DOI: 10.26565/2222-5617-2022-36

ISSN 2222-5617 (Print)

Original article In print article https://doi.org/10.26565/2222-5617-2022-36-02 UDC 539.374+669.715 PACS numbers: 62.20.Fe, 62.20.Hg

# ФОРМУВАННЯ ЗЕРЕННОЇ СТРУКТУРИ ТА ЇЇ ЗМІНА У ХОДІ НАДПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ ЗРАЗКІВ СПЛАВІВ AL-4,1 MAC.% CU-0,5 MAC.% ZR, 1450 ТА 1460, ЛЕГОВАНИХ ЦИРКОНІЄМ ТА СКАНДІЄМ

# В.П. Пойда

volodymyr.poyda@karazin.ua https://orcid.org/0000-0001-7970-7145 Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна, площа Свободи, 4, 61022 Харків, Україна

# А.В. Пойда

https://orcid.org/0000-0002-0558-5939

Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України, вул. Академічна, 1, 61108 Харків, Україна

Надійшла до редакції 25 березня 2022 р. Переглянуто 10 квітня 2022 р. Прийнято до друку 13 квітня 2022 р.

У статті викладені результати досліджень, спрямованих на встановлення механізмів формування ультрадрібнозернистої структури у зразках сплавів Supral Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, 1450 та 1460, що мають у своєму складі дисперсні частинки алюмінідів цирконію та скандію, які є ефективними стабілізаторами мікроструктури, а також на встановлення особливостей її зміни у ході надпластичного плину. Встановлено що статична рекристалізація відіграє важливу роль у формування ультрадрібнозернистої зеренної структури із середнім розміром зерна  $\vec{d}$  =5 мкм в зразках сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr. Вона здійснюється у ході їх нагрівання на повітрі до температури випробувань T = 773 К. Остаточно формування зеренної структури у зразках завершується на початкових етапах їх надпластичного плину внаслідок проходження неперервної динамічної рекристалізації.

Встановлено, що мікроструктура в робочих частинах зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, надпластично

продеформованих до зруйнування на сотні відсотків, є ультрадрібнозернистою ( $d \approx 10$  мкм) та рівновісною. Встановлено що рекристалізаційний відпал зразків сплаву 1450 не приводить до формування в них однорідної дрібнозернистої структури.

Показано що майже однорідна мікроструктура із середнім розміром зерна d = 3.46 мкм створюється безпосередньо в ході їх надпластичної деформації при температурах 753, 763, 773, 778К і напруженнях плину  $\sigma = 2.0$ , 8,0 МПа до ступенів відносної деформації  $\varepsilon_{yM}$ , що складають 20-50%, завдяки здійснення неперервної динамічної рекристалізації. У ході подальших етапів надпластичного плину середній розмір зерен у робочій частині зразків сплаву 1450 зростає. Показано, що в зразках сплаву 1450, які були надпластично продеформовані до зруйнування в оптимальних умовах, зерна зберігають рівновісну форму, а їх середній розмір становить 10 – 15 мкм. Встановлено, що ультрадрібнозерниста зернова структура в робочих частинах

зразків сплаву 1460 із середнім розміром зерна  $\overline{d}$  =5 мкм зростає в ході їх надпластичної деформації, яка здійснюється при температурах, що лежать у інтервалі T = 753 – 853 К та при напруженнях плину  $\sigma$ , рівних 3,0 – 6,0 МПа. Показано що у

зразків сплаву 1460, які були продеформовані до зруйнування на 1000% при T = 823 К і σ = 3,5 МПа, середній розмір зерна *d* ≈15 мкм.

**Ключові слова**: ультрадрібнозерниста структура, надпластична деформація, статична рекристалізація, динамічна рекристалізація.

**Як цитувати**: *Пойда В.П., Пойда А.В.* Формування зеренної структури та її зміна у ході надпластичної деформації зразків сплавів Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, 1450 та 1460, легованих цирконієм та скандієм. Вісник XHV імені В.Н. Каразіна. Серія «Фізика», вип. 36, 2022; 14-24. https://doi.org/10.26565/2222-5617-2022-36-02

# © Пойда В.П., Пойда А.В., 2022

Open Access. This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/

**In cites**: *Poyda V.P.*, *Poyda A.V.* Formation of grain structure and its change during the superplastic deformation of samples of alloys Al-4,1 wt.% Cu-0,5 wt.% Zr, 1450 and 1460, doped with zirconium and scandium. The Journal of V.N. Karazin Kharkiv National University. Series "Physics", Iss. 36, 2022; 14-24. https://doi.org/10.26565/2222-5617-2022-36-02 (in Ukrainian)

#### ВСТУП

Наявність зразків багатокомпонентних y алюмінієвих сплавів ультрадрібнозернистої структури, стійкої до огрубіння при високих гомологічних температурах, є, яквідомо[1-7], однією із необхідних умов для прояву ними ефекту структурної надпластичності (СНП) та здійснення надпластичної формовки. Відомо, що ультрадрібнозерниста структура у алюмінієвих сплавах може бути сформована двома способами [1-7]. Перший спосіб полягає у тому що вона формується в зразках у результаті проходження в них статичної рекристалізації. Нові зерна зароджуються у місцях локалізації деформації, що утворилися у результаті попередньої термомеханічної обробки сплаву. Вона, зазвичай, включає в себе гетерогенізаційний відпал, у ході якого із пересиченого твердого розчину на основі алюмінію виділяються частинки надлишкової фази. У праці [3] показано що для того, щоб ці частинки сприяли зародженню нових зерен їх розмір повинен бути більшим 0,7 мкм. Унаслідок проходження наступної теплої, або ж холодної прокатки заготовок сплаву, в отриманих листових напівфабрикатах навколо твердих частинок інтерметалідів утворюються зони інтенсивної деформації. Нові зерна зароджуються під час рекристалізаційного відпалу в місцях локалізації деформації поблизу частинок, що виділились у ході гетерогенізації сплаву. Другий спосіб застосовують до сплавів, легованих перехідними металами – цирконієм та скандієм [1-10]. Ці елементи у склад багатокомпонентних алюмінієвих сплавів вводять тому, що в них вони ефективно проявляють свої модифікуючі та антирекристалізаційні властивості.

Встановлено, що цирконій і скандій, які перебувають у твердому розчині на основі алюмінію, забезпечують подрібнення його зерен, що утворюються у злитку при кристалізації багатокомпонентних алюмінієвих сплавів, а когерентні з матрицею дисперсні частинки алюмініду цирконію ZrAl, алюмініду скандію ScAl<sub>2</sub>, або ж композитної фази Al<sub>3</sub>(Sc<sub>2</sub>Zr<sub>12</sub>), є ефективними стабілізаторами мікроструктури [1-10] оскільки вони ефективно протидіють проходженню статичної рекристалізації під час нагрівання зразків сплавів до високих гомологічних температур. Відомо, що безпосередньо в ході надпластичної деформації (НПД) у зразках багатокомпонентних алюмінієвих сплавів проходить неперервна динамічна рекристалізація, завдяки якій у них утворюється ультрадрібнозерниста структура. На практиці при створенні ультрадрібнозернистої структури в деяких багатокомпонентних алюмінієвих сплавах обидва ці способи поєднують між собою.

У працях [11-16] були встановлені температурношвидкісні умови деформування та оптимальні напруження плину, за яких зразки модельного сплаву типу Supral Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr та промислових сплавів 1450 і 1460 проявили ефект СНП. Було вивчено їх структурний стан і фазовий склад, досліджено механізми НПД, а також особливості пороутворення та руйнування зразків у її ході.

Метою досліджень, результати яких описані в статті, було вивчення механізмів формування дрібнозернистої структури у зразках сплавів Supral Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, 1450 та 1460 і встановлення особливостей її зміни у ході надпластичного плину.

#### МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Зразки для механічних випробувань та структурних досліджень були виготовлені **i**3 листових напівфабрикатів таких сплавів: модельного сплаву типу Supral Al-4,1 мас.% Сu-0,5 мас.% Zr; промислового сплаву 1450 (АІ-2,64 мас.% Си-2,2 мас.% Li-0,12 мас.% Zr, малі домішки Ті, Fe, Si, Na, Be); промислового сплаву 1460 (Al-2,64 мас.%Си-2,2 мас.%Li-0,12 мас.%Zr-0,12 мас.%Sc, малі домішки Ті, Fe, Si, Na) [4,5].

Довжина робочої частини зразків всіх досліджених сплавів дорівнювала 10 мм. Поперечний переріз зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr становив 2,5×5,00 мм<sup>2</sup>, а зразків сплавів 1450 та 1460 – 3,0×5,00 мм<sup>2</sup>. Механічні випробування зразків, як і в працях [11-16], були проведені на повітрі в режимі повзучості при постійному напруженні плину. Вони були здійснені в тих температурно-швидкісних умовах, в яких сплави проявляють ефект СНП [11-16].

Поверхню робочої частини зразків шліфували та механічно полірували. Остаточне полірування поверхні зразків здійснювали з використанням алмазної пасти, зернистість якої була 1/0. Для того щоб виявити границі зерен використовували універсальний хімічний травник, який мав такий склад: 17 мл HNO<sub>3</sub>, 5 мл HF, 78 мл H<sub>2</sub>O.

Мікроструктуру зразків досліджували з використанням світлового мікроскопа МІМ 6, оснащеного цифровою фотокамерою Pro-MiscroScan, Середній розмір зерна  $\overline{d}$  визначали методом випадкових січних [17] за даними, які були одержані шляхом опрацювання світлин мікроструктури сплаву. Розрахунок середнього розміру зерна  $\overline{d}$ , середнього поздовжнього (по відношенню до напрямку осі розтягування зразка) розміру зерна  $\overline{d}_{\parallel}$  та середнього перпендикулярного (по відношенню до напряму осі

The Journal of V.N. Karazìn Kharkiv National University. Series "Physics", Iss. 36, 2022 Вісник ХНУ імені В.Н. Каразіна. Серія «Фізика», вип. 36, 2022 розтягування зразка) розміру зерна  $\overline{d}_{\perp}$  здійснювали за даними, одержаними із 100 вимірювань. Це забезпечило при довірчій вірогідності 0,95 відносну похибку при визначенні середнього розміру зерна  $\overline{d}$ не більшу ніж 10%. Величину середнього розміру зерна  $\overline{d}$  розраховували за формулою

$$\overline{d} = \sqrt[3]{\overline{d}_{\parallel}} \cdot \overline{d}_{\perp}^{2}, \qquad (1)$$

де  $\overline{d}_{\parallel}$ , — середні розміри зерен у напрямках, паралельному і перпендикулярному до осі розтягування зразка, відповідно.

виявлення міжзеренних Для границь на поверхні робочої частини зразків поряд із хімічним травленням використовували деформаційний рельєф, який утворюється у ході НПД за рахунок здійснення зернограничного проковзування (ЗГП). Деформаційний рельєф отримували завдяки використанню такої методики. На відполіровану з використанням алмазної пасти зернистістю 1/0 поверхню робочої частини вихідних зразків, або ж зразків, які вже були попередньо надпластично продеформовані до певного ступеня умовної відносної деформації є, із використанням алмазної пасти, зернистістю 10/7, наносили маркерні риски, перпендикулярно напрямку їх розтягування. Після нанесення реперних рисок зразки надпластично деформували на 10 - 15% до необхідного ступеня умовної відносної деформації або ж до зруйнування.

## РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Із літературних джерел відомо що при високих гомологічних температурах зразки сплавів типу Supral мають матричну мікроструктуру. У ній частинки фази CuAl<sub>2</sub> локалізовані переважно на границях зерен, а дисперсні частинки фази ZrAl<sub>3</sub> зосереджені як на границях, так і в середині (в тілі) зерен матричної фази – твердого розчину на основі алюмінію [1-3, 9,18-20].

Формування ультрадрібнозернистої зернової структури в зразках сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr було здійснене із врахуванням даних про його фазовий склад, наведених вище, завдяки проходженню статичної рекристалізації у ході їх нагрівання на повітрі до температури випробувань T = 773 K зі швидкістю 12,5 K/хв.

Було встановлено що обрані умови проходження статичної рекристалізації не в повній мірі забезпечують створення ультрадрібнозернистої структури в зразках сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr (рис.1, а).

Структура, що утворилася при рекристалізаційному відпалі, характеризується значною різнозернистістю при наявності ділянок продеформованої матриці, у якій рекристалізація ще не почалася.

Металографічні дослідження показали що

поряд із дрібними зернами, середній розмір яких складає 7 – 10 мкм, у мікроструктурі зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr (рис.1, а), нагрітих до температури Т = 773 К, є і більші за розміром зерна, середній розмір яких складає 15 - 20 мкм. Але, як виявилось, ця обставина суттево не впливає на здатність зерен в робочій частині зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr здійснювати інтенсивне взаємне проковзування по багатокутових границях на ранніх етапах їх НПД. Про це, зокрема, свідчить утворення значних розривів реперних рисок (рис.1, б, в, г) на тих ділянках границь зерен, на яких було здійснене ЗГП. Остаточне формування ультрадрібних зерен в робочій частині зразків сплаву Al-4,1 мас.% Си-0,5 мас.% Zr, яке завершується на початкових етапах їх НПЛ, вірогідно здійснюється внаслідок проходження неперервної динамічної рекристалізації. Одним із побічних свідчень про її здійснення є утворення на деформаційному рельєфі внаслідок міграції границь зерен кількох сходинок, паралельних одна одній.

Ці сходинки були локалізовані поблизу приграничних поверхонь деяких зерен. Встановлено, що в зразках, надпластично продеформованих до ступеня відносної деформації  $\varepsilon_{yM} = 100\%$ , зернова структура в їх робочих частинах в основному є ультрадрібнозернистою та рівновісною.

Було встановлено [8] що оптимальні умови прояву ефекту СНП зразками сплаву АІ-4,1 мас.% Сu-0,5 мас.% Zr, які мають описані вище характеристики зернової структури, у дослідженому інтервалі напружень  $\sigma$ , рівному 3,0 ÷ 6,0 МПа, такі: температура T = 773 K, напруження плину  $\sigma$  = 5,0 МПа, середня швидкість істинної деформації  $\overline{\dot{\varepsilon}}_{icm}$  = 1,5 · 10<sup>-4</sup> c<sup>-1</sup>. Максимальне відносне видовження до зруйнування  $\delta$  зразків сплаву АІ-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, надпластично продеформованих в цих умовах, складає 900%. (рис.2).

На рис.3 у порівнянні з вихідним зразком сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr показаний зразок, продеформований до зруйнування на 900% при T = 773 K і  $\sigma$  = 5,0 МПа. Видно, що руйнування зразка сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, який був продеформований в оптимальних умовах до розриву, на макроскопічному рівні є квазікрихким.

Воно відбулось без помітної локалізації деформації у вигляді шийки. Це свідчить про високу стабільність надпластичного плину ультрадрібнозернистих зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr.

На рис.4. наведені залежності зміни середнього розміру зерна  $\overline{d}$ , середнього поздовжнього (по відношенню до напрямку розтягування зразка) розміру зерна  $\overline{d}_{\parallel}$  та середнього перпендикулярного (по відношенню до напрямку розтягування зразка)



*Рис. 1.* Характерні вигляди мікроструктури зразка сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, нагрітого до температури випробувань T = 773K (а) та деформаційного рельєфу, який утворився на робочій поверхні зразка цього сплаву, надпластично продеформованого при T = 773 K і  $\sigma$  = 5,0 МПа до ступеня відносної деформації  $\varepsilon_{yM}$  = 100 + 15% (б, в, г). Напрямок розтягування зразка горизонтальний.

*Fig.1.* Characteristic views of the microstructure of a sample of the Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr alloy heated to the test temperature T = 773K (a) and the deformation relief that formed on the working surface of the sample of this alloy superplastically deformed at T = 773K and  $\sigma = 5.0$  MPa to the degree of relative deformation srel = 100 + 15% (b, c, d). The sample strain direction is horizontal.

розміру зерна  $d_{\perp}$  від ступеню умовної деформації  $\varepsilon_{_{YM}}$  для зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, продеформованих в оптимальних умовах НПД: при температурі 773К і напруженні плину  $\sigma = 5,0$  МПа.

Аналіз їх ходу дає можливість встановити кінетику еволюції зернової структури у ході НПД зразків дослідженого сплаву. Як було показано вище при нагріванні зразків цього сплаву до температури випробування 773К зі швидкістю 12,5 К/хв. у ньому за рахунок здійснення статичної рекристалізації була сформована майже однорідна зернова структура із середнім розміром зерна d = 5 мкм. Після прикладання до зразків напруження в ході НПД, середній розмір зерна *d* у результаті здійснення динамічної рекристалізації зростає приблизно на 1,5 - 2,0 мкм. У інтервалі відносних ступенів умовних деформацій зразка від 70 до 480% середній розмір зерна d у ньому змінюється незначно. Те, що середній поздовжній розмір зерна  $d_{\parallel}$ (рис.4, крива 2) у ході надпластичного плину зразка сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr збільшує свої розміри більше, ніж середній поперечний розмір зерна  $d_{\perp}$  (рис.4, крива 3), вірогідно пов'язане з розвитком у робочій частині зразків внутрішньозернового дислокаційного ковзання. На деформаційному рельєфі, що утворився у ході надпластичної деформації зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr та інших сплавів типу Supral, за методами оптичної металографії сліди ковзання не були виявлені ні нами [11,14], ні іншими дослідниками [1-4]. У працях [2, 18-20] внаслідок проведення електронно-мікроскопічних досліджень тонкої структури зразків сплаву типу Supral було надійно підтверджено що в зернах відбувається рух внутрішньозернових дислокацій, який приводить до створення нерівноважного стану багатокутових границь зерен. Спостережене нами викривлення деяких реперних рисок (рис.1, г), як зазначено в [2], є свідченням того, що внутрішньозернове ковзання, що здійснюється у ході НПД зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, приводить до неоднорідної деформації локальних мікрооб'ємів зерен цього сплаву. Встановлено, що зернова структура в робочій частині зразка сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, який був надпластично продеформований до зруйнування



*Рис.2.* Залежність максимального відносного видовження зразків до зруйнуванняя  $\delta$  від прикладеного напруження  $\sigma$  для зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, надпластично продеформованих при T = 773K.

*Fig.2.* The dependence of the maximum relative elongation of samples to failure  $\delta$  on the applied stress  $\sigma$  for Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr alloy samples superplastically deformed at T = 773K.

на 900%, є ультрадрібнозернистою ( $\overline{d} \approx 10$  мкм) та рівновісною.

Було встановлено, що вихідна мікроструктура листових промислових напівфабрикатів зразків сплаву 1450 у стані поставки є нерекристалізованою і різнозернистою (рис.5, а).

У зернах є велика кількість скупчень, які складаються з частинок інтерметаллідних фаз. Вони зосереджені як



*Рис.3.* Зразки сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr: 1 - вихідний, недеформований. 2 - продеформований до зруйнування на 900% при T=773K і σ=5,0 МПа.

у тілі зерен, так і на границях зерен. За даними праць [4,21-23], у яких досліджено фазовий склад сплаву 1450, у його зразках у стані поставки у залежності від умов, у яких вони пройшли попередню термомеханічну обробку, можуть бути виявлені інтерметаліди, збагачені атомами Fe i Si, дисперсоїди Al<sub>3</sub>Zr та частинки інтерметаллідних фаз Al<sub>3</sub>Li, Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>2</sub>CuLi, Al<sub>6</sub>CuLi<sub>3</sub>. Ці фази зміцнюють матрицю – твердий розчин на основі алюмінію. Встановлено [4,21-23], що крупні частинки фаз Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>2</sub>CuLi, Al<sub>6</sub>CuLi<sub>3</sub>, а також частинки фаз, які містять атоми Fe i Si, виділяються переважно по границях зерен, а дисперсні частинки фаз Al<sub>3</sub>Zr, Al<sub>3</sub>Li, Al<sub>2</sub>CuLi – як в тілі, так і на границях зерен матриці.

Було встановлено, що рекристалізаційний відпал зразків сплаву 1450, проведений на повітрі при різних температурах та швидкостях нагрівання, не приводить до розвитку в них статичної рекристалізації, метою якої є формування в них однорідної дрібнозернистої структури. Через це ультрадрібнозерниста структура була сформована безпосередньо в ході НПД зразків сплаву 1450 завдяки здійсненню неперервної динамічної рекристалізації. Було встановлено, що



Рис. 4. Залежності зміни середніх розмірів зерен  $\overline{d}$  (крива 1),  $\overline{d}_{\parallel}$  (крива 2) і  $\overline{d}_{\perp}$  (крива 3), від ступеню умовної деформації  $\varepsilon_{_{y_{M}}}$  для зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, продеформованих в оптимальних умовах НПД.

*Fig.4.* Dependencies of changes in the average grain sizes  $\overline{d}$  (curve 1),  $\overline{d}_{\parallel}$  (curve 2) and  $\overline{d}_{\perp}$  (curve 3) on the degree of conditional deformation for Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr alloy samples deformed under the optimal conditions of SPD.

*Fig.3.* Samples of alloy Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr: 1 - original, undeformed. 2 - deformed to failure by 900% at T=773K and  $\sigma$ =5.0 MPa.



*Рис.5.* Характерні види мікроструктури сплаву 1450: у зразках у стані поставки (а); у зразках, надпластично продеформованих при температурі T = 773К та напруженні плину  $\sigma = 3,5$  МПа до ступеня відносної деформації  $\varepsilon_{yM}$  25% (б), 100% (в), 500% (г). Напрямок розтягування зразка горизонтальний.

майже однорідна мікроструктура із середнім розміром зерна  $\overline{d} = 3 \div 6$  мкм (рис.5, б) створюється у зразках, які були надпластично продеформовані в режимі повзучості при температурах 753, 763, 773, 778К і  $\sigma = 2,0 \div 8,0$  МПа до ступенів відносної деформації  $\varepsilon_{yM}$ , що складають 20-50%. (рис.6, в).

Як видно на рис.5 (в) і рис.5 (г) у ході подальших етапів надпластичного плину середній розмір зерен у зразках сплаву 1450 зростає. Встановлено, що у зразків сплаву 1450, які були продеформовані до зруйнування в оптимальних умовах, зерна зберігають рівновісну форму, а їх середній розмір становить 10 – 15 мкм.

Було встановлено [12,13], що оптимальні умови прояву ефекту СНП зразками сплаву 1450, які мають описані вище характеристики зернової структури, у дослідженому інтервалі напружень  $\sigma$ , рівному 2,0 ÷ 8,0 МПа такі: температура Т = 773К, напруження плину  $\sigma$  = 3,5 МПа, середня швидкість істинної деформації  $\overline{\dot{\varepsilon}}_{icm} = 3,5 \cdot 10^{-4} c^{-1}$ . Максимальне відносне видовження до зруйнування б зразків сплаву 1450, які були надпластично продеформовані до зруйнування в цих умовах, складає 650% (рис.6).

На рис.7 у порівнянні з вихідним зразком сплаву 1450 показаний зразок, надпластично продеформований до зруйнування на 650% при T = 773K і σ = 3,5 МПа. Видно, що його руйнування відбувалось без помітної локалізації деформації у вигляді шийки.



Рис.6. Залежність відносного видовження до зруйнування  $\delta$  від прикладеного напруження  $\sigma$  для зразків сплаву 1450, надпластично продеформированих до зруйнування при T = 773K.

The Journal of V.N. Karazìn Kharkiv National University. Series "Physics", Iss. 36, 2022 Вісник ХНУ імені В.Н. Каразіна. Серія «Фізика», вип. 36, 2022

*Fig.5.* Characteristic types of microstructure of alloy 1450: in samples in the state of delivery (a); in samples superplastically deformed at temperature T = 773K and flow stress  $\sigma = 3.5$  MPa to the degree of relative deformation  $\varepsilon$ rel 25% (b), 100% (c), 500% (d). The sample strain direction is horizontal.

*Fig.6.* Dependence of the relative elongation to failure  $\delta$  on the applied stress  $\sigma$  for samples of alloy 1450 superplastically deformed to failure at T = 773K.



*Рис.7.* Зразки сплаву1450: 1 - вихідний, недеформований. 2 - продеформований до зруйнування на 650% при T = 773K і σ = 3,5 МПа.

Fig.7. Samples of alloy 1450: 1 - original, undeformed. 2 - deformed to failure by 650% at T = 773K and  $\sigma$  = 3.5 MPa.

Ультрадрібнозерниста зернова структура із середнім розміром зерна d = 5 мкм у листових напівфабрикатах сплаву 1460 була сформована в промислових умовах внаслідок термомеханічної обробки, проведеної при їх виготовленні. Це, вірогідно, вдалося здійснити завдяки наявності у мікроструктурі зразків сплаву 1460 дисперсних частинок Al<sub>3</sub>Zr, Al<sub>3</sub>Sc та Al<sub>3</sub>(Sc<sub>x</sub>Zr<sub>1-x</sub>), які, як було встановлено в працях [4,8,24],

здатні забезпечити термічну стабільність їх зернової структури при високих гомологічних температурах завдяки тому що вони є ефективною перешкодою для руху границь зерен у ході їх міграції.

Характерний вид вихідної зернової структури зразків сплаву 1460 показаний на рис.8, а.

На рис.8 наведені характерні види мікроструктури робочої частини зразків сплаву 1460, надпластично продеформованих до руйнування при різних температурах та напруженнях плину. Слід зазначити що в ході НПД зразків сплаву 1460 при їх деформуванні при температурах випробувань, які вищі 773К, коли починає здійснюватися коагуляція дисперсоїдів Al<sub>3</sub>Zr, Al<sub>3</sub>Sc та Al<sub>3</sub>(Sc<sub>x</sub>Zr<sub>1-X</sub>) [4, 5, 8, 10, 24], і вони вже у повній мірі не можуть стримувати міграцію багатокутових границь, середній розмір зерен в робочій частині зразків починає зростати, однак переважна більшість зерен, незважаючи на високі ступені відносної деформації зразків, залишається рівновісними (рис.8, в, г).

Було встановлено [12,15] що оптимальні умови прояву ефекту СНП зразками сплаву 1460, які мають описані вище характеристики зернової структури, у дослідженому інтервалі напружень σ, рівному 3,0 ÷ 6,0 МПа та у інтервалі температур T = 753 ÷ 853 К



*Рис.8.* Характерні види мікроструктури сплаву 1460: у зразках у стані поставки (а); у зразках, надпластично продеформованих при напруженні плину  $\sigma = 4,0$  МПа і T = 773 К (б);  $\sigma = 3,5$  МПа, T = 793 К (в);  $\sigma = 3,5$  МПа, T = 813 К (в);  $\sigma = 3,5$  МПа, T = 823 К (г). Напрямок розтягування зразка горизонтальний.

*Fig.8.* Characteristic types of microstructure of alloy 1460: in samples in the condition of delivery (a); in samples superplastically deformed at flow stress  $\sigma = 4.0$  MPa and T = 773K (b);  $\sigma = 3.5$  MPa, T = 793K (c);  $\sigma = 3.5$  MPa, T = 813K (c);  $\sigma = 3.5$  MPa, T = 823K (d). The sample strain direction is horizontal.

такі: Т = 793 К, напруження плину  $\sigma$  = 3,5 МПа, середня швидкість істинної деформації  $\overline{\dot{\varepsilon}}_{icm}$  = 3,5  $\cdot 10^{-4} c^{-1}$ .

Максимальне відносне видовження зразків, що були надпластично продеформовані в цих умовах, дорівнює 1000% (рис.9).

На рис.10 у порівнянні з вихідним зразком сплаву 1460 показаний зразок, який був надпластично



*Рис.9.* Залежності відносного видовження до зруйнування  $\delta$  від прикладеного напруження  $\sigma$  для зразків сплаву 1460, надпластично продеформованих в режимі повзучості при температурах T = 753 К (крива 1), 773 К (крива 2), 793 К (крива 3), 813 К (крива 4) и 823 К (крива 5).

*Fig.9.* The dependences of the relative elongation to failure  $\delta$  on the applied stress  $\sigma$  for samples of alloy 1460 superplastically deformed in the creep mode at temperatures T = 753K (curve 1), 773K (curve 2), 793K (curve 3), 813K (curve 4) and 823K (curve 5).



*Рис.10.* Зразки сплаву 1460: 1 - вихідний, недеформований. 2 - надпластично продеформований до зруйнування на 1000% при T = 793 к і  $\sigma = 3,5$  МПа.

*Fig.10.* Samples of alloy 1460: 1 - original, undeformed. 2 - superplastically deformed to failure by 1000% at T = 793K and  $\sigma = 3.5$  MPa.

продеформований до зруйнування на 1000% при T = 793К і σ = 3,5 МПа. Видно, що надпластичний плин зразка був стабільним, а його руйнування відбувалось



перпендикулярному до осі розтягування зразка  $\overline{d}_{\perp}$  (крива 3) від температури випробувань для зразків сплаву 1460, надпластично продеформованих до руйнування.

Fig.11. Dependencies of the change in the average grain size  $\overline{d}$  (curve 1), as well as the average grain size in the direction parallel to the strain direction of the sample  $\overline{d}_{\parallel}$  (curve 2) and the average grain size in the direction perpendicular to the strain direction  $\overline{d}_{\perp}$  (curve 3) on the test temperature for samples of alloy 1460, superplastically deformed to failure.

без помітної локалізації деформації у вигляді шийки.

Проведення металографічних досліджень дало можливість одержати експериментальні дані щодо впливу температури випробувань на ріст зерен у зразках сплаву 1460. На рис.11 показані залежності зміни середнього розміру зерна  $\overline{d}$ , а також середнього розміру зерна у напрямку осі розтягування зразка  $\overline{d}_{\parallel}$  і середнього розміру зерна у напрямку, перпендикулярному до осі розтягування зразка  $\overline{d}_{\perp}$ , від температури випробувань для зразків сплаву 1460,

The Journal of V.N. Karazìn Kharkiv National University. Series "Physics", Iss. 36, 2022 Вісник ХНУ імені В.Н. Каразіна. Серія «Фізика», вип. 36, 2022 надпластично продеформованих до зруйнування.

Видно, що при збільшенні температури випробувань до T = 823 К  $\overline{d}$  збільшується у три рази у порівнянні із його вихідним значенням. Найбільш крупний розмір зерна  $\overline{d} \approx 15$  мкм є у зразків, які були продеформовані до зруйнування при T = 823 К і  $\sigma$  = 3,5 МПа. Менші значення  $\overline{d}$ ,  $\overline{d}_{\parallel}$ ,  $\overline{d}_{\perp}$  у зразків, продеформованих при температурах випробувань менших та більших за 823 К, вірогідно пов'язані з тим, що тривалість їх деформування а, значить, і тривалість здійснення динамічної рекристалізації їх зернової структури, була значно меншою, ніж у зразків, деформованих при 823 К.

#### висновки

1. Встановлено, що наявність у складі досліджених алюмінієвих сплавів Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, 1450 та 1460 дисперсних частинок алюмінідів цирконію та скандію, як ефективних стабілізаторів мікроструктури, забезпечує створення в їх зразках ультрадрібнозернистої структури, стабільної до огрубіння у ході надпластичного плину, що відбувається при високих гомологічних температурах.

2. Формування ультрадрібнозернистої зернової структури із середнім розміром зерна d = 5 мкм у зразках сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr здійснюється завдяки проходження статичної рекристалізації під час їх нагрівання на повітрі до температури випробувань Т = 773 К та остаточно завершується на початкових етапах їх НПД внаслідок здійснення неперервної динамічної рекристалізації, що відбувається за наявності в складі сплаву дисперсних частинок алюмініду цирконію ZrAl,. Встановлено, що зернова структура в робочих частинах зразків сплаву Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, надпластично продеформованих до зруйнування на сотні відсотків,

## СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

- И.И. Новиков, В.К. Портной. Сверхпластичность металлов и сплавов с ультрамелким зерном, Металлургия, М. (1981). 168с.
- 2. О.А. Кайбышев. Сверхпластичность промышленных сплавов, Металлургия, М. (1984). 264с.
- Сверхпластическая формовка конструкционных сплавов / Под ред. Н. Пейтона, К. Гамильтона: Пер. с анг., Металлургия, М. (1985). 218с.
- И.Н. Фридляндер, К.В. Чуистов, А.Л. Березина, Н.И. Колобнев. Алюминий-литиевые сплавы. Структура и свойства, Наукова думка, Киев. (1992). 192с.
- Алюминиевые сплавы (состав, свойства, технология, применение). Справочник / В.М., Белецкий, Г.А. Кривов. Под общей редакцией И.Н. Фридляндера, КОМИНТЕХ, К. (2005). 365с.
- 6. K.A. Padmanabhan, S. Balasivanandha Prabu,

є ультрадрібнозернистою ( $\overline{d} \approx 10$  мкм та рівновісною.

3. Встановлено, що рекристалізаційний відпал зразків сплаву 1450, проведений на повітрі при різних температурах, не приводить до формування в них однорідної дрібнозернистої структури. Показано що майже однорідна мікроструктура із середнім розміром зерна  $\overline{d} = 3 \div 6$  мкм створюється в них завдяки здійснення неперервної динамічної рекристалізації, яка відбувається за наявності у складі сплаву дисперсних частинок алюмініду цирконію ZrAl<sub>3</sub>, у ході НПД при температурах 753, 763, 773, 778K і напруженнях плину  $\sigma = 2,0 \div 8,0$  МПа, до ступенів відносної деформації  $\varepsilon_{yM}$ , що складають 20-50%.

4. Встановлено, що в ході подальших етапів надпластичного плину середній розмір зерен у зразках сплаву 1450 зростає. Показано, що у зразків цього сплаву, які були продеформовані до зруйнування в оптимальних умовах, зерна зберігають рівновісну форму, а їх середній розмір становить 10 – 15 мкм.

5. Встановлено, що ультрадрібнозерниста зернова структура робочих частин зразків сплаву 1460 із середнім розміром зерна  $\overline{d} = 5$  мкм, що була сформована під час виготовлення листового промислового напівфабрикату завдяки наявності у їх складі дисперсних частинок алюмінідів цирконію та скандію, зростає в ході їх НПД, яка здійснюється в інтервалі температур T = 753 ÷ 853 К та при напруженнях  $\sigma = 3,0 \div 6,0$  МПа. У зразків, сплаву 1460, що були продеформовані до зруйнування на 1000% при T = 823 К і  $\sigma = 3,5$  МПа, середній розмір зерна  $\overline{d} \approx 15$  мкм.

## КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори повідомляють про відсутність конфлікту інтересів.

#### REFERENCES

- 1. I.I. Novikov, V.K. Portnoy. Superplasticity of metals and alloys with ultrafine grains, Metallurgy, M. (1981). 168p.
- O.A. Kaibyshev. Superplasticity of industrial alloys, Metallurgy, M. (1984). 264p.
- Superplastic Forming of Structural Alloys, Ed. by N. Paton, K. Hamilton: Transl. from English, Metallurgy, M. (1985). 218p.
- I.N. Friedlander, K.V. Chuistov, A.L. Berezina, N.I. Kolobnev. Aluminum-lithium alloys. Structure and properties, Naukova Dumka, Kyiv. (1992). 192p.
- Aluminum alloys (composition, properties, technology, application). Reference book / V.M. Beletsky, G.A. Krivov. Under the general editorship of I.N. Friedlander, KOMINTECH, K. (2005). 365p.
- K.A. Padmanabhan, S. Balasivanandha Prabu, R.R. Mulyukov, Ayrat Nazarov, R.M. Imayev, S. Ghosh.

R.R. Mulyukov, Ayrat Nazarov, R.M. Imayev, S. Ghosh. Chowdhury Superplasticity: Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon, Springer, Verlag, Berlin, Heidelberg. (2018). 526p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0

- Xiao-guo Wang, Qiu-shu Li, Rui-rui Wu, Xiao-yuan Zhang, Liyun Ma. Advances in Materials Science and Engineering. V., Article ID 7606140. 1-17 (2018). https:// doi.org/10.1155/2018/7606140
- В.Г. Давыдов, В.И. Елагин, В.В. Захаров, Т.Д. Ростова. Металловедение и термическая обработка металлов. №8, 25 (1996).
- R.H. Bricknell, J.W. Edington. Acta Metall. V.27, №8, 1313 (1979). https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90200-1
- 10. Y.Z. Xiao, C.R. Gao, H.S. Ma, S.P. Tian. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, V.11, №2, 235 (2001).
- В.П. Пойда, Р.И. Кузнецова, Т.Ф. Сухова, Н.К. Ценев, А.И. Письменная. Металлофизика, Т.12, №1, 44 (1990).
- В.П. Пойда. Вісник Харківського державного університету. Серія "Фізика", В.1, №417, 90 (1998).
- В.П. Пойда, Р.И. Кузнецова, В.В. Брюховецкий, Н.К. Ценев, Т.Ф. Сухова. Металлофизика и новейшие технологии, Т.21, №6, 17 (1999).
- В.П. Пойда, Р.И. Кузнецова, В.В. Брюховецкий, Н.К. Ценев, Т.Ф. Сухова. Металлофизика и новейшие технологии, Т.23, №8, 1003 (2001).
- В.П. Пойда, В.В. Брюховецкий, А.В. Пойда, Р.И. Кузнецова, В.Ф. Клепиков. Металлофиз. новейшие технологии, Т.24, №10, 1397 (2002).
- А.В. Пойда, В.В. Брюховецкий, Р.И. Кузнецова, В.Ф. Клепиков, Д.Л. Воронов, Т.Б. Любицкая. Физика металлов и металловедение, 99, №2. 105 (2005).
- С.А. Салтыков. Стереометрическая металлография, Металлургия, М. (1976), 272с.
- Р.З. Валиев, О.А. Кайбышев. Доклады академии наук СССР, Т.236. №2, 339 (1977).
- 19. О.А. Кайбышев, Р.З. Валиев, Н.К. Ценев. Доклады академии наук СССР, Т.278, №1, 93 (1984).
- Р.З. Валиев, О.А. Кайбышев, Г.Ф. Корзникова, Н.К. Ценев. Физика металлов и металловедение, Т.62, В.1, 180 (1986).
- Л.И. Кайгородова, Л.В. Жингель, А.М. Дриц, С.Б. Корнилов. Т.77, В.5. 113 (1994).
- Р.Р. Романова, А.Н. Укусников, А.М. Дриц, И.Н. Фридляндер. Физика металлов и металловедение, Т.77, В.3. 159 (1994).
- Д.Н. Сергеева, В.С. Левченко, А.О. Никифоров, С.В. Самохвалов. Технология легких сплавов, №9, 10. (1991).
- 24. Н.И. Колобнев. Металловедение и термическая обработка металлов, №7, 85, (2002).

Chowdhury Superplasticity: Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon, Springer, Verlag, Berlin, Heidelberg. (2018). 526p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0

- Xiao-guo Wang, Qiu-shu Li, Rui-rui Wu, Xiao-yuan Zhang, Liyun Ma. Advances in Materials Science and Engineering. V., Article ID 7606140. 1-17 (2018). https:// doi.org/10.1155/2018/7606140
- V.G. Davydov, V.I. Elagin, V.V. Zakharov, T.D. Rostova. Metal Science and Heat Treatment of Metals. No.8, 25 (1996).
- R.H. Bricknell, J.W. Edington. Acta Metall. V.27, №8, 1313 (1979). https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90200-1
- Y.Z. Xiao, C.R. Gao, H.S. Ma, S.P. Tian. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, V.11, №2, 235 (2001).
- V.P. Poida, R.I. Kuznetsova, T.F. Sukhova, N.K. Tsenev, A.I. Pismennaya. Metallophysics, V.12, No.1, 44 (1990).
- V.P. Poida. Vestnick of Kharkiv State University. Series "Physics", V.1, No.417, 90 (1998).
- V.P. Poyda, R.I. Kuznetsova, V.V. Bryukhovetskiy, N.K. Tsenev, T.F. Sukhova. Metallofizika i noveyshiye tekhnologii, V.21, №6, 17 (1999).
- V.P. Poyda, R.I. Kuznetsova, V.V. Bryukhovetskiy, N.K. Tsenev, T.F. Sukhova. Metallofizika i noveyshiye tekhnologii, V.23, №8, 1003 (2001).
- V.P. Poyda, V.V. Bryukhovetskiy, A.V. Poyda, R.I. Kuznetsova, V.F. Klepikov. Metallofizika i noveyshiye tekhnologii, V.24, №10, 1397 (2002).
- A.V. Poyda, V.V. Bryukhovetskiy, R.I. Kuznetsova, V.F. Klepikov, D.L. Voronov, T.B. Lyubitskaya. Fizika metallov i metallovedeniye, V.99, №2. 105 (2005).
- S.A. Saltykov. Stereometric metallography, Metallurgy, M. (1976), 272p.
- R.Z. Valiev, O.A. Kaibyshev. Reports of the Academy of Sciences of the USSR, V.236. No.2, 339 (1977).
- O.A. Kaibyshev, R.Z. Valiev, N.K. Tsenev. Reports of the Academy of Sciences of the USSR, V.278, No.1, 93 (1984).
- R.Z. Valiev, O.A. Kaibyshev, G.F. Korznikova, N.K. Tsenev. Physics of Metals and Metal Science, V.62, Issue 1, 180 (1986).
- L.I. Kaigorodova, L.V. Zhingel, A.M. Drits, S.B. Kornilov. Physics of metals and metal science, V.77, Issue 5, 113 (1994).
- R.R. Romanova, A.N. Ukusnikov, A.M. Drits, I.N. Fridlyander. Physics of metals and metal science, V.77, Issue 3. 159 (1994).
- D.N. Sergeyeva, V.S. Levchenko, A.O. Nikiforov, S.V. Samokhvalov. Tekhnologiya legkikh splavov, №9, 10 (1991).
- N.I. Kolobnev. Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov, №7, 85 (2002).

Формування зеренної структури та її зміна у ході надпластичної деформації зразків сплавів Al-4,1 мас.% Cu-0,5 мас.% Zr, 1450 та 1460, легованих цирконієм та скандієм

# FORMATION OF GRAIN STRUCTURE AND ITS CHANGE DURING THE SUPERPLASTIC DEFORMATION OF SAMPLES OF ALLOYS AL-4,1 WT.% CU-0,5 WT.% ZR, 1450 AND 1460, DOPED WITH ZIRCONIUM AND SCANDIUM V.P. Poyda

V.N. Karazin Kharkov National University

Svoboda square, 4, Kharkov, Ukraine, 61022

# A.V. Poyda

National Scientific Center "Kharkiv Institute of Physics and Technology" NAS of Ukraine Academichna street, 1, Kharkov, Ukraine, 61108

Submitted March 25, 2022; Revised April 10, 2022; Accepted April 13, 2022

The article presents the results of research aimed at establishing the mechanisms of formation of ultrafine-grained structure in samples of Supral Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr, 1450 and 1460 alloys, containing dispersed particles of zirconium and scandium aluminides which are effective stabilizers of the microstructure as well as at establishing the peculiarities of its change during superplastic deformation. It is established that static recrystallization plays an important role in the formation of ultrafine-grained grain

structure with an average grain size  $d = 5 \,\mu\text{m}$  in samples of the alloy Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr. It takes place during their heating in air to the test temperature T = 773 K. Finally, the formation of the grain structure in the samples is completed in the initial stages of their superplastic flow due to the passage of continuous dynamic recrystallization.

It was found that the grain structure in the working parts of the samples of the alloy Al-4.1 wt.% Cu-0.5 wt.% Zr, superplastically

deformed to fracture by hundreds of percent, is ultrafine-grained ( $d \approx 10 \mu m$ ) and equiaxed. It is established that recrystallization annealing of 1450 alloy samples does not lead to the formation of a homogeneous fine-grained structure in them. It is shown that an

almost homogeneous microstructure with an average grain size  $d = 3 \div 6 \,\mu$ m is created directly during their superplastic deformation at temperatures of 753, 763, 773, 778K and flow stresses  $\sigma = 2,0$ , 8,0 MPa to degrees of relative deformation  $\varepsilon_{rel}$ , amounting to 20-50%, due to the implementation of continuous dynamic recrystallization. During the subsequent stages of the superplastic flow, the average grain size increases in the working part of the samples of alloy 1450. It is shown that in the samples of alloy 1450, which were deformed to failure under the optimal conditions, the grains retain an equiaxed shape, and their average size is  $10 - 15 \,\mu$ m. It is established that

the ultrafine-grained grain structure in the working parts of samples of alloy 1460 with an average grain size  $d = 5 \mu m$  increases during their superplastic deformation, which is carried out at temperatures in the range T = 753÷853 K and at flow voltages  $\sigma$  equal to 3.0÷6.0 MPa. It is shown that in samples of alloy 1460, which were deformed to failure by 1000% at T = 823 K and s = 3,5 MPa,

#### average grain size $d \approx 15 \,\mu\text{m}$ .

Keywords: ultrafine-grained structure, superplastic deformation, static recrystallization, dynamic recrystallization.