

Сравнительный анализ микроструктур, формирующихся в высоколегированном алюминиевом сплаве при высокотемпературном равноканальном угловом прессовании и всесторонней ковке

О. Ш. Ситдииков

Проведен сравнительный анализ структурных изменений в высокопрочном алюминиевом сплаве 7475, подвергнутом равноканальному угловому прессованию (РКУП) и всесторонней ковке (ВК) при температуре 400 °С ($\sim 0,75T_{пл}$). Показано, что и РКУП, и ВК данного сплава приводят к значительному измельчению зеренной структуры. Основной механизм структурообразования связан с формированием деформационных полос, таких как геометрически необходимые границы, полосы микросдвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментируют исходные зерна и ведут к развитию "непрерывной" динамической рекристаллизации. Сравнение схем РКУП и ВК для данного сплава показало, что при почти одинаковых степенях деформации формируются качественно подобные друг другу микроструктуры, характеризуемые близкими значениями среднего угла разориентировки и доли большеугловых границ. Также показано, что независимо от схемы деформации, размер зерен, формирующихся и при РКУП, и при ВК в данном сплаве, подчиняется общей зависимости (уникальной функции) от параметра Зинера – Холломоны, Z . Рассмотрены особенности формирования микроструктуры в высоколегированном алюминиевом сплаве при высокотемпературной интенсивной пластической деформации (ИПД) и влияние схем ИПД на измельчение зерен.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, высокотемпературное равноканальное угловое прессование, высокотемпературная всесторонняя ковка, деформационные полосы, непрерывная динамическая рекристаллизация.

Введение

Мелко- и ультрамелкозернистые металлические материалы (размер зерна менее 10 и 1 мкм, соответственно) вызывают большой интерес у исследователей, работающих в области физики конденсированного состояния, материаловедения и машиностроения, вследствие благоприятного комплекса их химических, физических и механических свойств [1–8]. Исследования, проводимые в последние годы, показали, что методы интенсивной пластической деформации (ИПД), такие как равноканальное угловое прессование (РКУП), всесторонняя ковка (ВК) или винтовая экструзия, обеспечивающие достижение высоких степеней деформации без изменения формы и объема деформируемых заготовок, являются эффективными для получения (ультра)мелкозернистых

структур [1–21]. Поэтому исследование микроструктурных изменений в процессе указанных видов термомеханической обработки имеет важное научное и практическое значение.

К настоящему времени выполнено большое число работ, целью которых было исследование эволюции (ультра)мелкозернистых структур в алюминиевых сплавах при низких ($< 0,4T_{пл}$), и средних ($\sim 0,4–0,6T_{пл}$) температурах ИПД [3, 4, 7–9, 11, 12, 14, 16–21]. Практически для всех типичных представителей деформируемых алюминиевых сплавов показано, что измельчение зерен может происходить в результате образования деформационных полос (таких как полосы микросдвига и/или геометрически-необходимые границы), ведущих к развитию непрерывной динамической рекристаллизации [11, 14, 16, 17, 19, 20]. Принципиальные схемы формирования

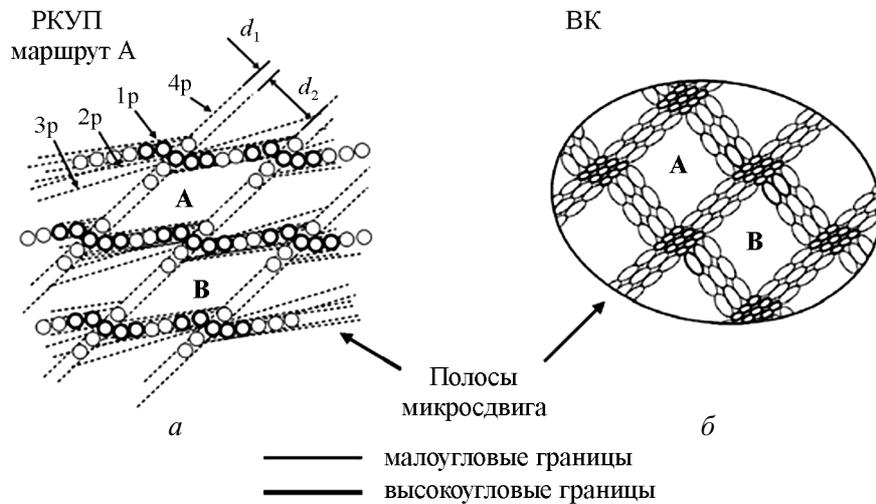


Рис. 1. Схемы развития полос микросдвига с последующим формированием в полосах мелких зерен в процессе: *a* – РКУП [20], *б* – ВК [15, 16].

микроструктуры, предложенные в [15, 16, 20, 21] для наиболее “распространенных” методов ИПД – РКУП и ВК, реализуемых в области низких и средних температур, приведены на рис. 1*a* и 1*б*, соответственно. В соответствии с этими схемами, вследствие неоднородности пластического течения при ИПД, внутри исходных зерен развиваются полосы микросдвига, ориентировка которых изменяется внутри образца при каждом последующем проходе РКУП или ВК. Формирующаяся микроструктура состоит из взаимно пересекающихся полос, которые разделяют исходные зерна, на участки, содержащие ячеистую/субзеренную структуру, например, А и В на рис. 1. Новые (ультра)мелкие зерна формируются преимущественно внутри полос микросдвига, кристаллическая ориентировка внутри которых значительно отличается от ориентировки прилегающих областей матрицы и изменяется скачкообразно при переходе через границы полос. Это происходит в результате аккомодации в полосах сдвиговой деформации и больших локальных разворотов решетки, возникающих при пересечении полос [16, 20, 21].

Из рассмотренных выше схем, описывающих эволюцию структуры, следует, что необходимым условием для получения (ультра)мелкозернистой структуры в значительном объеме материала является формирование высокой плотности полос микросдвига [15, 16, 20]. Это требует больших степеней деформации, которые чаще достигаются при ИПД. Вместе с тем, использование ИПД может быть важным не только с точки зрения достижения

больших деформаций, но и возможности обеспечения специфических деформационных путей, связанных со схемой ИПД. Как было показано в [22, 23], деформационный путь может играть значимую роль в формировании структуры при “непрерывной” динамической рекристаллизации, наряду с температурно-скоростными условиями и степенью деформации. К сожалению, вопрос о влиянии схемы ИПД на феноменологию, кинетику и микромеханизмы формирования новых зерен остается одним из самых слабо изученных на сегодняшний день. Это не позволяет построить целостную картину структурных изменений, связанных с ИПД.

В данной статье проводится сравнительный анализ результатов недавних работ автора и его коллег [11, 16, 24], посвященных изучению структурных изменений, протекающих в высокопрочном алюминиевом сплаве 7475 в процессе ВК и РКУП при температуре 400 °С ($\sim 0,75T_{пл}$), с целью выявить влияние схемы ИПД на формирование структуры при высокотемпературной деформации. Следует также отметить в этой связи, что только ограниченное число работ было посвящено эволюции микроструктуры при высокотемпературной ($> 0,6T_{пл}$) ИПД алюминиевых сплавов. В результате, структурные изменения остаются неясными и являются объектом многочисленных дебатов.

Цель данной работы — анализ основных особенностей формирования микроструктуры в высоколегированном алюминиевом сплаве 7475 в области высоких температур пластического течения в процессе ВК и РКУП.

Материал и методика исследований

Алюминиевый сплав 7475 (масс. %: Al — основа, 6 Zn, 2,5 Mg, 1,8 Cu, 0,23 Cr, 0,16 Zr, 0,04 Fe, 0,03 Si, 0,03 Mn) был получен методом полунепрерывного литья и гомогенизирован при 490 °С, 20 ч. Чтобы получить крупные выделения основных упрочняющих фаз и минимальную концентрацию твердого раствора, сплав гетерогенизировали при 410 °С, 12 ч [11]. После термообработки сплав имел пластинчатую зеренную структуру с преимущественной ориентировкой пластин параллельно продольной оси слитка. Границы зерен в такой структуре состояли из чередующихся прямолинейных и выпуклых участков. Размер зерен составлял 1 – 10 мкм в продольном и 50 – 250 мкм в поперечном направлениях. Два типа дисперсных частиц Al_3Zr и Al_3Zr со средним размером 100 и 20 нм, соответственно, были идентифицированы просвечивающей электронной микроскопией [11, 24].

Образцы для РКУП в форме прутков диаметром 20 мм и длиной 100 мм, вырезали вдоль продольной оси слитка. РКУП было проведено при 400 °С по маршруту А с истинной степенью деформации за проход ~ 1 до суммарной степени деформации ~ 12 [24]. Скорость прессования составила ~ 6 мм/с, что позволило рассчитать эффективную скорость деформации при РКУП как 3 с^{-1} . Последняя была оценена по методике, представленной в [25], исходя из значений скорости деформирования, угловых параметров РКУ матрицы и размеров заготовки.

Образцы для ВК в виде параллелепипедов с соотношением осей 1,8 (X), 1,7 (Y) и 1 (Z) вырезали так, что первая ось сжатия при ВК (X) также была параллельна продольной оси слитка. ВК до истинных суммарных степеней деформации $\varepsilon \sim 9$ проводили при постоянной скорости $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при 400 °С. Скорость деформирования автоматически изменяли в процессе сжатия таким образом, чтобы обеспечивать постоянство скорости деформации при изменении размеров образца. Образцы деформировали последовательно вдоль каждой оси ($X \rightarrow Y \rightarrow Z \rightarrow \dots$) со степенью деформации за проход $\sim 0,7$.

Для фиксации структурных изменений, происходящих во время деформации, после каждого прохода РКУП и каждого сжатия при ВК обеспечивали охлаждение образцов в воде. Структуру при разных степенях деформации исследовали в центральной части образцов методами металлографии, сканирующей электронной микроскопии (анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ) и топографические исследования), а также просвечивающей электронной микроскопии. Более

подробное описание методик экспериментов представлено в [11, 16, 24].

Результаты экспериментов и их обсуждение

EBSD карты типичных микроструктур

EBSD карты типичных микроструктур, полученные после РКУП с $\varepsilon = 1$ (а) и $\varepsilon = 3$ (б) [24] и ВК с $\varepsilon = 0,7$ (б) и $\varepsilon = 2,8$ (з) [16], приведены на рис. 2. Здесь и далее на EBSD картах разные оттенки серого показывают разницу в кристаллографической ориентировке, а мало-, средне- и высокоугловые межкристаллитные границы с разориентировкой, соответствующей интервалам $2 - 5^\circ$, $5 - 15^\circ$ и $>15^\circ$, маркированы тонкими белыми, тонкими серыми и толстыми черными линиями, соответственно. На рис. 3а – з показано распределение разориентировок между соседними точками, $\Delta\theta$, вдоль линий Т, указанных на рис. 2а – з. $\Delta\theta$ при этом определяется как разница в ориентировке каждой пары соседних точек, расположенных на линиях Т. Видно, что при приблизительно одинаковых степенях деформации и после РКУП, и после ВК формируются качественно подобные друг другу структуры. А именно, как при РКУП, так и при ВК при $\varepsilon \sim 1$ и $0,7$, соответственно (рис. 2а, 2б), внутри исходных крупных зерен развиваются относительно высокие локальные разориентации, связанные с локальными ротациями решетки в процессе деформации, что ведет к формированию новых мало- и среднеугловых границ. Судя по морфологии, малоугловые границы могут быть отнесены к границам субзерен, тогда как среднеугловые границы соответствуют границам формирующихся деформационных полос [10, 12 – 17, 20, 22 – 24]. При более высокой степени деформации, $\varepsilon \sim 3$ (рис. 2в, 2з), в материале формируются структуры, содержащие взаимно пересекающиеся деформационные полосы со средне- и высокоугловой разориентировкой границ, а также полосы, содержащие новые мелкие зерна.

Изменение кристаллографической ориентировки (рис. 3а, 3б) показывает, что $\Delta\theta$ вдоль линий Т₁ и Т₂ превышает $3 - 5^\circ$ лишь на некоторых участках, в то время как в других областях материала $\Delta\theta \leq 1 - 2^\circ$. Значения $\Delta\theta \geq 3 - 5^\circ$ соответствуют границам деформационных полос, тогда как $\Delta\theta \leq 1 - 2^\circ$ могут быть связаны с обычной субзеренной структурой, одновременно формирующейся во время горячей деформации [16, 17, 22 – 24, 26]. Плотность и разориентировка деформационных полос увеличиваются с увеличением степени деформации (линии Т₃ и Т₄), то есть новые высокоугловые границы с

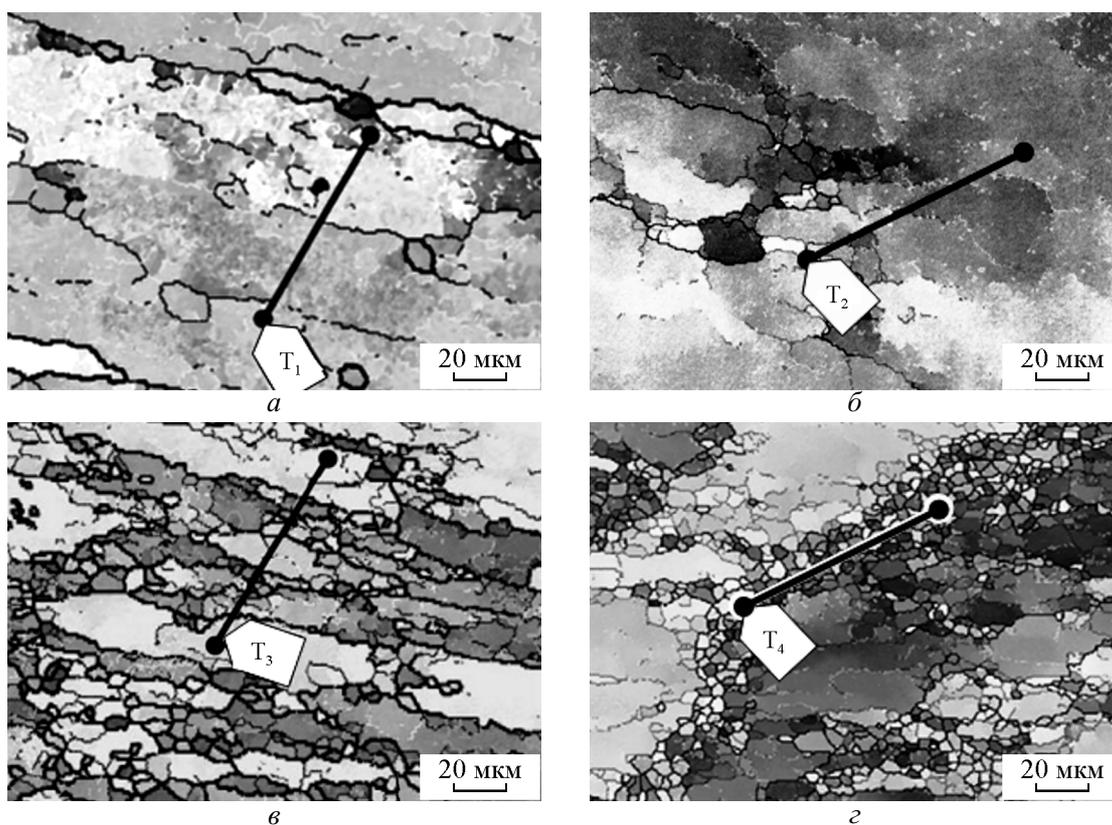


Рис. 2. EBSD-карты типичных микроструктур, формирующихся в сплаве 7475 после (а, в) РКУП и (б, г) ВК при 400 °С: а – $\epsilon = 1$ [24]; б – $\epsilon = 0,7$; в – $\epsilon = 3$ [24]; г – $\epsilon = 2,8$ [16].

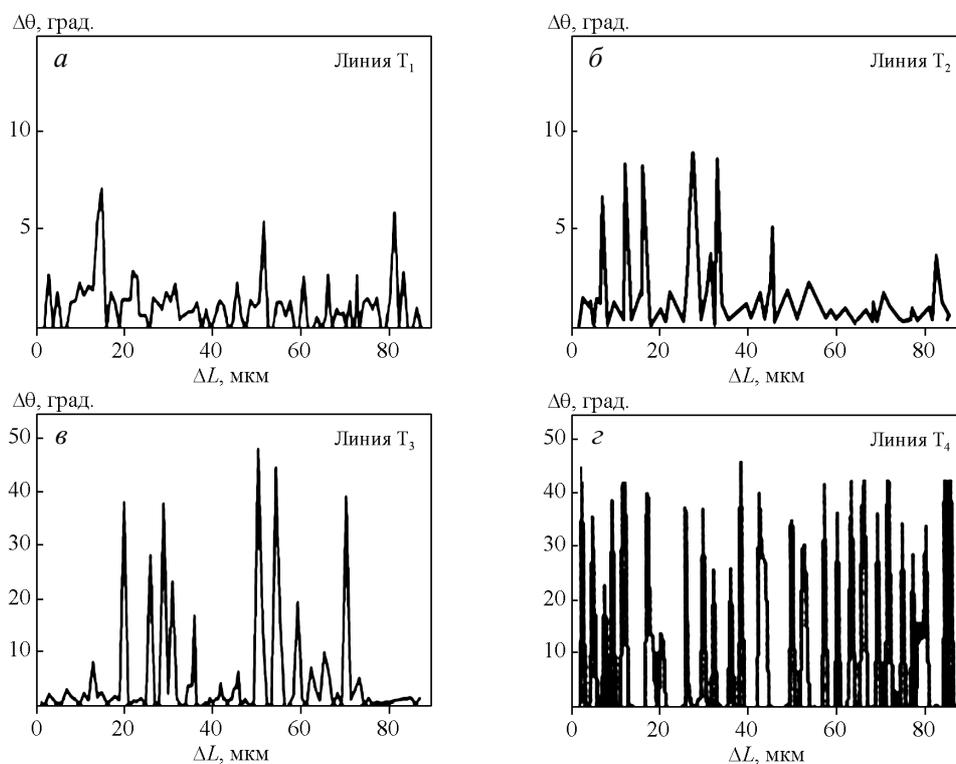


Рис. 3. Распределение разориентировок $\Delta\theta$ вдоль линий Т, указанных на рис. 2: а – РКУП, $\epsilon = 1$ [24]; б – ВК, $\epsilon = 0,7$; в – РКУП, $\epsilon = 3$ [24]; г – ВК, $\epsilon = 2,8$.

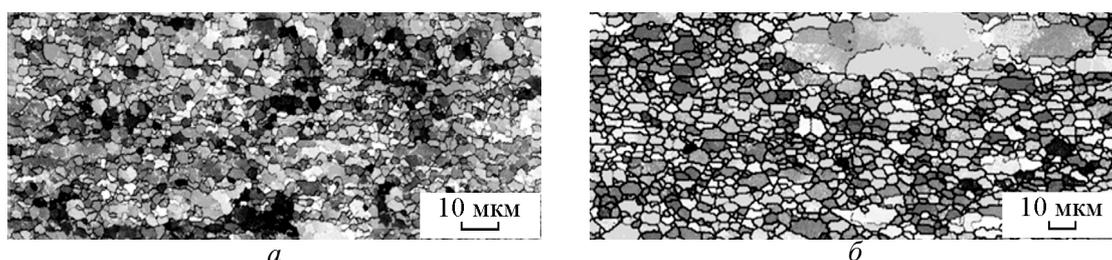


Рис. 4. EBSD-карты типичных микроструктур, формирующихся в сплаве 7475 после: *a* – РКУП, $\epsilon = 8$, *б* – ВК, $\epsilon = 7$ [16] при 400 °С.

разориентировкой от 15 до 62,8° могут часто развиваться в отдельных областях исходных зерен (рис. 3*в*, 3*з*), приводя к формированию мелкозернистой структуры. С учетом полученных данных (рис. 2, 3), можно предположить, что деформационные полосы, которые пересекают линии T_1 и T_2 , с увеличением степени деформации могут трансформироваться в области новых зерен, отмеченные линиями T_3 и T_4 .

Типичные микроструктуры, формирующиеся при повышении степени РКУП до $\epsilon = 8$ (*a*) и ВК до $\epsilon = 7$ (*б*), представлены на рис. 4. Видно, что как при РКУП, так и при ВК, зеренная структура претерпевает дальнейшее измельчение, и после больших степеней деформации исходная крупнозернистая структура почти полностью замещается новой мелкозернистой структурой. Удельный объем оставшихся (нерекристаллизованных) участков крупных исходных зерен при этом не превышает ~ 10 – 15% от общего объема материала. Отметим, что присутствие областей, которые не подвергаются существенным изменениям при больших степенях деформации, является типичным для (ультра)мелкозернистых структур, формирующихся при разных схемах ИПД [7, 10 – 12, 14, 16, 17, 20, 22].

Деформационный рельеф

Деформационные полосы, формирующиеся при промежуточных степенях деформации, наиболее наглядно могут быть проиллюстрированы на изображениях деформационного рельефа, возможность исследования которого, в отличие от РКУП, предоставляет метод ВК [26]. Некоторые образцы, предварительно деформированные ВК до $\epsilon = 2,8$ (рис. 2*з*), разрезали вдоль оси последнего сжатия, после чего поверхность их разреза подвергали полировке. Для формирования деформационного рельефа, соответствующего данному деформационному пути, полученные полированные образцы деформировали на сжатие до $\epsilon = 0,16$, по той же схеме и при той же температуре и скорости деформации, что и ВК. Типичный деформационный рельеф, выявляемый при этом на полированной поверхности, представлен на рис. 5*а*. Видно, что внутри двух исходных зерен, отмеченных цифрами 1 и 2, деформация развивается неоднородно на мезоскопическом уровне и ведет к формированию деформационных полос в различных направлениях, как показано стрелками на рис. 5*а*.

На рис. 5*б* показан увеличенный участок исходного зерна, отмеченного цифрой 1 на рис. 5*а*. При

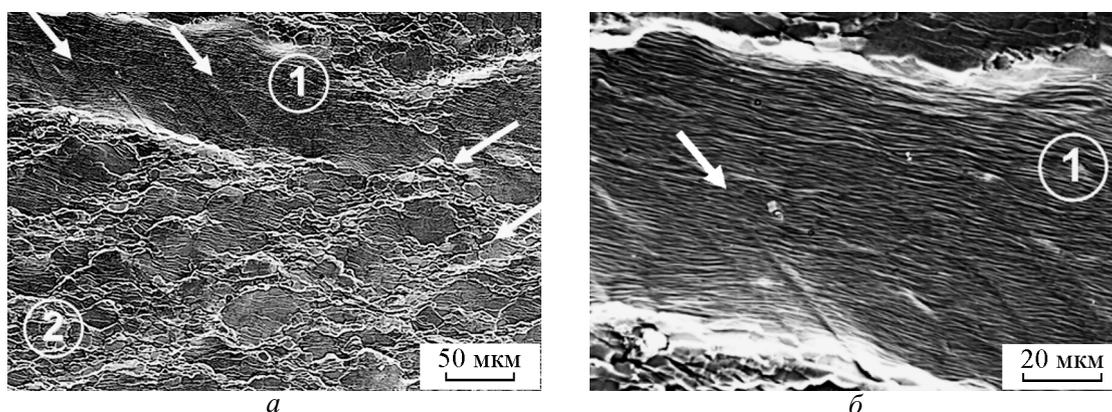


Рис. 5. Типичный деформационный рельеф, формирующийся при ВК алюминиевого сплава 7475: 400 °С, $\epsilon \sim 3$. Стрелки показывают направления формирования полос микросдвига.

большем увеличении видно, что указанные деформационные полосы приводят к характерному для полос микросдвига “S-образному” искривлению деформационных маркеров (линий скольжения). В зерне 2 (в центре и в нижней части рис. 5а), где локализация пластического течения была более выражена, представлено несколько семейств взаимно пересекающихся деформационно-индуцированных полос, фрагментирующих это зерно. Данные полосы преимущественно содержат новые мелкие зерна с высокоугловыми границами (рис. 2г и 3г). Стоит отметить, что структура, представленная на рис. 5а, хорошо иллюстрируется схемой на рис. 1б.

Хотя схема РКУП, как отмечалось выше, и не позволяет провести аналогичные исследования деформационного рельефа, данные представленные на рис. 2в и 3в, также дают возможность говорить о соответствии механизма формирования новых зерен при РКУП схеме на рис. 1а. Как показано в [20, 24], полосы микросдвига могут формироваться вдоль направления сдвига в каждом проходе РКУП. Являясь, в отличие от границ субзерен, “перманентными” элементами структуры, данные полосы в каждом последующем проходе разворачиваются в направлении оси прессования в соответствии с геометрией РКУП и одновременно пересекаются вновь формирующимися полосами. Так на рис. 1а полосы микросдвига, формирующиеся при разных проходах РКУП, обозначены как 1р, 2р, 3р и т.д. Как и при ВК данного сплава (рис. 5), такое перераспределение полос микросдвига и их взаимодействие приводит к формированию сетки полос, фрагментирующих исходные зерна, с последующим образованием на месте полос областей новых мелких зерен. Таким образом, измельчение зерен в сплаве 7475 и при РКУП, и при ВК при 400 °С (~0,75 $T_{пл}$) может быть связано с действием структурных механизмов в соответствии с теми же схемами, что реализуются и при более низких температурах ИПД и проиллюстрированы на рис. 1.

Отметим, однако, что результаты, представленные на рис. 2 – 5, были получены для данного высокопрочного сплава и могут быть нетипичными для случая горячей деформации других (мало- и среднелегированных) алюминиевых сплавов, поскольку известно, что высокотемпературная деформация последних не может создавать значительных предпосылок для локализации пластического течения и интенсивного образования деформационных полос [17]. Дислокационное скольжение становится более гомогенным при высоких температурах, и если бы высокие градиенты напряжений и/или разориентаций даже и могли возникнуть в этих условиях внутри

исходных зерен, они бы быстро исчезли из-за высокой скорости протекания релаксационных процессов, таких как динамический возврат и зернограничное проскальзывание. Так, было показано [17, 27], что кинетика формирования новых мелких зерен в процессе РКУП мало- и среднелегированных алюминиевых сплавов замедляется при повышении температуры деформации выше 0,5 – 0,6 $T_{пл}$.

Вместе с тем, исследуемый сплав 7475 имеет литую крупнозернистую пластинчатую структуру с искривленными границами. Согласно [16, 22 – 24, 26], деформация в такой структуре развивается неоднородно вблизи разных сегментов исходных границ. Необходимость обеспечения совместности деформации соседних участков зерен обуславливает формирование геометрически необходимых границ/полос микросдвига даже при высоких температурах [16, 24]. Следует также отметить, что формирующиеся границы деформационных полос стабилизируются атомами легирующих элементов в твердом растворе и/или мелкодисперсными частицами вторых фаз, присутствующими в структуре материала. Это дает им возможность увеличивать свою разориентировку в соответствии с механизмом “непрерывной” рекристаллизации и трансформироваться в высокоугловые границы. Для иллюстрации данного утверждения, на рис. 6а и 6б представлены типичные (суб)зеренные структуры, формирующихся в разных участках сплава 7475 после РКУП с $\epsilon = 8$ [16]. На этих же рисунках приведены соответствующие схемы, показывающие разориентировку (суб)границ, $\Delta\theta$, измеренную методом анализа Кикучи-линий. Видно, что распределение дисперсных упрочняющих частиц является неоднородным по объему материала и так, плотность частиц на рис. 6а и 6б различна. Важно отметить, что в локальных областях с более высокой плотностью частиц (рис. 6а) формируется заметно более дисперсная структура с большим углом разориентировки деформационно-индуцированных границ. Можно, поэтому, заключить, что в областях, содержащих большее количество вторых фаз, имеет место более сильное взаимодействие дислокаций и дислокационных границ с частицами. Это может значительно понизить скорость релаксационных процессов, даже при высоких температурах ИПД, и, соответственно, стать дополнительным фактором, способствующим образованию новых мелких зерен [16, 17, 20].

Параметры мелкозернистой структуры, формирующейся при РКУП и ВК

На рис. 7 показано изменение среднего угла разориентировки деформационно-индуцированных

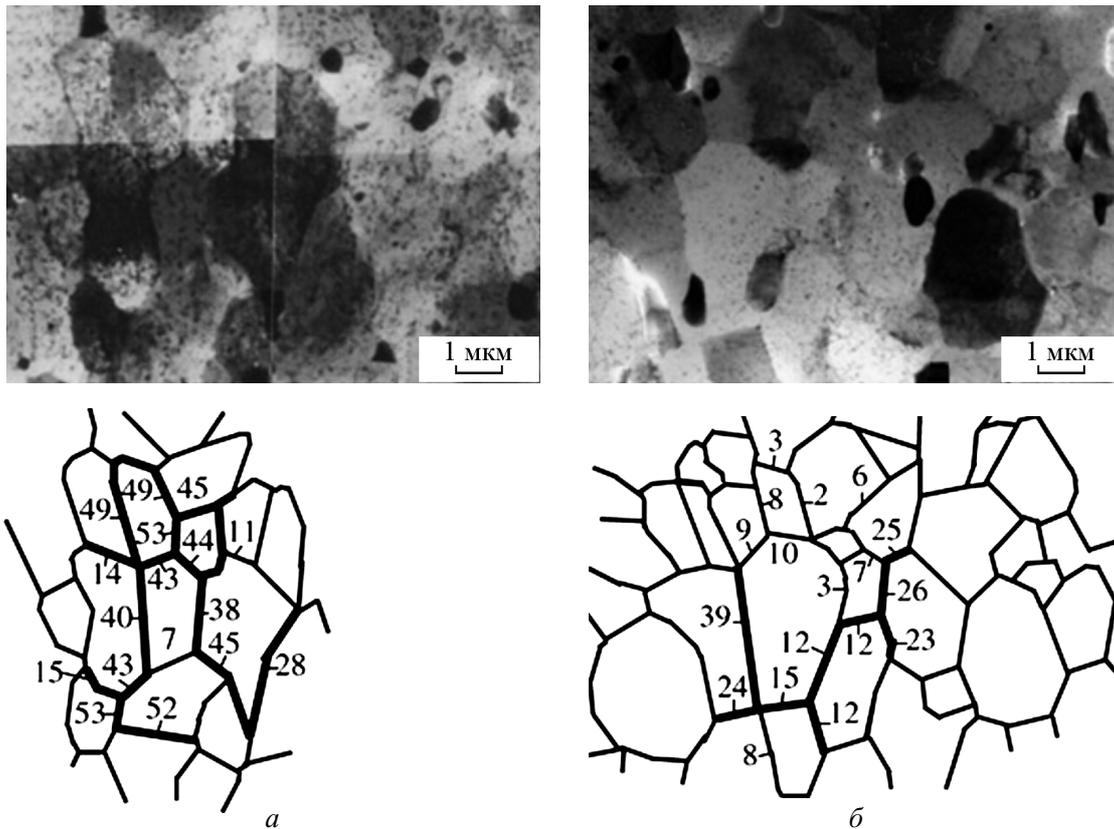


Рис. 6. Тонкая структура, формирующаяся в различных участках алюминиевого сплава 7475 при РКУП: $\epsilon = 8$, 400 °C [24]. Числовые значения, приведенные на схемах, показывают разориентировку соответствующих интеркристаллитных границ в градусах.

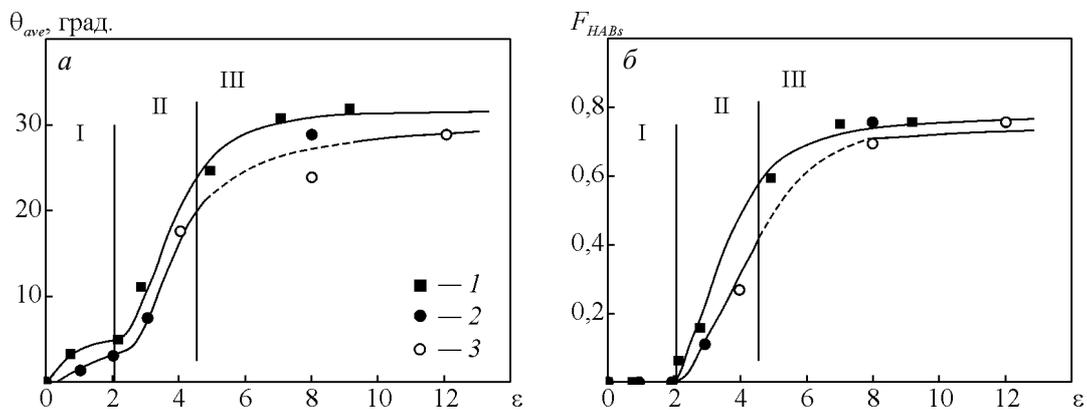


Рис. 7. Изменение: а – среднего угла разориентировки деформационно-индуцированных границ, θ_{ave} , б – доли БУГ, F_{HABs} , формирующихся при ВК (1) и РКУП (2, 3) в алюминиевом сплаве 7475 в зависимости от степени деформации [16, 24, 27]. 1, 2 – EBSD; 3 – просвечивающая электронная микроскопия.

границ — θ_{ave} (а), и доли большеугловых границ (БУГ) — F_{HABs} (б), формирующихся при РКУП и ВК в зависимости от степени деформации [16, 24]. Согласно [14, 16, 26], и при РКУП, и при ВК на обеих представленных кривых для данного сплава могут быть выделены три стадии:

1. На стадии I, $\epsilon \leq 2$, происходит формирование ячеистой/субзернистой структуры, а также деформационных полос с мало- и среднеугловой разориентировкой границ (рис. 2а, 2б). Дислокационные структуры, формирующиеся на этой стадии, приводят к быстрому увеличению θ_{ave} до $\sim 3 - 5^\circ$ с последу-

ющей ее стабилизацией при значениях $\theta_{ave} \leq 5^\circ$ (рис. 3а, 3б). Здесь $F_{HABs} \sim 0$.

2. Стадия II, $2 < \epsilon \leq 4,5$, наступает после достижения критической для данного сплава степени деформации, $\epsilon_c \sim 2$, когда θ_{ave} и F_{HABs} начинают быстро увеличиваться в процессе пластического течения. Это, как видно на рис. 2в, 2г и 3в, 3г, связано с формированием деформационных полос и ростом разориентировки их границ, ведущим к образованию областей новых мелких зерен. В конце стадии II при $\epsilon \sim 4,5$, параметры θ_{ave} и F_{HABs} достигают значений $\sim 20 - 25^\circ$ и $\sim 0,5$, соответственно.

3. На стадии III, $\epsilon > 4,5$ (рис. 4а, 4б), θ_{ave} и F_{HABs} продолжают расти, однако скорость их роста постепенно уменьшается в процессе деформации. Формирование деформационных полос в начале этой стадии замедляется, и рост угловых параметров структуры происходит в основном за счет увеличения разориентировок границ, сформированных при меньших степенях деформации [14, 26]. Оба параметра структуры быстро стабилизируются при $\epsilon \geq 6$, достигая максимальных значений $\theta_{ave} \sim 30^\circ$ и $F_{HABs} \sim 0,75$.

Следует отметить, что зависимости θ_{ave} и F_{HABs} от ϵ , представленные для РКУП и ВК на рис. 7, практически совпадают друг с другом.

Размер новых зерен, формирующихся после больших степеней деформации при РКУП, был значительно меньше, чем размер зерен после ВК (рис. 4а и 4б). Сравнение размеров зерен d , полученных при РКУП до $\epsilon = 8 - 12$, и ВК до $\epsilon = 7 - 9$ данного сплава в интервале температур $250 - 400^\circ\text{C}$ [11, 16], показывает, что d изменялся в пределах от $\sim 0,8$ до $\sim 1,8$ и от ~ 2 до ~ 6 мкм, соответственно. Таким образом, несмотря на то, что и РКУП и ВК проводили в изотермических условиях при одинаковых температурах, размер новых мелких зерен, формирующихся после больших степеней ИПД, был различен. Это могло быть обусловлено разницей в скорости деформации, достигаемой при реализации различных схем обработки. Ранее было отмечено, что скорости деформации при РКУП и ВК, рассматриваемые в данной работе (как и в работах [11, 16]), различались на 4 порядка и составляли, соответственно, 3 и $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.

Известно, что для оценки совместного влияния температуры и скорости деформации на размер (суб)зерен, формирующихся при горячей деформации, часто используется величина температурно-скоростнокомпенсированной скорости деформации, или параметра Зинера-Холломоуна, Z [23, 26]:

$$Z = \epsilon' \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (1)$$

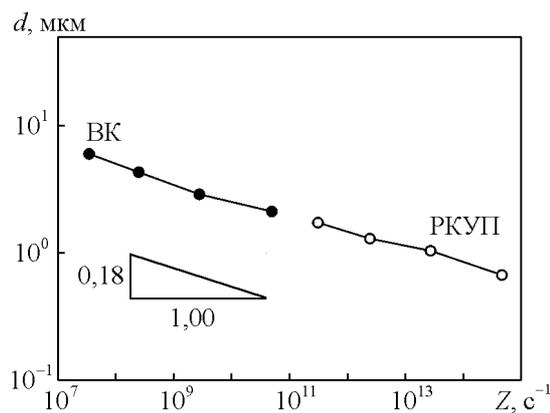


Рис. 8. Зависимости размеров зерен, формирующихся в алюминиевом сплаве 7475 при РКУП и ВК [11, 16, 24], от параметра Z .

где ϵ' — скорость деформации; T — температура деформации; R — универсальная газовая постоянная; Q — энергия активации деформации. Зависимости размеров зерен, формирующихся при РКУП и ВК в данном сплаве, от параметра Z , представлены на рис. 8. В данном построении энергия активации деформации Q была принята равной энергии активации объемной самодиффузии для Al, 142 кДж/моль^* [28]. Как и в случае обычной высокотемпературной деформации материалов с низкой и средней энергией дефектов упаковки, сопровождающейся “прерывистой” динамической рекристаллизацией [23, 28], d во всем исследованном температурно-скоростном интервале деформации данного сплава уменьшается с увеличением Z , подчиняясь соотношению:

$$d \sim Z^{-0,18}. \quad (2)$$

При этом важно отметить на рис. 8, что и при РКУП, и при ВК графики зависимостей d от Z , построенные в системе двойных логарифмических координат находятся практически на одной прямой. Это означает, что в рассматриваемых условиях обработки изменение размера зерна в данном сплаве осуществляется в соответствии с уникальной функцией $f(Z)$ [23], то есть при одних и тех же температуре и скорости деформации и при РКУП, и при ВК может быть достигнут близкий друг другу размер зерна.

* Данная величина энергии активации соответствует допущению, которое может быть применимо к высокотемпературной деформации, что во всем исследованном интервале температур и скоростей деформации пластическое течение осуществляется в основном за счет развития внутриверного скольжения в соответствии с механизмом дислокационной ползучести [28]. Тем не менее, в условиях реализации различных микромеханизмов деформации зависимость размера зерна от параметра Z может носить более сложный характер, что будет анализироваться в последующих работах.

Результаты, представленные на рис. 7 и 8, показывают, что, как и основные механизмы структурообразования (рис. 2 – 5), кинетика процессов формирования новых зерен и их размер в данном сплаве при высокотемпературных РКУП и ВК не зависят от схемы деформации. Известно, что в отличие от “прерывистой” рекристаллизации, связанной с образованием и ростом зародышей рекристаллизованных зерен во время деформации, формирование новых зерен при развитии “непрерывной” динамической рекристаллизации, осуществляемое в процессе ИПД алюминиевых сплавов, представляет собой “одношаговый” феномен, который реализуется за счет динамического зарождения и постепенной трансформации *in situ* зародышей в рекристаллизованные зерна без их существенного роста [23, 26]. Согласно [16, 17, 26, 27], образование зародышей на стадиях I и II (рис. 7) происходит в результате локальных “жестких” разворотов кристаллической решетки при формировании и взаимном пересечении полос микросдвига. Последнее играет при этом важную роль в формировании структуры, так как приводит к созданию трехмерной сетки границ и образованию локальных участков, ориентировка которых значительно отличается от ориентировки матрицы [20, 21]. Эти события являются механически индуцированными, термически-неактивируемыми (или атермическими) и определяются вкладом локализации пластического течения в деформацию. Вместе с тем, границы деформационных полос представляют собой диффузные дислокационные стенки [17, 20] и при развитии “непрерывной” динамической рекристаллизации их трансформация в более равновесные высокоугловые границы является термически-активируемым процессом, который на стадии III контролируется скоростью динамического возврата.

Таким образом, можно предположить, что быстрый рост средних разориентировок деформационно-индуцированных границ и доли БУГ в данном сплаве на стадии II (рис. 7а и 7б) связан, в основном, с “жесткими” ротациями кристаллической решетки за счет интенсивного развития полос микросдвига при промежуточных степенях деформации и имеет атермический характер. Как следует из схем на рис. 1, и данных, представленных на рис. 2, как РКУП, так и ВК, обеспечивают взаимное пересечение полос, формирующихся в различных направлениях, что, по-видимому, и определяет кинетику трансформации структуры, которая практически не зависит от схемы деформации. При этом разница в скоростях деформации, реализуемых в каждой из рассматриваемых схем во время высокотемпературной ИПД, слабо

влияет на скорость изменения угловых параметров микроструктуры. По-видимому, процессы возврата, протекающие при больших степенях деформации и ведущие к быстрому дислокационному перераспределению на короткие дистанции внутри границ деформационных полос, успевают завершиться и в процессе ВК, и в процессе РКУП, и обеспечить быстрое достижение динамического равновесия. А именно, и при РКУП, и при ВК на стадии III быстро устанавливаются близкие друг другу постоянные значения угловых параметров формирующейся микроструктуры, максимальные для данных условий обработки.

Вместе с тем, тот факт, что параметр Z определяет размер зерен в данном сплаве (рис. 8), показывает, что характеристики новой мелкозернистой структуры в значительной мере зависят также и от скорости термически-активируемых процессов, особенно на начальных стадиях деформации [23, 28]. К сожалению, в настоящее время практически отсутствуют систематически полученные данные о факторах, оказывающих влияние на размер зерен, формирующихся в процессе ИПД материалов с высокой энергией дефектов упаковки. Для ряда металлов и сплавов было высказано предположение [10], что размер зерен при непрерывной динамической рекристаллизации, зависит от плотности вносимых дислокационных (суб)структур и/или деформационных полос и определяется при каждой температуре скоростью перестройки и взаимной аннигиляцией их границ, контролируемой скоростью динамического возврата. При этом размер зерен после больших степеней деформации приблизительно соответствует размеру зародышей рекристаллизации, формирующихся на ранних стадиях пластического течения. Данный аспект, однако, остается неясным и требует дальнейшего изучения.

Заключение

Проведен сравнительный анализ данных, полученных в рамках исследования структурных изменений в высокопрочном алюминиевом сплаве 7475, подвергнутом ВК и РКУП при температуре 400 °С ($\sim 0,75T_{ш}$), с целью выявить влияние схемы ИПД на формирование структуры при высокотемпературной деформации. Основные результаты могут быть суммированы, как следующие.

1. И РКУП, и ВК приводят к значительному измельчению зеренной структуры. При этом при приблизительно одинаковых степенях деформации формируются качественно подобные друг другу микроструктуры.

2. Основной механизм структурообразования связан с формированием деформационных полос, таких как геометрически необходимые границы, полосы микродвига, которые, развиваясь в различных направлениях, фрагментируют исходные зерна. Постепенное увеличение количества полос и разориентировки их границ с увеличением степени деформации приводят к трансформации последних в высокоугловые границы и формированию на месте полос мелкозернистой структуры.

3. Деформационные полосы в сильнолегированном сплаве 7475 стабилизируются растворенными атомами легирующих элементов и мелкодисперсными частицами вторых фаз, что является необходимым условием для протекания “непрерывной” динамической рекристаллизации при интенсивном развитии динамического возврата в процессе высокотемпературной ИПД. РКУП и ВК, обеспечивая взаимное пересечение полос, формирующихся в различных направлениях, что определяет, главным образом, кинетику трансформации структуры, которая практически не зависит от указанных выше схем деформации.

4. Размер зерен, формирующихся и при РКУП, и при ВК в сплаве 7475, подчиняется общей зависимости (уникальной функции) от параметра Зинера – Холломоуна: $d \sim Z^{-0,18}$. Это означает, что при прочих равных условиях и при одних и тех же температуре и скорости деформации и при РКУП, и при ВК может быть достигнут близкий размер зерна. Полученные результаты свидетельствуют в пользу того, что деформационно-индуцированное формирование зерен при развитии “непрерывной” динамической рекристаллизации контролируется не только комплексом атермических (формирование деформационных полос), но и термически-активируемых процессов, обусловленных скоростью и температурой ИПД.

Автор выражает глубокую признательность профессору Т. Сакаи (УЕС Токуо, Япония), а также д.ф.-м.н. Р. Кайбышеву (БелГУ, РФ) и д.ф.-м.н. А. Белякову (БелГУ, РФ), к.т.н. М. Шагиеву (ИПСМ РАН, РФ) за плодотворные дискуссии, способствующие написанию данной статьи.

Литература

1. Valiev R.Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 1993, v. 168, p. 141 – 148.
2. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, v. 45, p. 103 – 189.
3. Markushev M.V., Murashkin M.Yu. Mechanical properties of submicrocrystalline aluminum alloys after severe plastic deformation by angular extrusion. *The Physics of Metals and Metallography*, 2000, v. 90, p. 506 – 516.
4. Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G. Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, v. 117, p. 288 – 292.
5. Zhu Y.T., Lowe T.C., Langdon T.G. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2004, v.51, p. 825 – 830.
6. Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imaev R.M. Deformational methods of material nanostructuring: premises, history, state of the art, and prospects. *Russian Physics Journal*, 2008, v. 51, no. 5, p. 492 – 504.
7. Avtokratova E., Sitdikov O., Markushev M., Mulyukov R. Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al – Mg – Sc – Zr alloy. *Materials Science and Engineering A*, 2012, v. 538, p. 386 – 390.
8. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, 2013, v. 61, p. 7035 – 7059.
9. Humphreys F.J., Prangnell P.B., Bowen J.R., Gholinia A., Harris C. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation. *Philosophical Transactions of the Royal Society London A*, 1999, v. A357, pp. 1663 – 1681.
10. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Tsuzaki K. Grain refinement in copper under large strain deformation. *Philosophical Magazine*, 2001, v. 81, p. 2629 – 2643.
11. Goloborodko A., Sitdikov O., Sakai T., Kaibyshev R., Miura H. Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP. *Materials Science and Engineering*, 2004, v. A381, p. 121 – 128.
12. Apps P.J., Berta M., Prangnell P.B. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminum alloys to ultra-high strains. *Acta Materialia*, 2005, v. 53, p. 499 – 511.
13. Kobayashi C., Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain development in copper during multidirectional forging at 195 K. *Philosophical Magazine Letters*, 2007, v. 87, p. 751 – 766.
14. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Grain refinement in aluminum alloy 2219 during ECAP at 250 °C. *Materials Science and Engineering A*, 2008, v. 473, p. 297 – 305.
15. Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions*, 2008, v. A39, p. 2206 – 2214.
16. Sitdikov O., Sakai T., Miura H., Hama C. Temperature effect on fine-grained structure formation in high-strength Al alloy 7475 during hot severe deformation. *Materials Science and Engineering A*, 2009, v. 516, p. 180 – 188.
17. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Partial grain refinement in Al – 3 % Cu alloy during ECAP at elevated temperatures. *Materials Transactions*, 2009, v. 50, p. 101 – 110.

18. Маркушев М.В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов. Письма о Материалах, 2011, т. 1, с. 36 – 42.
19. Sitdikov O., Krymsky S., Markushev M., Avtkratova E., Sakai T. Effect of heat treatment on nanostructuring in high-strength aluminum alloy by severe plastic deformation. Reviews on Advanced Materials Science, 2012, v. 31, p. 62 – 67.
20. Sitdikov O., Avtkratova E., Sakai T., Tsuzaki K. Ultrafine-Grain Structure Formation in an Al–Mg–Sc Alloy during Warm ECAP. Metallurgical and Materials Transactions A, 2013, v. 44, p. 1087 – 1100.
21. Farshidi M.H., Kazeminezhad M., Miyamoto H. Microstructural evolution of aluminum 6061 alloy through tube channel pressing. Materials Science and Engineering A, 2014, v. 615, p. 139 – 147.
22. Ситдииков О.Ш. Влияние всестороннейковки на формирование мелкозернистой микроструктуры в высокопрочном алюминиевом сплаве. Письма о Материалах, 2013, т. 3, с. 215 – 220.
23. Sakai T., Miura H., Goloborodko A., Sitdikov O. Continuous dynamic recrystallization during the transient severe deformation of aluminum alloy 7475. Acta Materialia, 2009, v. 57, p. 153 – 162.
24. Goloborodko A., Sitdikov O., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R. Grain refinement in as-cast 7475 aluminum alloy under hot equal-channel angular pressing. Materials Transactions, 2003, v. 44, p. 766 – 774.
25. Kim H.S. Evaluation of strain rate during equal-channel angular pressing. Journal of Materials Research, 2002, v. 17, p. 172 – 179.
26. Ситдииков О.Ш. Формирование мелкозернистой структуры в процессе высокотемпературной интенсивной деформации высокопрочного алюминиевого сплава (обзор). Письма о Материалах, 2015, т. 5, с. 74 – 81.
27. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in aluminum alloy 2219 during hot ECAP. Materials Science and Engineering A, 2008, v. 486, p. 662 – 671.
28. Frost H.J., Ashby M.F. Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics. New York: Pergamon Press, 1982, 272 p.
4. Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G. Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing. Journal of Materials Processing Technology, 2001, vol. 117, pp. 288 – 292.
5. Zhu Y.T., Lowe T.C., Langdon T.G. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. Scripta Materialia, 2004, vol. 51, pp. 825 – 830.
6. Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imaev R.M. Deformational methods of material nanostructuring: premises, history, state of the art, and prospects. Russian Physics Journal, 2008, vol. 51, no. 5, pp. 492 – 504.
7. Avtkratova E., Sitdikov O., Markushev M., Mulyukov R. Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al – Mg – Sc – Zr alloy. Materials Science and Engineering A, 2012, vol. 538, pp. 386 – 390.
8. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement. Acta Materialia, 2013, vol. 61, pp. 7035 – 7059.
9. Humphreys F.J., Prangnell P.B., Bowen J.R., Gholinia A., Harris C. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation. Philosophical Transactions of the Royal Society London A, 1999, vol. A357, pp. 1663 – 1681.
10. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Tsuzaki K. Grain refinement in copper under large strain deformation. Philosophical Magazine A, 2001, vol. 81, pp. 2629 – 2643.
11. Goloborodko A., Sitdikov O., Sakai T., Kaibyshev R., Miura H. Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP. Materials Science and Engineering, 2004, vol. A381, pp. 121 – 128.
12. Apps P.J., Berta M., Prangnell P.B. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminum alloys to ultra-high strains. Acta Materialia, 2005, vol. 53, pp. 499 – 511.
13. Kobayashi C., Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain development in copper during multidirectional forging at 195 K. Philosophical Magazine Letters, 2007, vol. 87, pp. 751 – 766.
14. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Grain refinement in aluminum alloy 2219 during ECAP at 250°C. Materials Science and Engineering A, 2008, vol. 473, pp. 297 – 305.
15. Sakai T., Belyakov A., Miura H. Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation. Metallurgical and Materials Transactions, 2008, vol. A39, pp. 2206 – 2214.
16. Sitdikov O., Sakai T., Miura H., Hama C. Temperature effect on fine-grained structure formation in high-strength Al alloy 7475 during hot severe deformation. Materials Science and Engineering A, 2009, vol. 516, pp. 180 – 188.
17. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Partial grain refinement in Al – 3 % Cu alloy during ECAP at elevated temperatures. Materials Transactions, 2009, vol. 50, pp. 101 – 110.
18. Markushev M.V., K voprosy ob effektivnosti nekotorykh metodov intensivnoy plasticheskoy deformatsii, prednaznachennykh dlya polucheniya objemnykh nanostrukturnykh materialov. [On the effectiveness of some methods of

References

1. Valiev R.Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation. Materials Science and Engineering A, 1993, vol. 168, pp. 141 – 148.
2. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. Progress in Materials Science, 2000, vol. 45, pp. 103 – 189.
3. Markushev M.V., Murashkin M.Yu. Mechanical properties of submicrocrystalline aluminum alloys after severe plastic deformation by angular extrusion. The Physics of Metals and Metallography, 2000, vol. 90, pp. 506 – 516.

- severe plastic deformation for bulk nanomaterials processing]. *Pisma o Materialah — Letters on Materials (in Rus)*, 2011, vol. 1, pp. 36 – 42.
19. Sitdikov O., Krymsky S., Markushev M., Avtokratova E., Sakai T. Effect of heat treatment on nanostructuring in high-strength aluminum alloy by severe plastic deformation. *Reviews on Advanced Materials Science*, 2012, vol. 31, pp. 62 – 67.
 20. Sitdikov O., Avtokratova E., Sakai T., Tsuzaki K. Ultrafine-Grain Structure Formation in an Al – Mg – Sc Alloy during Warm ECAP. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, vol. 44, pp. 1087 – 1100.
 21. Farshidi M.H., Kazeminezhad M., Miyamoto H. Microstructural evolution of aluminum 6061 alloy through tube channel pressing. *Materials Science and Engineering A*, 2014, vol. 615, pp. 139 – 147.
 22. Sitdikov O. Sh. Vlianie vsestoronnei kovki na formirovanie melkozernistoy mikrostruktury v visokoproshnom aluminievom splave. [Effect of multidirectional forging on the fine-grained structure development in a high-strength aluminum alloy]. *Pisma o Materialah — Letters on Materials (in Rus)*, 2013, vol. 3, pp. 215 – 220.
 23. Sakai T., Miura H., Goloborodko A., Sitdikov O. Continuous dynamic recrystallization during the transient severe deformation of aluminum alloy 7475. *Acta Materialia*, 2009, vol. 57, pp. 153 – 162.
 24. Goloborodko A., Sitdikov O., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R. Grain refinement in as-cast 7475 aluminum alloy under hot equal-channel angular pressing. *Materials Transactions*, 2003, vol. 44, pp. 766 – 774.
 25. Kim H.S. Evaluation of strain rate during equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Research*, 2002, vol. 17, pp. 172 – 179.
 26. Sitdikov O. Sh. Formirovanie melkozernistoy strukturi v processe visokotemperaturnoy intensivnoy deformatsii visokoproshnogo aluminievogo splava (obzor) [Formation of fine-grained structure during high-temperature severe plastic deformation of high-strength aluminum alloy (overview)]. *Pisma o Materialah — Letters on Materials (in Rus)*, 2015, vol. 5, pp. 74 – 81.
 27. Mazurina I., Sakai T., Miura H., Sitdikov O., Kaibyshev R. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in aluminum alloy 2219 during hot ECAP. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 486, pp. 662 – 671.
 28. Frost H.J., Ashby M.F. Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics. New York, Pergamon Press, 1982, 272 p.

Статья поступила в редакцию 1.06.2015 г.

Ситди́ков Олег Шами́левич — Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (450001, Россия, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, специалист в области материаловедения и физики металлов. E-mail: sitdikov@nm.ru, sitdikov.oleg@anrb.ru.

Comparative analysis of microstructures developed in 7475-type aluminum alloy under high-temperature equal-channel angular pressing and multidirectional forging

O. S. Sitdikov

A comparative analysis of structural changes in the high-strength aluminum alloy 7475 subjected to equal channel angular pressing (ECAP) and multidirectional forging (MDF) at a temperature of 400 °C ($\sim 0,75 T_m$) has been performed. It was shown that both ECAP and MDF of the present alloy led to significant grain refinement. The main mechanism of structural changes was mainly related to the formation of deformation bands such as geometrically necessary boundaries, microshear bands which are developed in various directions and fragment initial grains leading to occurrence of “continuous” dynamic recrystallization. Comparison of schemes of ECAP and MDF at roughly the same strain values revealed the formation of similar microstructures, which were characterized by the close values of the average misorientation angles and the fractions of high-angle boundaries. It was also found that, irrespectively on the deformation scheme, the grain size developed in both ECAP and MDF obeys the common dependence (unique function) on the Zener – Hollomon parameter, Z . The features of the microstructural development in the heavily alloyed aluminum alloy during high-temperature severe plastic deformation (SPD), as well as the effects of SPD schemes on grain refinement were discussed in details.

Keywords: aluminum alloy, high-temperature equal channel angular pressing, high-temperature multidirectional forging, deformation bands, continuous dynamic recrystallization

Sitdikov Oleg — Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, (39 Khalturin St., 450001, Ufa, Russia), PhD, senior researcher, expert in the field of materials science and metal physics, E-mail: sitdikov@nm.ru, sitdikov.oleg@anrb.ru.