Поверхность образцов темнеет, а предел текучести снижается на 20% в сплаве без Fe и Ni, на 25-27% в сплавах с Al_9FeNi фазой, характеристики пластичности снижаются практически вдвое в обоих случаях, т.е. сниженная стойкость к коррозии, в первую очередь, результат легирования медью.

Высокопрочный сплав $\text{Al-(3.5-4.2)\%Zn-(4-4.5)\%Mg-(0.7-1)\%Cu-(0.22-0.28)\%Zr}$ с $(3-3.5)\%\text{Ni}$ или $1\%\text{Fe}$ и $1\%\text{Ni}$ сверхпластичен при температурах в интервале $350-480^\circ\text{C}$ при скоростях деформации $10^{-3}-10^{-1}\text{c}^{-1}$ с $\delta=300-1000\%$. Важными структурными параметрами являются f/d для частиц Al_3Zr и Al_3Ni , которые зависят от технологии получения листа. Допустимая скорость охлаждения при литье 3-15 К/с, обеспечивающая размер частиц Al_3Ni 1-3 мкм, и растворение Zr необходимого для формирования Al_3Zr . При увеличении скорости охлаждения при литье удлинение растет с 450-500% до 650-750% при скоростях деформации $(0.5-1)\times 10^{-2}\text{c}^{-1}$ и температуре $440-460^\circ\text{C}$. Использование алюминия пониженной чистоты А85 и А7 взамен А99 не оказывает негативного влияния на показатели сверхпластичности. Сплав имеет в термически упрочненном состоянии высокие прочностные характеристики, но низкую коррозионную стойкость: предел текучести 520-590 МПа, предел прочности 570-610 МПа, которые снижаются на 7% в результате динамической рекристаллизации после 100% сверхпластической деформации.

Традиционная плакировка Al-1Zn разрушается при СПД, а плакирование сверхпластичными магналиями $\text{Al-3Mg-0.25Zr-(0.3Er)}$ или сплавом Al-5Zn-5Ca обеспечивает защиту от коррозии без разрыва плакирующего слоя и снижения формруемости (рис.30).

Прочностные характеристики плакированных листов снижаются на 7-10% из-за меньшей прочности плакирующих слоев. Деформация на 100% снижает на 5-10% характеристики прочности плакированных листов и основного сплава, вследствие роста доли рекристаллизованного объема. Механические свойства плакированных листов после СПФ и коррозионных испытаний остаются на высоком уровне ($\sigma_{0.2}>430\text{ МПа}$).

Холодная прокатка не оказывает значимого влияния на показатели сверхпластичности сплавов с повышенным содержанием Zr или содержащих Sc. В псевдоматричных сплавах наиболее равномерное распределение частиц в объеме, с минимальным стандартным отклонением межчастичного расстояния, достигается при двухступенчатой гомогенизации с высокотемпературной ступенью. При этом повышение степени деформации при горячей прокатке обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности сплавов псевдоматричного типа за счет повышения однородности

распределения частиц эвтектического происхождения в алюминиевой матрице и большей доли исходной рекристаллизованной структуры.

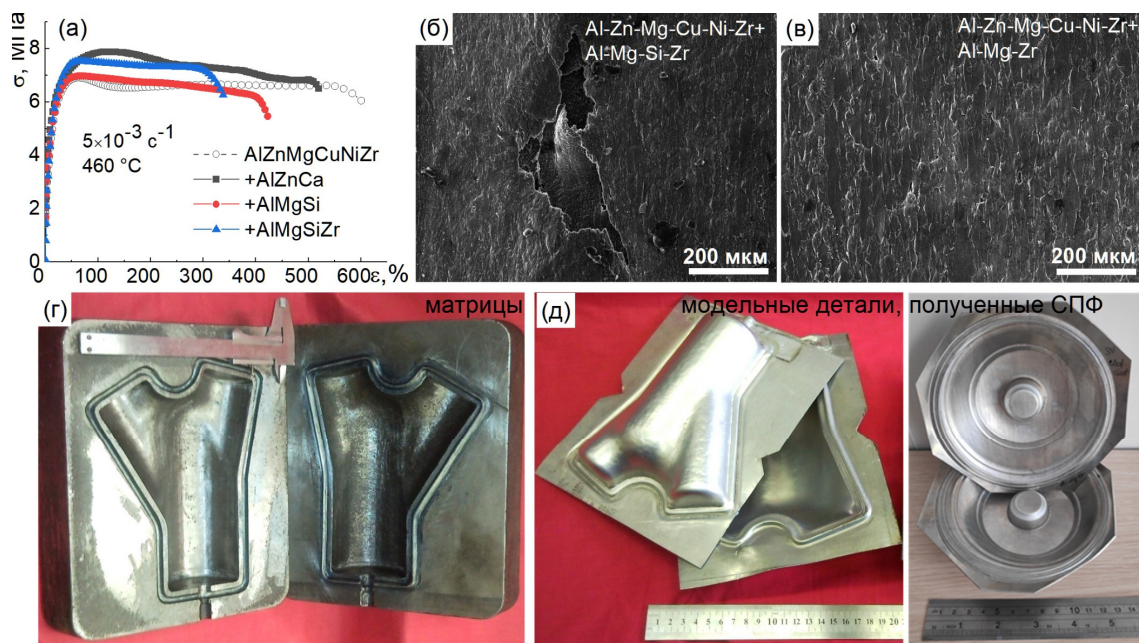


Рисунок 30 – (а) Кривые напряжение–деформация, (б,в) структура поверхности после деформации плакированного сплава Al-4Zn-4Mg-3Ni-1Cu-0.25Zr, (г) матрица из жаростойкого чугуна и (д) внешний вид модельных деталей, полученных из основного и плакированных Al-3Mg-0.25Zr и Al-3Mg-0.25Zr-0.3Er сплавами

Сверхпластической формовкой при скоростях деформации в интервале 2×10^{-3} - $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ успешно получены осесимметричные детали сложной формы диаметром 115 мм из разработанных алюминиевых сплавов разных систем легирования, демонстрирующие высокую точность воспроизведения гравюры матрицы и технологические преимущества сплавов. Из плакированных листов размерами в плане 200 на 170 мм высокопрочного сплава СПФ со средней скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ успешно отформованы две половинки изделия типа «воздуховод» (рис.30г,д). Давление аргона не превышало 5 атм., время формовки ~ 5-15 мин.

Легирование двухфазных латуней 1%Al ввиду улучшения показателей сверхпластичности и снижения остаточной пористости в 3-4 раза обеспечивает рост прочностных характеристик в отожженном состоянии (предел текучести с 190 до 220-230 МПа) и меньшее разупрочнение после сверхпластической деформации (на 4-11% в латунях с Al против 19-23% в двойной латуни).

Исследовано влияние исходной микроструктуры, определяющейся технологией получения листа, на формруемость сплава ВТ14. Рост доли рекристаллизованного объема в исходной структуре сплава, формирующейся при нагреве, увеличивает однородность течения и уменьшает разнотолщинность модельных деталей (рис.31). У стандартного сплава ВТ14 после отжига при 875 °C предел текучести 880 МПа и предел прочности 890 МПа (относительное удлинение 7.3%). После деформации ($\epsilon=0.69$, 875 °C, $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$)

значения снижаются примерно на ~ 100 МПа ввиду рекристаллизации и динамического роста зерна. Легирование сплава 2%Fe снижает температуру СПД на $100\text{--}200^\circ\text{C}$ и обеспечивает рост прочностных характеристик при комнатной температуре на $100\text{--}200$ МПа при незначительном их снижении при сверхпластической деформации.

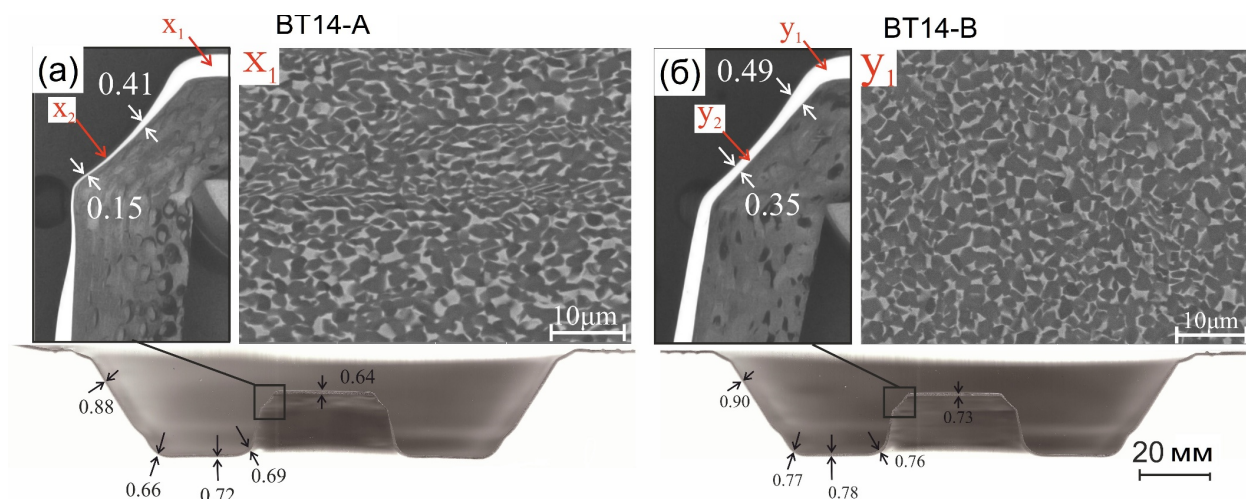


Рисунок 31 - Распределение толщины (мм) для деталей из (а) стандартного листа и (б) полученного с промежуточной закалкой с микроструктурой деформированных участков

Таким образом, улучшения показателей сверхпластичности достигается ввиду ускорения процессов рекристаллизации при ограничении роста зерен, что реализуется за счет стимулирования зарождения новых зерен в присутствии нанодисперсоидов и регулирования состава твердого раствора в сплавах на основе алюминия и состава фаз в двухфазных сплавах на основе титана и меди с микродуплексной структурой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных систематических исследований в рамках решения поставленных задач сформулированы следующие основные результаты и выводы для разных групп сплавов:

1. Для **алюминиевых сплавов** на основе систем Al-Mg, Al-Mg-Zn-(Cu), Al-Mg-Si-(Cu) и Al-Cu-Mg, дополнительно легированных малорастворимыми переходными и редкоземельными металлами установлены закономерности формирования структуры, эволюции параметров частиц гетерогенизирующих (вторых) фаз кристаллизационного происхождения и дисперсоидов, влияния параметров частиц и содержания растворимых элементов на кинетику рекристаллизации, зеренную структуру, показатели сверхпластичности и соотношение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации. Разработана и успешно применена для алюминиевых сплавов методология изучения структурных превращений (полигонизации и рекристаллизации) в режиме реального времени при непрерывном нагреве и изотермической выдержке методом механической спектроскопии. Методика позволяет оценивать кинетику рекристаллизации

по изменению интегральной плотности дислокаций в сплавах и рассчитывать активационные параметры зернограницной релаксации. По результатам анализа полученных закономерностей сформулирован и обоснован подход, основанный на принципе многоуровневой оптимизации гетерогенности структуры, позволяющий управлять соотношением вкладов действующих механизмов и показателями сверхпластичности через изменение состава сплавов и режимов обработки. Подход применен для разработки сплавов с улучшенными показателями сверхпластичности и механическими характеристиками.

2. Показано, что для всех групп алюминиевых сплавов наиболее эффективными эвтектикообразующими элементами являются железо и никель, формирующие фазы Al_9FeNi и Al_3Ni и обеспечивающие псевдоматричный тип структуры. Фазы практически не растворяют основные легирующие и дисперсоидообразующие элементы, обеспечивают низкую чувствительность к примеси кремния (до 0.15%), а их частицы эффективно фрагментируются, сфероидизируются и однородно распределяются в матрице при термомеханической обработке, создавая требуемую гетерогенность структуры с включениями среднего размера ~ 1 мкм и объемной долей 5-8%. Частицы стимулируют статическую и динамическую рекристаллизацию, облегчая формирование новых зерен и обеспечивая более мелкозернистую и однородную структуру в условиях отжига холоднокатаных заготовок, всесторонней изотермическойковки, обработки трением с перемешиванием и сверхпластического течения; стимулируют зернограницное скольжение без инициирования порообразования через рост доли высокоугловых границ зерен, уменьшение размера зерна и формирование межфазных границ. В сплавах типа магналии аналогом никеля служит церий, обеспечивающий близкий уровень показателей сверхпластичности.

3. С позиции обеспечения высокой стабильности размеров зерен при температурах сверхпластической деформации проанализирован распад пересыщенного переходными металлами (Mn, Cr, Zr, Sc, Er, Y) твердого раствора на основе алюминия в сплавах разных систем легирования. Определены следующие режимы обработки, обеспечивающие формирование дисперсоидов наименьшего размера при их наибольшей объемной доле, т.е. максимальную сдерживающую силу Зинера, и установлены факторы, влияющие на их тип, размер, морфологию и термическую стабильность, установлены особенности их влияния на сверхпластичное состояние сплавов:

- В сплавах на основе системы Al-Mg-Mn распад пересыщенного Mn твердого раствора при 350-380 °C идет преимущественно гетерогенно с образованием частично когерентной квазикристаллической I-фазы размером ~ 30 нм равноосной формы на дислокациях. Дисперсоиды I-фазы сдерживают рекристаллизацию до 400 °C в матричных сплавах, но огрубляются при более высоких температурах, не обеспечивая формирования

микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния. Напротив, дисперсоиды I-фазы имеют повышенную термическую стабильность в присутствии Fe и Cr, эффективно сдерживают рост зерен и улучшают показатели сверхпластичности в сплавах псевдоматричного типа с частицами эвтектического происхождения размером ~ 1 мкм, которые стимулируют рекристаллизацию.

- Для формирования микрозеренной структуры и обеспечения сверхпластичного состояния матричных магналиев, легированных Mn, необходим высокотемпературный отжиг слитка при $470 \pm 10^\circ\text{C}$, обеспечивающий высокую объемную долю пластинчатой Al_6Mn фазы, средний размер частиц которой в присутствии малой добавки хрома (0.1-0.2%) после прокатки уменьшается до 45-50 нм. Дисперсоиды снижают температуру начала рекристаллизации, стабилизируют зеренную структуру при подсолидных температурах, существенно улучшая показатели сверхпластичности сплавов.

- Для формирования высокой объемной доли L_{12} -фазы в сплавах с цирконием в условиях непрерывного распада пересыщенного твердого раствора необходим двухступенчатый отжиг слитка в интервале температур $350\text{--}420^\circ\text{C}$. Введение эрбия и скандия ускоряет непрерывный распад пересыщенного цирконием твердого раствора, уменьшает ширину зон прерывистого распада, повышает плотность и однородность распределения дисперсоидов при сохранении их среднего размера ~ 10 нм после термомеханической обработки, что сдерживает начало рекристаллизации до подсолидных температур и обеспечивает сверхпластичное состояние сплавам при скоростях до $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$.

- Когерентные матрицы дисперсоиды L_{12} -фазы размером ~ 10 нм эффективнее сдерживают рост зерен, чем некогерентные дисперсоиды Mn-содержащих фаз размером 40-50 нм при близких значениях f/d , формируя зерно 2-4 мкм, что обеспечивает сверхпластичность при на порядок больших скоростях и на $\sim 100^\circ\text{C}$ более низких температурах деформации, при этом Mn-содержащие дисперсоиды ограничивают зернограничное скольжение, а признаков сдерживания зернограничного скольжения в присутствии L_{12} -фазы не обнаружено.

4. Рост содержания легирующих элементов (Mg, Zn, Cu) в твердом растворе в алюминиевых сплавах исследованных систем легирования обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности при условии сохранения параметров дисперсоидов. Магний ограничивает подвижность дислокаций, стимулирует рекристаллизацию и сдерживает рост зерен, но уменьшает вклад зернограничного скольжения в общее удлинение. Цинк, в том числе его малая добавка в магналии, напротив слабо влияет на средний размер зерна, но увеличивает вклад зернограничного скольжения, уменьшая напряжение течения, увеличивая его скоростную чувствительность и значения относительного удлинения. Повышение в сплавах содержания магния и цинка до

предельной растворимости при создании структуры с бимодальным распределением частиц вторых фаз по размерам, 0.4-4% дисперсоидов среднего размера 10-50 нм и 5-8% частиц эвтектического происхождения среднего размера $d \sim 0.7-3$ мкм является эффективным инструментом управления зеренной структурой, обеспечивающим достижение высокоскоростной сверхпластичности с удлинениями 400-1000% при скоростях деформации до $10^{-2} - 1 \text{ с}^{-1}$.

5. На основе вышеизложенных закономерностей разработаны и запатентованы сплавы со структурой псевдоматричного типа на основе систем Al-Mg, Al-Mg-Zn-Cu и Al-Mg-Si-Cu сверхпластичные при повышенных скоростях деформации, имеющие прочностные характеристики и коррозионную стойкость не ниже аналогов (для высокопрочных сплавов при условии применения разработанной твердой плакировки). Проведена оценка формруемости листов сплавов и успешно опробована сверхпластическая формовка при скоростях до $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ модельных деталей сложной формы, точно воспроизводящих гравюру матрицы.

6. В **двухфазных** латунях и титановых сплавах с **микродулексной структурой** представленных α - и β -фазами кроме соотношения фаз на сверхпластичное поведение оказывает влияние их химический состав. Помимо развития зернограницного скольжения по межфазным границам, вторая более пластичная и диффузионно-проницаемая β -фаза с ОЦК решеткой выполняет аккомодационную функцию, обеспечивая действие дислокационной и диффузионной ползучести. При этом показано, что:

- в латунях в оптимальных температурно-скоростных условиях ($550 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$), обеспечивающих наибольшие значения скоростной чувствительности, сверхпластическая деформация сопровождается динамической рекристаллизацией в ОЦК β -фазе, обеспечивая уменьшение размера зерен с ~ 4 мкм до ультрамелкозернистого состояния. Дополнительное легирование алюминием (0.4-1.1%) существенно уменьшает размер β -зерен ввиду замедления скорости диффузии цинка, уменьшает вклад зернограницного скольжения по межфазным границам и приводит к снижению остаточной пористости в несколько раз, что в совокупности обеспечивает снижение напряжения течения, рост относительного удлинения в 1.5 раза и повышение постформовочных прочностных характеристик;

- в титановых сплавах β -фаза при сверхпластической деформации выделяется по высокоугловым α/α границам зерен или по малоугловым границам в теле зерен, тем самым создавая новые места для зернограницного скольжения и обеспечивая его аккомодацию. Данный эффект ускоряется в присутствии Fe, диффундирующего по межузельному механизму и ускоряющего самодиффузию титана. Добавка Fe в сплав Ti-Al-Mo-V ускоряет глобуляризацию структуры, снижает температурный интервал проявления сверхпластичности с 850-900 до 675-775 $^{\circ}\text{C}$, обеспечивает удлинения до 1000% и рост прочностных характеристик, в том числе после сверхпластической деформации.

7. Результаты работы использованы (получены акты внедрения и использования результатов) для оптимизации технологических процессов производства и применения продукции алюминиевых сплавов с микрозеренной структурой для получения деталей транспортного машиностроения и прошли промышленную апробацию на Самарском металлургическом заводе применительно к сплаву 1565ч, листы которого предложенного состава (в пределах марки), полученные по разработанным технологиям, имеют существенно лучшие показатели сверхпластичности и механические характеристики по сравнению с аналогами. Формуемость промышленных опытных партий листов сплава в сверхпластичном состоянии подтверждена успешным получением деталей, точно воспроизводящих гравюру матрицы. Практическую ценность представляют экспериментальные сплавы с высокоскоростной сверхпластичностью и технология твердой лакировки для коррозионной защиты без снижения формуемости.

Исследования, положенные в основу диссертации опубликованы в 98 научных статьях в журналах Scopus, WOS, BAK, RSCI и 9 Патентах. Полный список публикаций приведен в диссертации, наиболее значимые результаты опубликованы в следующих работах:

1. **А.В. Михайловская**, И.С. Головин, А.А. Зайцева, В.К. Портной, Р. Dröttboom, J. Cifre, Влияние добавок Mn и Cr на кинетику рекристаллизации и параметры зернограницной релаксации сплава Al-4.9Mg, Физика металлов и металловедение 114 (2013) 268–278 (**BAK**)
2. I.S. Golovin, **A.V.Mikhaylovskaya**, H.R. Sinning, Role of the β -phase in grain boundary and dislocation anelasticity in binary Al-Mg alloys, J. Alloys Compd. 577 (2013) 622–632 (**Scopus, WOS**)
3. **A.V.Mikhaylovskaya**, A.D. Kotov, A. V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity, J. Alloys Compd. 599 (2014) 139–144 (**Scopus, WOS**)
4. **A.V.Mikhaylovskaya**, O.A. Yakovtseva, I.S. Golovin, A. V. Pozdniakov, V.K. Portnoy, Superplastic deformation mechanisms in fine-grained Al-Mg based alloys, Mater. Sci. Eng. A 627 (2015) 31–41 (**Scopus, WOS**)
5. **A.V.Mikhaylovskaya**, A.G. Mochugovskiy, A.D. Kotov, O.A. Yakovtseva, M. V. Gorshenkov, V.K. Portnoy, Superplasticity of clad aluminium alloy, J. Mater. Process. Technol. 243 (2017) 355–364 (**Scopus, WOS**)
6. **A.V. Mikhaylovskaya**, A.O. Mosleh, A.D. Kotov, J.S. Kwame, T. Pourcelot, I.S. Golovin, V.K. Portnoy, Superplastic deformation behaviour and microstructure evolution of near- α Ti-Al-Mn alloy, Mater. Sci. Eng. A. 708 (2017) 469–477 (**Scopus, WOS**).

7. A.A. Kishchik, **A.V.Mikhaylovskaya**, A.D. Kotov, O. V. Rofman, V.K. Portnoy, Al-Mg-Fe-Ni based alloy for high strain rate superplastic forming, *Mater. Sci. Eng. A* 718 (2018) 190–197 (**Scopus, WOS**)
8. **A.V.Mikhaylovskaya**, A.G. Mochugovskiy, V.S. Levchenko, N.Y. Tabachkova, W. Mufalo, V.K. Portnoy, Precipitation behavior of L1₂ Al₃Zr phase in Al-Mg-Zr alloy, *Mater. Charact.* 139 (2018) 30–37 (**Scopus, WOS**)
9. **A.V.Mikhaylovskaya**, O.A. Yakovtseva, M.N. Sitkina, A.D. Kotov, A. V. Irzhak, S. V. Krymskiy, V.K. Portnoy, Comparison between superplastic deformation mechanisms at primary and steady stages of the fine grain AA7475 aluminium alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 718 (2018) 277–286 (**Scopus, WOS**)
10. A.Mochugovskiy, N.Tabachkova, **A.Mikhaylovskaya**, Annealing induced precipitation of nanoscale icosahedral quasicrystals in aluminum based alloy, *Mater. Lett.* 247 (2019) 200–203 (**Scopus, WOS**)
11. **A.V.Mikhaylovskaya**, A.A.Kishchik, A.D. Kotov, O. V. Rofman, N.Y. Tabachkova, Precipitation behavior and high strain rate superplasticity in a novel fine-grained aluminum based alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 760 (2019) 37–46 (**Scopus, WOS**)
12. O.Yakovtseva, A.Tomas, **A.Mikhaylovskaya**, Surface and internal structural markers for studying grain boundary sliding and grain rotation, *Mater. Lett.* 268 (2020) (**Scopus, WOS**)
13. **A. Mikhaylovskaya**, O. Yakovtseva, M. Sitkina, A.D. Kotov, Grain-boundary and intragranular deformation in ultrafine-grained aluminum-based alloy at high strain rate, *Mater. Lett.* 276 (2020) 128242 (**Scopus, WOS**)
14. O.A.Yakovtseva, M.N.Sitkina, A.D.Kotov, O.V.Rofman, **A. V. Mikhaylovskaya**, Experimental study of the superplastic deformation mechanisms of high-strength aluminum-based alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 788 (2020) (**Scopus, WOS**)
15. A.G.Mochugovskiy, **A.V.Mikhaylovskaya**, M.Y. Zadorognyy, I.S. Golovin, Effect of heat treatment on the grain size control, superplasticity, internal friction, and mechanical properties of zirconium-bearing aluminum-based alloy, *J. Alloys Compd.* 856 (2021) 157455 (**Scopus, WOS**)
16. **A.V.Mikhaylovskaya**, A.O. Mosleh, P. Mestre-Rinn, A.D. Kotov, M.N. Sitkina, A.I. Bazlov, D. V. Louzguine-Luzgin, High-Strength Titanium-Based Alloy for Low-Temperature Superplastic Forming, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 52 (2021) 293–302 (**Scopus, WOS**)
17. A.O. Mosleh, A.D. Kotov, V. Vidal, A.G. Mochugovskiy, V. Velay, **A.V.Mikhaylovskaya**, Initial microstructure influence on Ti–Al–Mo–V alloy’s superplastic deformation behavior and deformation mechanisms, *Mater. Sci. Eng. A* 802 (2021) (**Scopus, WOS**)

18. O.A. Yakovtseva, A.A. Kishchik, V. V. Cheverikin, A.D. Kotov, **A.V.Mikhaylovskaya**, The mechanisms of the high-strain-rate superplastic deformation of Al-Mg-based alloy, Mater. Lett. 325 (2022) (**Scopus, WOS**)
19. A.D. Kotov, A.G. Mochugovskiy, A.O. Mosleh, A.A. Kishchik, O. V. Rofman, **A.V.Mikhaylovskaya**, Microstructure, superplasticity, and mechanical properties of Al–Mg–Er–Zr alloys, Mater. Charact. 186 (2022) (**Scopus, WOS**)
20. **A.V.Mikhaylovskaya**, O.A.Yakovtseva, A.V.Irzhak, The role of grain boundary sliding and intragranular deformation mechanisms for a steady stage of superplastic flow for Al–Mg-based alloys, Mater. Sci. Eng. A 833 (2022) 142524 (**Scopus, WOS**)
21. **A.V.Mikhaylovskaya**, O.A. Yakovtseva, N.Y. Tabachkova, T.G. Langdon, Formation of ultrafine grains and twins in the β -phase during superplastic deformation of two-phase brasses, Scr. Mater. 218 (2022) 114804 (**Scopus, WOS**)
22. **A.V.Mikhaylovskaya**, O.A. Yakovtseva, A.G. Mochugovskiy, J. Cifre, I.S. Golovin, Influence of minor Zn additions on grain boundary anelasticity, grain boundary sliding, and superplasticity of Al-Mg-based alloys, J. Alloys Compd. 926 (2022) 166785 (**Scopus, WOS**)
23. О.А. Яковцева, П.К. Кабойи, А.В. Иржак, **А.В.Михайловская**, Влияние малой добавки алюминия на особенности и механизмы сверхпластической деформации сплава Cu-Zn с микродуплексной структурой, Физическая Мезомеханика 26 (2023) 62–71 (БАК)
24. A.G. Mochugovskiy, E.U. Chukwuma, N.Y. Tabachkova, **A.V.Mikhaylovskaya**, The chemical composition influence on the microstructure and superplasticity of the Al-Mg-Si-Zr-Sc-based alloys, Mater. Sci. Eng. A 928 (2025) 148063 (**Scopus, WOS**)
25. **А.В. Михайловская**, А.А. Кищик, А.Д. Котов, В.В. Яшин, А.М.Дриц, Алюминиевый сплав 1565ч с микрозеренной структурой для сверхпластической формовки, Металлург 4 (2026) 78–85 (RSCI).
26. **А.В. Михайловская**, Влияние состава твердого раствора и параметров дисперсоидов на размер зерна и показатели сверхпластичности алюминиевых сплавов с матричным типом структуры, Металлург 3 (2026) 61–72 (RSCI).

Патенты:

1. Патент RU 2817627 C1, 17.04.2024. «Сплав системы Al Mg Zn для высокоскоростной сверхпластической формовки» (Михайловская А.В., Кищик А.А., Кищик М.С.).
2. Патент RU 2772479 C1, 20.05.2022. «Сплав системы Al Mg с гетерогенной структурой для высокоскоростной сверхпластической формовки» (Михайловская А.В., Кищик А.А., Кищик М.С., Котов А.Д.).
3. Евразийский патент ЕА 033989 В9, 2019. «Superplastic aluminium alloy (variants), use thereof and product made therefrom» (Михайловская А.В., Котов А.Д., Портной В.К., Кищик А.А., Кищик М.С.)

4. Патент RU 2699423 C1, 05.09.2019. «Латунь для сверхпластической формовки деталей с малой остаточной пористостью» (Портной В.К., Михайловская А.В., Яковцева О.А., Медведева С.В.).
5. Патент RU 2631786 C1, 26.09.2017. «Сверхпластичный сплав на основе системы Al Mg Si» (Портной В.К., Михайловская А.В., Котов А.Д., Мочуговский А.Г.).
6. Патент RU 2637842 C1, 07.12.2017. «Способ получения сверхпластичного лакированного материала на основе алюминия» (Портной В.К., Михайловская А.В., Котов А.Д., Мочуговский А.Г.).
7. Патент RU 2491365 C2, 27.08.2013. «Сверхпластичный сплав на основе алюминия» (Портной В.К., Михайловская А.В., Чурюмов А.Ю., Синагейкина Ю.В., Котов А.Д.).
8. Патент RU 2449047 C1, 27.04.2012. «Способ получения сверхпластичного листа высокопрочного алюминиевого сплава» (Портной В.К., Михайловская А.В.).
9. Патент RU 2451105 C1, 20.05.2012. «Способ изготовления листов из сплава системы алюминий магний марганец» (Портной В.К., Михайловская А.В., Левченко В.С.).