

на правах рукописи



Бобрук Елена Владимировна

**НАНОМАСШТАБНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ГРАНИЦ ЗЕРЕН И МЕХАНИЗМЫ
НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ
СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ**

Специальность 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Уфа – 2025

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Уфимский университет науки и технологий» (ФГБОУ ВО УНиТ).

Научный консультант: доктор физико-математических наук

Еникеев Нариман Айратович

Официальные оппоненты:

Найденкин Евгений Владимирович – доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт физики прочности и материаловедения» Сибирского отделения Российской академии наук, главный научный сотрудник Лаборатории физического материаловедения сталей и сплавов.

Гупкин Михаил Юрьевич – доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем машиноведения» Российской академии наук, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией механики наноматериалов и теории дефектов.

Сундеев Роман Вячеславович – доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет», профессор кафедры нанoeлектроники

Ведущая организация: федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»), г. Белгород

Защита состоится «25» декабря 2025 г. в 10⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета 24.2.479.14 ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» (450076, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <https://uust.ru/dc/dissertations/> ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий».

Автореферат разослан «__» _____ 2025 года.

И.о. учёного секретаря
диссертационного совета



Н.Ю. Дударева

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования.

Эффект сверхпластичности (СП) в промышленных алюминиевых (Al) сплавах используется при производстве изделий сложной формы, предназначенных для применения в воздушном, наземном и водном транспорте, в том числе, в качестве силового сотового заполнителя из Al фольги или матрицы металломатричного композита (ММК), применяемых в авиастроении. Использование СП не только повышает эффективность производства, но и дает возможность изготавливать детали сложной геометрии, которые трудно получить другими способами обработки.

В то же время высокие температуры (выше $0.6T_{пл}$) и низкие скорости деформации (менее 10^{-4} с^{-1}) являются препятствием для широкого применения технологических процессов, в которых используется эффект СП. Обеспечение высокоскоростной СП Al сплавов благоприятно для повышения производительности и снижения порообразования, например, при пневмоформовке. Низкотемпературная СП (НТСП) тоже может способствовать снижению порообразования, сохранению прочностных свойств после СП деформации, и, например, уменьшению реакции между матрицей и наполнителем при получении ММК.

За последние 30 лет сделан значительный прорыв в области получения наноструктурированных (НС) состояний в Al сплавах методами интенсивной пластической деформации (ИПД). Помимо значительного повышения механической прочности удалось заметно улучшить пластичность, усталостную прочность, износостойкость, вязкость разрушения, сопротивление ползучести и электропроводность в ряде НС Al сплавов. Кроме того, в этих материалах наблюдают реализацию НТСП при повышенных скоростях деформации. Многими учеными отмечены необычные свойства границ зерен (ГЗ) в НС металлах, полученных ИПД. Наряду со структурой ГЗ на развитие зернограницных процессов заметное влияние оказывают тип и концентрация легирующих элементов в сегрегациях, образовавшихся на ГЗ, что является важным в проявлении СП поведения при пониженных температурах.

Реализация низкотемпературной и высокоскоростной СП в Al сплавах в НС состоянии открывает возможности для новых инновационных применений в области обработки труднодеформируемых материалов и их формообразования, а также создания перспективных технологий получения конструкционных материалов с повышенными свойствами относительно аналогов, производимых с использованием традиционных серийных технологий и обработок. В рамках диссертационной работы предлагается решение важной научной проблемы по расширению диапазона температурно-скоростных условий реализации СП в НС Al сплавах с сохранением высокой прочности после формообразующей операции, что имеет важное хозяйственное значение и поспособствует научно-техническим решениям на

предприятиях Al промышленности России для получения листового полуфабриката с повышенной прочностью в интервале температур от комнатной до 300°С. В работе приведены примеры перспективных направлений применения НТСП Al сплавов.

Степень разработанности проблемы. Важное открытие «Явление образования в поликристаллах неравновесных границ зерен при поглощении ими решеточных дислокаций», сделанное О.А. Кайбышевым и Р.З. Валиевым в 1987 г., стало началом научной школы, развивающей направление, связанное с исследованием физической теории СП в Институте проблем сверхпластичности металлов, г. Уфа. Значимый прогресс в этой области достигнут благодаря работам российских ученых В.В. Астанина, А.П. Жилиева, А.И. Пшеничнюка. В Институте разработаны ресурсосберегающих технологии, основанные на эффекте СП, изготовления изделий из материалов конструкционного и функционального назначения с повышенными свойствами. Сегодня исследования СП Al сплавов ведутся рядом ведущих отечественных и зарубежных исследовательских центров, и университетов. Большой вклад в развитие этого в РФ внесли группой ученых из НИТУ МИСиС, г. Москва под руководством А.В. Михайловской продолжая классические работы В.К. Портного, И.И. Новикова, установлены особенности гетерогенных структур Al сплавов, которые позволяют реализовать повышенные скорости СП деформации. Коллективом под руководством Р.О. Кайбышева из НИУ «БелГУ», г. Белгород разработаны технологии получения СП листовых заготовок с субмикроструктурной структурой; группой ученых из ИФПМ СО РАН, г. Томск под руководством Е.В. Найденкина установлены закономерности и физические механизмы развития СП и разрушения поликристаллических и НС металлов, в том числе исследованием особенностей диффузии и закономерностей развития диффузионно-контролируемых процессов в этих материалах. Группами ученых из университета Любачевского, г. Нижний Новгород под руководством В.Н. Перевезенцева и В.Н. Чувилядзе проанализирована роль неравновесного состояния границ зерен в реализации структурной СП ультрамелкозернистых Al сплавов. Группами ученых под руководством М.Ю. Гукина и И.А. Овидько из Института проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург разработаны теоретические модели, описывающие физические механизмы упрочнения и разупрочнения в НС материалах при СП деформации. Установив температурно-скоростные диапазоны проявления СП в мелкозернистых легких сплавах, большой вклад в развитие СП материалов вносят и зарубежные коллеги, в том числе под руководством К. Edalati и Z. Horita из университета Кюсю (Япония) и под руководством T. G. Langdon и M. Kawasaki из Университета Южной Калифорнии (США) и Университета Саутгемптона, (Великобритания).

Несмотря на большое количество работ, посвященных анализу природы структурно-фазовых превращений в НС Al сплавах, проявляющих способность к СП, остаётся открытым вопрос о расширении температурно-скоростного диапазона проявления СП за счет управления структурными особенностями материала на наноуровне. Детальное изучение

на атомном уровне структурно-фазовых превращений с образованием наноразмерных частиц вторичных фаз и сегрегаций атомов легирующих элементов в НС сплавах Al, установление их влияния на механизмы протекания СП для сохранения высокопрочного состояния и снижения температурного интервала проявления СП, является актуальной и важной задачей для развития физического материаловедения. В связи с вышеизложенным сформулированы цель и задачи работы.

Цель работы: установить закономерности структурно-фазовых превращений с образованием наноразмерных частиц вторичных фаз и зернограницных сегрегаций атомов легирующих элементов в наноструктурированных сплавах систем легирования Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu, Al-Cu-Mg для расширения температурно-скоростного диапазона протекания сверхпластичности; установить особенности механизмов реализации сверхпластичности при понижении температуры и повышении скорости деформации.

Для достижения цели работы решались следующие **задачи**:

1. Исследовать структурно-фазовые превращения в модельных Al-Zn сплавах в результате ИПД и в ходе последующих деформационного и термического воздействий, в том числе при помощи прецизионных электронно-микроскопических in-situ экспериментов и численного моделирования на атомном уровне. Установить влияние наномасштабных особенностей тонкой структуры Al-Zn сплавов на деформационные механизмы СП.

2. Исследовать формирование тонкой структуры в высокопрочных НС сплавах системы Al-Zn-Mg в результате деформационного и термического воздействий, связанные с процессом распада пересыщенного твердого раствора с образованием наночастиц и конкурирующего с ним перераспределением атомов легирующих элементов в Al матрице и в области ГЗ. Установить особенности НТСП с учетом влияния обнаруженных наноразмерных параметров структуры в сплавах системы Al-Zn-Mg и определить условие сохранения высокопрочного состояния материала после НТСП.

3. Исследовать процессы формирования НС состояний в сплаве системы Al-Mg-Mn в результате ИПД и последующей изотермической прокатки. Разработать подходы для получения листового фольгового материала, способного проявлять высокоскоростную НТСП.

4. Исследовать формирование тонкой структуры в НС сплавах, не содержащих Zn, систем Al-Mg-Si, Al-Cu и Al-Cu-Mg в процессе ИПД, с акцентом на процессы, связанные с образованием наноразмерных частиц вторичной фазы и сегрегаций атомов Mg и Cu. Установить влияние наномасштабных особенностей тонкой структуры сплавов систем Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg на деформационные механизмы, обеспечивающие реализацию СП.

5. Обобщить результаты исследований и составить карту температурно-скоростных условий протекания СП в НС сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si и Al-Mg-Mn.

На основе конечно-элементного моделирования установить режимы формирования ММК и изделий сложной формы в условиях многоосного нагружения из НС Al сплавов в режиме НТСП. Экспериментально продемонстрировать возможность изготовления бездефектных изделий из промышленных НС Al сплавов по установленным режимам.

Научная новизна. Впервые проведен комплекс работ по установлению закономерностей фазовых превращений на наномасштабном уровне, способствующих проявлению эффекта НТСП, в модельных сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg-Zr и Al-Cu, высокопрочных сплавах систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg, термически упрочняемых сплавах системы Al-Mg-Si и термически неупрочняемом сплаве системы Al-Mg-Mn:

1. Выявлены закономерности ранее не наблюдавшегося изменения фазового состава в НС сплавах системы Al-Zn вследствие ИПД, а именно, распад пересыщенного твёрдого раствора с образованием наноразмерной второй фазы в теле и в тройных стыках Al зерен, сопровождающегося распределением атомов легирующего элемента Zn в область ГЗ в процессе деформационно-термической обработки, что приводит к понижению температуры НТСП за счет стимуляции зернограничного проскальзывания (ЗП).

2. Установлены особенности формирования НС состояния, сопровождающегося распадом пересыщенного твердого раствора с образованием сегрегаций атомов Zn, Mg, Cu и регламентированным распределением вторичной фазы для достижения высокопрочного состояния в сплавах систем Al-Zn-Mg, Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg конструкционного назначения в сочетании с эффектом НТСП при температурах 170-270°С. При этом серийно производимые аналоги в мелкозернистом состоянии проявляют СП при температурах 380-520°С.

3. Установлены ключевые факторы формирования НС состояний сплава системы Al-Mg-Mn, сопровождающегося распадом пересыщенного твердого раствора с образованием вторичной фазы Al_3Mg_2 и сегрегацией атомов Mg на ГЗ для достижения высокоскоростной НТСП, которая осуществляется путем кооперативного ЗП и внутризеренного дислокационного скольжения, затрудненного внутризеренными наночастицами. Формирование НС состояния в сплаве системы Al-Mg-Mn позволило снизить диапазон температур проявления СП до 250-300°С в отличие от мелкозернистых серийных аналогов (450-520°С).

4. Впервые установлено влияние наночастиц вторичных фаз и сегрегаций атомов легирующих элементов на реализацию НТСП в сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si и Al-Mg-Mn с УМЗ структурой. Во всех случаях наночастицы вторичных фаз способствуют проявлению НТСП, но в различных температурно-скоростных условиях и по трем разным сценариям. Легирование цинком Al сплавов с ультрамелкими зёрнами приводит к образованию зернограничных прослоек атомов Zn шириной 2-3 нм, которые облегчают развитие полос сдвига по механизму ЗП, аккомодации которых

способствуют развороту Al зерен. С увеличением содержания Zn (до 30 %) в НС сплавах Al-Zn температура реализации СП снижается вплоть до КТ. Присутствие других легирующих элементов, таких как Mg, приводит к образованию неоднородных зернограницных сегрегаций, а также наночастиц вторичной фазы в теле зёрен, первые из которых ограничивают рост зёрен, вторые – повышают напряжения, необходимые для действия ВДС, обеспечивая, таким образом, преимущественный вклад ЗП в деформацию, для аккомодации которого, в свою очередь, необходимо усиление диффузионных процессов. Соответственно, температура проявления СП, в этом случае, сдвигается в область более высоких значений ($\sim 170-200^{\circ}\text{C}$). В термически неупрочняемом НС сплаве Al-Mg-Mn наблюдается проявление высокоскоростной НТСП (скорость деформации до 10^{-2} c^{-1}) при температуре 300°C , которая осуществляется путем сочетания кооперативного ЗП и ВДС, затрудненного внутризеренными наночастицами. В данном случае, ВДС способно обеспечить аккомодацию кооперативного ЗП в тройных стыках, что маловероятно для механизма миграции ГЗ из-за формирования неоднородных ЗГ сегрегаций и указанного сочетания скорости деформации и температуры.

Составлена карта температурно-скоростных условий проявления НТСП с учетом наномасштабных особенностей тонкой структуры в сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si и Al-Mg-Mn в НС состоянии и феноменологическое описание действия различных факторов, обуславливающих реализацию ЗП/КЗП в разных температурно-скоростных интервалах.

5. На основе моделирования методом конечных элементов и физического эксперимента в температурно-скоростных условиях протекания НТСП продемонстрирована возможность изготовления бездефектных ММК из НС матрицы сплава Al-Mg-Mn, армированной непрерывным волокном, и изделий сложной формы из НС сплавов систем Al-Zn-Mg, Al-30Zn в условиях НТСП при многоосном нагружении с сохранением УМЗ структуры и прочностных свойств в конечном изделии.

Теоретическая значимость:

1. Теоретически обоснованы подходы к получению специальных микроструктур с выделениями наноразмерных частиц вторичных фаз и ГЗ, содержащих сегрегации в НС сплавах Al для эффективного управления механизмами деформации и обеспечения уровня пластичности, достаточного для осуществления формообразующей операции в условиях НТСП, после реализации которой сохраняется высокопрочное состояние.

2. Расширены знания об особенностях механизмов НТСП в НС сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg с наномасштабными параметрами, которые способствуют протеканию ЗП, поддерживаемое ВДС и вращением зерен.

3. Составлена карта температурно-скоростных условий реализации НТСП НС сплавов систем Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg, предназначенных для применения в

перспективных конструкциях наземного и воздушного транспорта.

Практическая значимость:

1. Предложен способ получения НС листового полуфабриката в виде фольги из сплава системы Al-Mg-Mn с размером зерен 200 нм, который демонстрирует НТСП при температурах 250-300° С.
2. Предложен способ формирования НС состояния в высокопрочном сплаве системы Al-Cu-Mn, который проявляет эффект НТСП при температуре 270° С (патент: RU 2024133203C1 от 01.07.2025).
3. Предложен способ получения алюмо-матричного композиционного материала, состоящего из НС матрицы из сплава Al-Mg-Mn, армированной непрерывным высокопрочным волокном, в условиях НТСП (патент RU 2819775 C1 от 24.05.2024).
4. Предложен способ получения деталей сложной формы из НС сплава Al-Zn-Mg (патент RU 2739926C1 от 29.12.2020).

Актуальность работы подтверждается поддержкой работ по теме исследования рядом грантов: Правительства РФ № 14.B25.31.0017 «Механика перспективных массивных наноматериалов для инновационных инженерных приложений»; гранта Президента РФ № СП-2212.2013.1; ФЦП № 14.586.21.0061; ФЦП № 13.2251.21.0196; РНФ № 22-29-00866 «Создание высокопрочных металломатричных композитов на основе наноструктурных алюминиевых сплавов, армированных непрерывными волокнами»; РНФ № 24-19-00819 «Исследование и разработка сверхпластичной ультрамелкозернистой металлической матрицы из легких сплавов для создания высокопрочных композитов, армированных непрерывными волокнами»; а также государственным заданием № FEUE-2023-0006 «Исследование физико-химических и механических процессов при формообразовании и упрочнении деталей для авиакосмической и транспортной техники».

Предмет исследования: управление формированием УМЗ структуры наноструктурированных состояний с особыми ГЗ, содержащими сегрегации атомов легирующих элементов, и с регламентированным распределением наноразмерных частиц вторичных фаз в Al сплавах, обеспечивающих эффект НТСП в результате деформационно-термической обработки, включающей ИПД. **В качестве объектов исследования** выбраны модельные сплавы Al-Zn, Al-Zn-Mg-Zr и Al-Cu, термически упрочняемые сплавы основных систем легирования, таких как, Al-Zn-Mg-Cu, Al-Cu-Mg и Al-Mg-Si, а также термически неупрочняемый сплав системы Al-Mg-Mn. **В качестве основных методов обработки объектов исследования** использовали ИПД методами КВД и РКУП, позволяющими достичь высоких степеней деформации сдвигом в условиях высокого приложенного давления. Для получения Al фольги использовалась изотермическая прокатка. Многоосную деформацию осуществляли по методу Эриксона, ММК формировали прессованием в вакуумном контейнере по схеме «фольга-волокну-фольга».

Положения, выносимые на защиту:

1. Результаты моделирования и экспериментальных *in-situ* наблюдений, позволяющие выявить ранее неустановленное влияние цинковых прослоек на основной механизм СП деформации – зернограничное проскальзывание, приводящее к возникновению низкотемпературной сверхпластичности НС сплава системы Al-Zn, связанное с непрерывной миграцией атомов Zn в процессе деформации в область границ зёрен, в том числе из частиц Zn, находящихся в тройных стыках. Встречный эффект заключается в усилении диффузионных потоков под влиянием ЗПП, что выражается в образовании приграничных зон, обедненных Zn. Закономерности изменения структурно-фазового состояния в НС сплавах системы Al-Zn и феномен динамического перераспределения атомов легирующего элемента Zn, сопровождающие проявление сверхпластичности при пониженной температуре вплоть до комнатной.

2. Микромеханизмы эволюции исходной наноструктуры в процессе низкотемпературной сверхпластической (НТСП) деформации, связанные с образованием мелкодисперсных частиц и зернограничных сегрегаций атомов легирующих элементов, обеспечивающих стабильность ультрамелкого размера зёрен, и сохранит высокопрочное состояние в НС промышленных сплавах систем Al-Zn-Mg-Cu, Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg после деформации в условиях низкотемпературной сверхпластичности.

3. Особенности структурно-фазового состояния в термически неупрочняемом НС сплаве системы Al-Mg-Mn, позволяющие реализовать высокоскоростную сверхпластичность при температуре 300°С за счёт блокирования внутризеренного дислокационного скольжения частицами вторичной фазы Al_3Mg_2 и сегрегациями атомов Mg в теле зерен, что способствовало развитию альтернативного механизма сдвиговой деформации - кооперативного зернограничного проскальзывания.

4. Феноменологическое описание особенностей протекания НТСП в зависимости от типа и конфигурации наномасштабных сегрегаций атомов легирующих элементов и вторичных фаз внутри и на границах алюминиевых зерен. Карта температурно-скоростных условий протекания низкотемпературной сверхпластичности в зависимости от химического состава НС сплавов систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg.

5. Численные модели для установления режимов получения пилотных образцов сложной формы из НС сплава системы Al-Zn-Mg-Cu после многоосной деформации и бездефектных образцов металломатричного композита из НС сплава системы Al-Mg-Mn и непрерывного высокопрочного волокна в условиях низкотемпературной сверхпластической деформации. Результаты исследований, демонстрирующие возможность формовки в условиях низкотемпературной сверхпластичности высокопрочных изделий сложной формы и металломатричного композита на основе высокопрочных Al сплавов, превосходящих по комбинации свойств промышленные композиты.

Степень достоверности результатов исследований в рамках диссертационной работы, обеспечивалась применением современных методик исследования на поверенном оборудовании, в том числе на уникальных научных установках, экспериментами «in-situ», моделирования на атомном уровне основанного на теории функционала электронной плотности, моделированием методом конечного элемента. Достоверность результатов исследования подтверждена сходимостью полученных данных с результатами мировых исследований, представленных в литературе. Результаты проведённых исследований проходили рецензирование в высокорейтинговых мировых и отечественных научных журналах и апробированы на ведущих международных и отечественных конференциях.

Апробация результатов. Основные результаты, представленные в диссертации, докладывались и обсуждались на отечественных и международных конференциях: международных симпозиумах «Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations», г. Уфа, 2009, 2011, 2013, 2015, 2019 гг.; X международная научно-техническая уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых, г. Екатеринбург, 2009 г.; Открытая школа – конференция стран СНГ. Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы, г. Уфа, 2010, 2022, 2024 гг.; Международная конференция «Высокие давления», Фундаментальные и прикладные аспекты, г. Судак, 2010, 2012 гг.; Международная научная школа для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов», г. Екатеринбург, 2010, 2014 гг.; XIX Петербургские чтения по проблемам прочности, г. Санкт – Петербург, 2010 г.; Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Нanomатериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении», г. Белгород, 2011 г.; «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» XXI уральская школа металловедов-термистов, г. Магнитогорск, 2012 г.; VI-я евразийская научно-практическая конференция. Прочность неоднородных структур, г. Москва, 2012 г.; Atomic transport and grain boundary segregation in bulk nanostructure materials, г. Munster, Germany, 2012 г.; International conference on materials for energy, г. Karlsruhe, Germany, 2013 г.; Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедении», г. Пицунда, 2013 г.; Международная школа с элементами научной школы для молодежи «Физическое материаловедение», г. Тольятти, 2013 г.; Международный семинар «Механика, физика и химия объемных наноматериалов - 2013», г. Санкт-Петербург, Россия, 2013 г.; Международной конференции «Nanomaterials by Severe Plastic Deformation»- nanoSPD-6, г. Метц, Франция, 2014 г.; Международная конференция «Advanced materials week-2015», г. Санкт – Петербург, 2015 г.; Научно-методический семинар «Анализ структуры и свойств наноматериалов», г. Санкт-Петербург, 2014 г.; Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», г. Санкт-Петербург, 2015 г.; Байкальский материаловедческий форум, г. Улан-Удэ, 2015, 2018, 2022, 2025 гг.; Международная

конференция «Boundary segregation and diffusion», г. Москва, 2015 г.; Всероссийский научный форум «Наука будущего – наука молодых», г. Казань, 2016 г.; Европейский симпозиум «Euromat» - г. Салоники, Греция, 2017 г.; Международная конференция «Superplasticity in advanced materials», г. Санкт-Петербург, 2018 г.; Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики, г. Уфа, 2019 г.; Международная конференция «Физика и технология перспективных материалов-2023» 2023 г.; Международная конференция «Кайбышевские чтения», г. Уфа, 2023 г.; Всероссийская конференция по наноматериалам, г. Москва, 2023 г.

Вклад автора. Автор непосредственно осуществлял постановку общей цели исследований, организации и выполнении экспериментальных работ, составляющих основу диссертации. Автор проводил анализ экспериментальных и теоретических данных, обобщение, написание научных статей по теме исследования. Автор разработал основную идею исследования, сформулировал цели и задачи, выдвинул научные положения, обосновал выводы данной работы. Полученные результаты и выводы основываются на многочисленных собственных экспериментах, которые проводились на современном оборудовании. Под руководством автора в рамках РНФ проектов совместно с научной группой на основе моделирования методом конечных элементов (МКЭ) изготовлены ММК с НС матрицей. В рамках совместных работ расчёты по моделированию структурно-фазовых превращений на атомном уровне и эксперимент «in-situ», высокоразрешающая микроскопия НС сплава Al-30Zn выполнены Сиднейском университете (Австралия). В рамках совместных проектов пространственная атомная томография выполнена в Руанском университете (Франция), часть термических исследований, а также наноиндентирование и сжатие микростолбиков проведены в Университете имени Лоранда Этвёша (Венгрия).

Публикации. Результаты исследований по теме диссертационной работы представлены соискателем в 54 научных публикациях в журналах, входящих в список журналов, рекомендованных ВАК РФ и/или международных наукометрических базах Web of Science и/или Scopus, получено 4 патента на изобретение.

Структура и объём. Диссертация состоит из введения, пяти глав, списка литературы, включающего 222 наименований, изложена на 242 страницах, содержит 123 рисунка и 16 таблиц.

Благодарности. Автор выражает благодарность своим первым научным наставникам Р.З. Валиеву и М.Ю. Мурашкину, научному консультанту Н.А. Еникееву за оказанную поддержку и конструктивные советы в проведении исследований и практической реализации результатов. Автор выражает признательность за многолетнюю поддержку В.В. Астанину, а также коллегам из НИИ ФПМ, кафедры МиФМ и ЦКП «Нанотех» УУНиТ, коллегам из лаборатории механики перспективных массивных

наноматериалов СПбГУ, соавторам публикаций, в сотрудничестве с которыми создан задел для последующей постановки и реализации основных идей диссертации.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель и поставлены задачи исследований, отражены научная новизна и практическая значимость работы, выдвинуты положения, выносимые на защиту.

В диссертационной работе используются следующие термины: ультрамелкозернистая (УМЗ) структура, НС состояние или НС сплав / материал.

В первой главе представлены закономерности распада твердого раствора с образованием частиц фазы Zn в теле, тройных стыках и прослоек Zn на границах зерен НС сплавов системы Al-Zn с разным содержанием Zn (2, 5, 10 и 30 вес.%) в процессе деформационно-термической обработки, включающей ИПД и кратковременные in-situ отжиги, изменение механического поведения при пониженных температурах, а также определены особенности механизма СП при КТ, в том числе с помощью in-situ эксперимента, на примере модельного НС сплава Al-30Zn. Методом кручения под высоким квазигидростатическим давлением при КТ (КВД_{КТ}) в сплавах Al-2Zn, Al-5Zn, Al-10Zn, Al-30Zn сформирована УМЗ структура с размером зерен в диапазоне 300..750 нм. Полный распад твердого раствора, инициированный КВД_{КТ}, приводит к образованию частиц α' -фазы Zn с ПЦК решеткой размером 2..10 нм внутри Al зерен, частиц фазы Zn с ППУ решеткой размером более 100 нм в тройных стыках и прослоек фазы Zn толщиной 2-5 нм на ГЗ.

Анализ методом дифференциальной сканирующей калориметрией (ДСК) показал, что значение удельной энтальпии ΔH увеличивается с концентрацией Zn. Во всех случаях на термограммах установлен только эндотермический процесс, свидетельствующий о растворении Zn. Для определения энергии активации ($Q_{\text{акт}}$) использовали уравнение Киссинджера: $\ln\left(\frac{v}{T_p^2}\right) = -\frac{Q_{\text{акт}}}{RT_p} + C$, где v – скорость нагрева, T_p – пиковая температура эндотермического процесса, C – постоянная материала, а R – универсальная газовая постоянная. $Q_{\text{акт}}$, характеризующая процесс растворения, имеет разные значения для НС сплавов Al-Zn, для сплавов Al-2Zn и Al-5Zn $Q_{\text{акт}}$ составляет $88 \pm 2,5$ кДж/моль, для сплавов Al-10Zn и Al-30Zn наблюдалось гораздо более высокое значение $Q_{\text{акт}} \approx 187 \div 189$ кДж/моль. По результатам исследований предложена схема эволюции структуры и распада твердого раствора в результате КВД_{КТ} НС сплавов с высоким (10 и 30 %) и низким (2 и 5 %) содержанием Zn в твердом растворе (Рисунок 1).

. Для расширения набора НС состояний, сплавы системы Al-Zn деформировали разными методами ИПД, такими как КВД при 150°С, и равноканального углового прессования (РКУП) в параллельных каналах (РКУП-ПК). Далее оценено влияние

температуры ИПД и отжигов на непрерывный распад твердого раствора

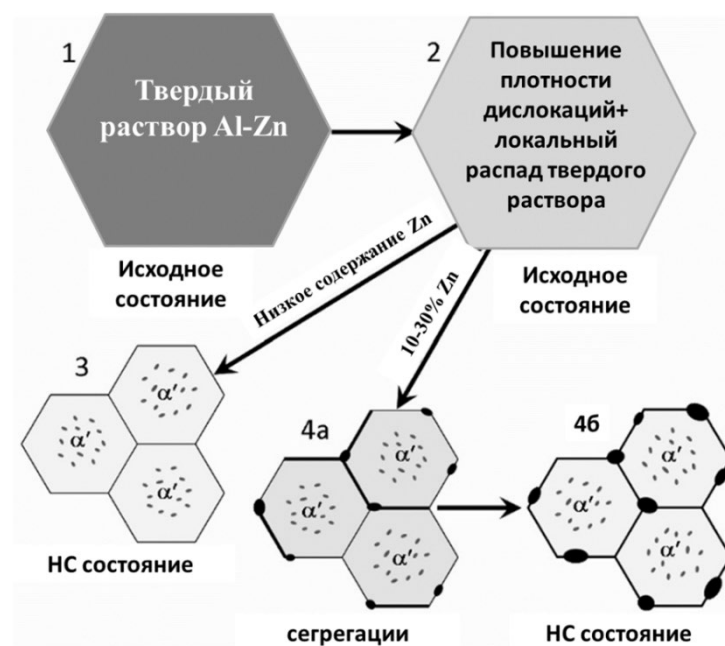


Рисунок 1 – Схема эволюции структуры и распада твердого раствора в НС сплавах Al-Zn в результате КВД_{КТ}: 1) исходное состояние, 2) начальный этап пластической деформации, 3) НС состояние в сплавах Al-2Zn и Al-5Zn, частицы α' -фазы Zn, 4а) НС состояние в сплавах Al-10Zn и Al-30Zn, частицы α' -фазы + прослойки фазы Zn на ГЗ 4б) НС состояние в сплавах Al-10Zn и Al-30Zn, частицы α' -фазы Zn (ПЦК) + прослойки фазы Zn на ГЗ + крупные частицы фазы Zn (ППУ)

В результате повышения температуры КВД до 150°C в сплаве Al-30Zn формируется другой тип УМЗ структуры по причине протекания конкурирующих процессов: классического прерывистого распада и распада, инициированного КВД (Рисунок 2).

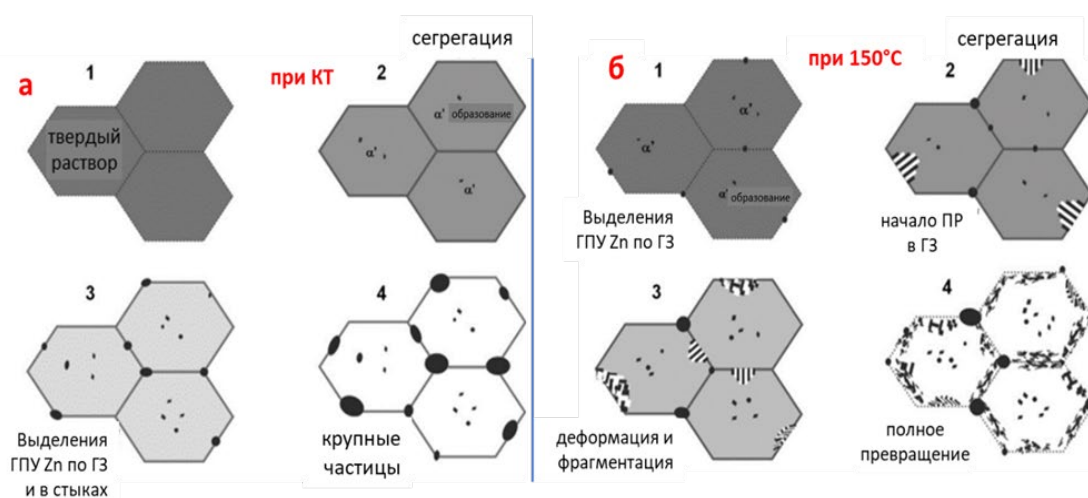


Рисунок 2 – Схема формирования УМЗ структуры в сплаве Al-30Zn в процессе КВД_{КТ} (а); при КВД при 150°C (б) на различных стадиях деформации

Во процессе деформации при 150°C прерывистый распад твердого раствора начинается вдоль некоторых ГЗ с образованием ламелей Zn (2), затем в ходе непрерывного процесса деформации полученная ламеллярная структура фрагментируется, в то время как распад, инициированный ИПД, начинается вдоль остальных ГЗ (3). По окончании КВД происходит полный распад твердого раствора (4), и вблизи ГЗ наблюдается высокая плотность фрагментированных ламелей Zn.

В результате обработки другим методом ИПД, а именно, РКМНПК при КТ (РКМНПК_{КТ}) сформирована УМЗ структура с размером зерен 750 ± 20 нм в сплаве Al-10Zn и 600 ± 15 нм в сплаве Al-30Zn. Выделения частиц фазы Zn обнаружены как на ГЗ, так и внутри зерен: размером 10 - 30 нм в НС сплаве Al-10Zn и размером 10 - 40 нм в НС сплаве Al-30Zn. На основе проведения in-situ отжигов проанализирована термическая стабильность структуры в НС сплавах Al-10Zn и Al-30Zn до температуры 250°C . В НС сплаве Al-10Zn при отжиге вплоть до 150°C изменений не наблюдалось. Однако при дальнейшем повышении температуры до 200°C большая часть частиц Zn растворяется, но вдоль ГЗ можно обнаружить значительное количество частиц и прослоек фазы Zn. Аналогичная схема нагрева применена к НС сплаву Al-30Zn. Объемная доля фазы Zn при отжиге при 200°C осталась прежней, но частицы заметно выросли. В процессе отжига 250°C большая часть частиц растворилась, без значительного роста зерен. Таким образом, установлено влияние параметров деформационного и термического воздействия на формирование УМЗ структуры и структурно-фазовые превращения в НС сплавах системы Al-Zn.

Далее рассмотрено влияние НС состояний на механическое поведение сплавов Al-Zn.

В результате механических испытаний НС сплавов Al-Zn с разным структурно-фазовым состоянием установлено, что только сплав Al-30Zn с регламентированным распределением частиц α' -фазы Zn внутри зерен, частиц фазы Zn в тройных стыках и прослоек фазы Zn на ГЗ, полученный методом КВД_{КТ}, судя по установленным значениям удлинения до разрушения – 235 %, коэффициента скоростной чувствительности $m=0.31$, а при температуре 100°C и скорости 10^{-4} c^{-1} удлинения составили 265 %, $m=0.32$, проявляет эффект НТСП уже при КТ и скорости деформации 10^{-4} c^{-1} .

Исследование морфологии поверхности осажденных при КТ микростолбиков выявило существенные различия основных механизмов пластической деформации в образцах сплавов Al-10Zn и Al-30Zn в НС состоянии. В случае НС сплава Al-10Zn вид деформационного рельефа свидетельствует о локализации деформации и образовании отдельных полос скольжения (Рисунок 3а), тогда как в образце НС сплава Al-30Zn этих эффектов не наблюдаются (Рисунок 3б). Кроме того, морфология поверхности сплава Al-30Zn демонстрирует сформированные полосы ЗПП, на поверхности микростолбика после деформации наблюдается однородный рельеф, образованный ультрамелкими зёрнами.

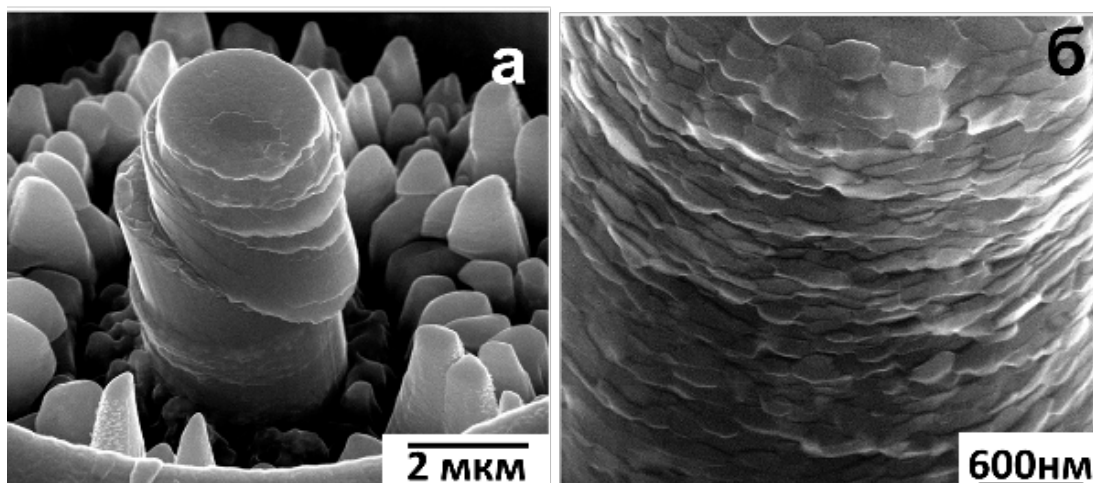


Рисунок 3 – Морфология поверхности осажденных микростолбиков в НС сплавах: Al-10Zn (а); Al-30Zn (б)

Для установления природы СП течения НС сплава Al-30Zn важно исследовать и установить взаимосвязь действующих механизмов при низкотемпературной деформации (при КТ) на наномасштабном уровне. Прецизионные исследования образца НС сплава Al-30Zn проводили *in-situ* методом дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ) и *ex-situ* методом дифракции линий Кикучи на просвет (ДКП) на РЭМ Zeiss Ultra+, оснащенный детектором Oxford Instruments Symmetry. Прецизионные *in-situ* исследования деформационного поведения при растяжении установили: деформация осуществляется по механизму ЗПП и вращения зерен, атомы Zn непрерывно сегрегируют в область ГЗ в процессе деформации, и данному процессу способствует динамическая диффузия атомов Zn из обогащенной зоны (Рисунок 4). При этом не наблюдается образования выраженной металлографической текстуры, заметного роста или удлинений зерен.

Анализ кристаллографической ориентации Zn на ГЗ проводили с помощью ДКП. Установлено, что базисная (0001) или призматическая $\{10\bar{1}0\}$ кристаллографические плоскости фазы Zn на ГЗ выравниваются параллельно ГЗ (Рисунок 5). Обе ориентации предпочтительны для сдвига по ГЗ, поскольку движение дислокаций вдоль обеих плоскостей легко активируется в ППУматериалах. Результаты свидетельствуют о том, что образование прослоек фазы Zn на ГЗ в значительной степени способствовала ЗПП, что привело к реализации НТСП в НС сплаве Al-30Zn при КТ. Нанослой фазы Zn на ГЗ выравнивает свою базисную или призматическую плоскость скольжения параллельно ГЗ, что снижает затраты энергии на аккомодацию деформации сдвигом по ГЗ, оказывая своего рода «смазывающий» эффект для зерен Al. Расчеты в рамках теории функционала электронной плотности установили, что прослойки фазы Zn не только снижают энергетический барьер для ЗПП в случае как первоначальных ГЗ, так и новых образованных ГЗ, по которым происходит проскальзывание, что способствует ЗПП и вращению зерен.

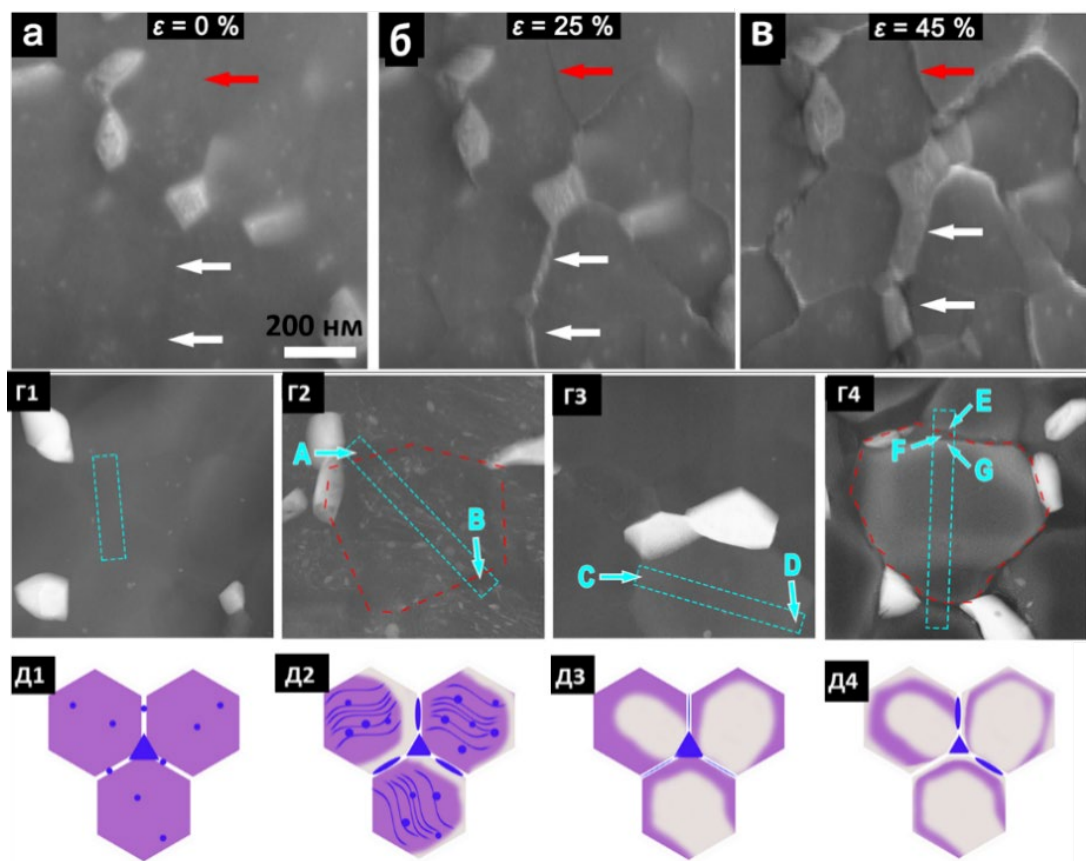


Рисунок 4 – Структура на разных этапах деформации. Перераспределение фазы Zn по ГЗ (а-в); разворот зерна (г); феноменологическая модель перераспределения Zn в процессе НТСП (in-situ)

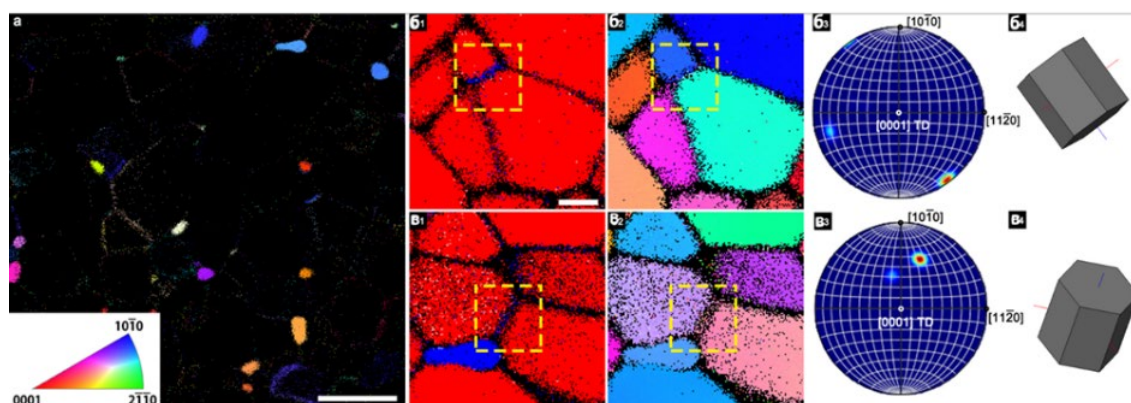


Рисунок 5 – Ориентационные карты фазы Zn в образце после деформации 150 % (а). Zn расположен на ГЗ с разной ориентацией (в, г). Типичная карта фаз ДКП (первый столбец) и карта обратной полюсной фигуры (второй столбец) ГЗ с сегрегацией атомов Zn в двух областях. Карты (третий столбец) и 3D-изображение (четвертый столбец) фазы Zn в желтых прямоугольниках, показанных в первом и втором столбцах. Al и фаза Zn представлены с использованием красного и синего цветов, соответственно, в первом столбце. Обнаружены два типа ориентации зерен Zn: (0001) параллельно ГЗ (б), и $\{101\bar{0}\}$ параллельно ГЗ (в)

Исследования на наномасштабном уровне установили механизм СП при КТ НС сплава Al-Zn, а именно, ЗПП и вращение зерен, аналогично материалам, которые проявляют СП при высоких температурах. Однако, отличительным является то, что запускается пластическая деформация, поддерживаемая диффузией атомов Zn, которая вносит значительный вклад в механизм СП при КТ НС сплава Al-30Zn. В частности, ранее существовавшие частицы фазы Zn перераспределяются в процессе деформации, непрерывно поддерживая тонкий слой фазы Zn на ГЗ, являющихся энергетически благоприятными, о чем свидетельствуют расчеты в рамках теории функционала плотности.

Выполненные исследования выводят на новый уровень понимание стимулированного диффузией механизма деформации при необычно низких температурах, что является предпосылкой формирования НС состояния с неравновесными ГЗ, содержащими прослойки фазы Zn, в высокопрочных Al сплавах на основе Al-Zn с эффектом реализации НТСП. В то же время высокопрочные промышленные сплавы на основе Al-Zn, помимо Zn, содержат Mg, который добавляется в Al сплавы для повышения прочности. В связи с этим актуально исследовать эффекты, связанные с конкуренцией и взаимодополнением воздействия атомов двух легирующих элементов на НТСП, с учётом их перераспределения в НС сплаве в результате ИПД.

Во второй главе рассмотрены закономерности распада твердого раствора с образованием сегрегаций атомов Zn и Mg на границах зерен Al и вторичной η -фазы $MgZn_2$. Представлено влияние взаимодополняющих и конкурирующих элементов Zn и Mg на реализацию НТСП высокопрочными НС сплавами Al-Zn-Mg.

Обработка КВД_{КТ} сплава Al-4.8%Zn-1.2%Mg-0.14%Zr, вес.% (далее Al-Zn-Mg-Zr) привела к формированию УМЗ структуры с размером зерна около 100 нм и образованию частиц вторичной η -фазы $MgZn_2$ размером до 5 нм по ГЗ. С помощью энергодисперсионного (ЭДС) картирования установлены ГЗ, содержащие сегрегации атомов Mg/Zn, при этом соотношение Zn и Mg изменяется вдоль ГЗ.

Подобные результаты получены на образцах сплавов 7475 (Al-5.7Zn-2.2Mg-1.6Cu, вес.%) и 7050 (Al-6.4Zn-1.7Mg-2.3Cu, вес.%), обработанных КВД_{КТ}, далее Al-Zn-Mg-Cu.

Результаты ДСК анализа показали, что в НС сплаве Al-Zn-Mg-Zr при увеличении числа оборотов от 1 до 10 энергия активации ($Q_{акт}$), характеризующая эндотермическую реакцию растворения, монотонно уменьшается от 108 до 50 кДж/моль. Значение $Q_{акт}$ экзотермической реакции процесса выделения также уменьшается от 49 до 26 кДж/моль. Для определения $Q_{акт}$ использовали обобщённое уравнение Киссинджера. По результатам просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и ДСК анализа предложена схема эволюции микроструктуры в сплавах Al-Zn-Mg в результате обработки КВД_{КТ} (Рисунок 6). В то время как структура остается стабильной в широком диапазоне сдвиговой деформации КВД_{КТ}, фазовый состав непрерывно изменяется: в результате

дальнейшей сдвиговой деформации образовавшиеся частицы η -фазы $MgZn_2$ фрагментируются и/или частично растворяются или сегрегируют на ГЗ.

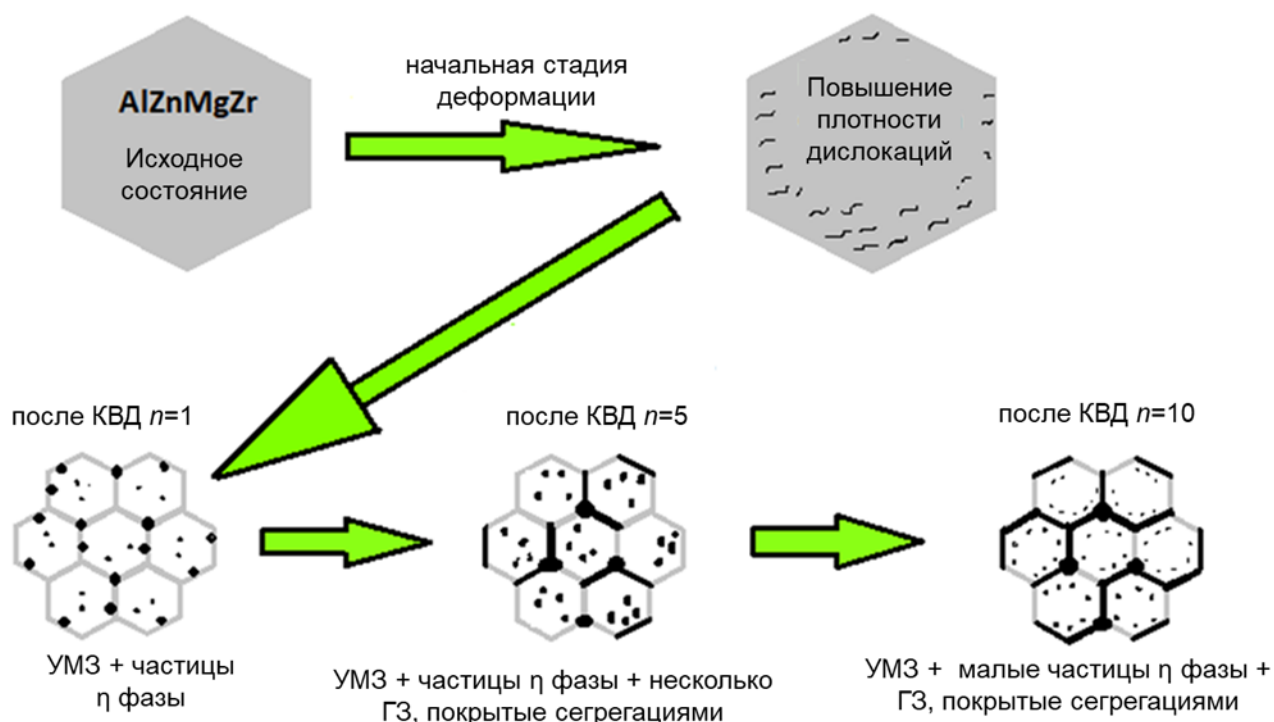


Рисунок 6 – Модель эволюции структуры в НС сплаве Al-Zn-Mg-Zr в процессе КВД, основанная на результатах ПЭМ и ДСК анализа

Для установления эффекта СП с широким набором структур высокопрочных НС сплавов Al-Zn-Mg-Zr и Al-Zn-Mg-Cu проводили механические испытания в диапазоне скоростей деформации от 10^{-2} до 10^{-4} с $^{-1}$ в диапазоне температур, соответствующих установленной термической стабильности от 120 до 200°С. Дополнительное легирование Cu или Zr сплавов системы Al-Zn-Mg не оказывает значимого влияния на температурно-скоростные условия реализации НТСП. В НС сплаве Al-Zn-Mg-Zr при 170°С и скорости деформации 5×10^{-4} с $^{-1}$ максимальная пластичность – 500 %, $m=0,37$. В НС сплавах Al-Zn-Mg-Cu при 200°С и скорости деформации 5×10^{-4} с $^{-1}$ максимальная пластичность - 700 %, $m=0,73$ (Рисунок 7).

Формирование НС состояния в сплаве Al-Zn-Mg-Cu позволило достичь микротвердости 256 ± 12 HV. Твердость после СП деформации: при 120°С, 10^{-4} с $^{-1}$ составила 230 ± 10 HV, при 170°С, 10^{-2} с $^{-1}$ – 200 ± 8 HV, при 200°С, 10^{-4} с $^{-1}$ – 160 ± 10 HV. Основной причиной такого слабо выраженного разупрочнения НС сплавов системы Al-Zn-Mg, является сохранение стабильности их структуры в процессе реализации НТСП согласно ПЭМ исследованиям. Анализ деформационного рельефа указывает на развитие полос ЗП на начальной стадии деформации и по мере приближения деформации к завершающей стадии.

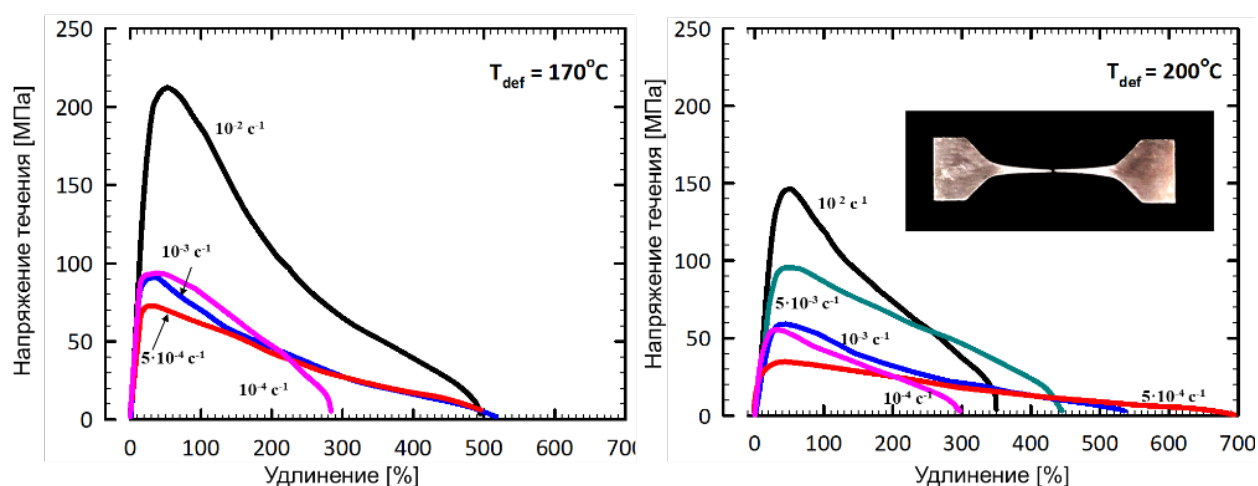


Рисунок 7 – Кривые растяжения НС сплава Al–Zn–Mg–Cu

Средний размер зерна в процессе НТСП при 170°С увеличился от 180 до 200 нм, при этом в зернах Al не наблюдаются скопления дислокаций, а равноосность зерен и однородность структуры сохраняются. Частицы η-фазы $MgZn_2$ по ГЗ и в тройном стыке сдерживают рост зерен, не препятствуя аккомодации ЗП в полосе сдвига. Малые размеры зерен – малые пути миграции ГЗ. Движущая сила для роста зерен и для аккомодационной миграции разные. В первом случае поверхностная энергия ГЗ, во втором - концентрация сдвиговых напряжений в полосе сдвига.

После СП деформации обнаружены сегрегации атомов Mg и Zn на ГЗ, при этом концентрации Zn и Mg изменяются вдоль ГЗ, есть места, где атомы Zn являются основными, есть места, где концентрация Mg выше, чем Zn (Рисунок 8).

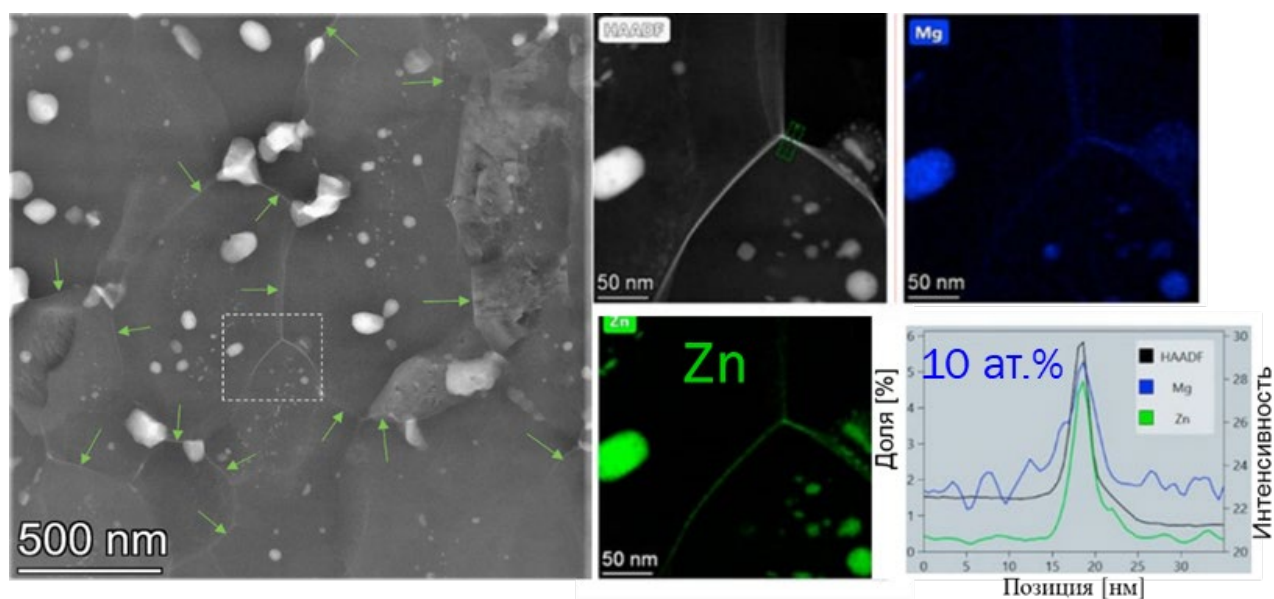


Рисунок 8 – Микроструктура сплава Al-Mg-Zn-Zr после деформации при 170°С и $5 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, демонстрирующая частицы η-фазы $MgZn_2$ и прослойки атомов Zn на ГЗ (зелеными стрелками)

Особенности сегрегации атомов Mg и Zn на ГЗ в НС сплаве Al-Mg-Zn-Zr, обработанном КВД_{КТ}, интерпретировали с помощью численных и аналитических расчетов. В численных расчетах показано, что в процессе ИПД проскальзывание по ГЗ может ослабить внешнее напряжение сдвига, образуя неоднородное поле напряжений вокруг границ зерен, по которым осуществляется проскальзывание. Гидростатическая составляющая (p) этого поля напряжений может вызывать восходящие диффузионные потоки, приводящие к местам накопления как вакансий, так и атомов Mg и Zn на ГЗ. Согласно теоретическому расчету на рисунке 9 показан пример, демонстрирующий эффект переноса к ГЗ, по которой происходит проскальзывание, как более крупных (по сравнению с атомом Al) атомов Mg, так и более мелких атомов Zn на противоположных сторонах ГЗ, что подтверждается экспериментально.

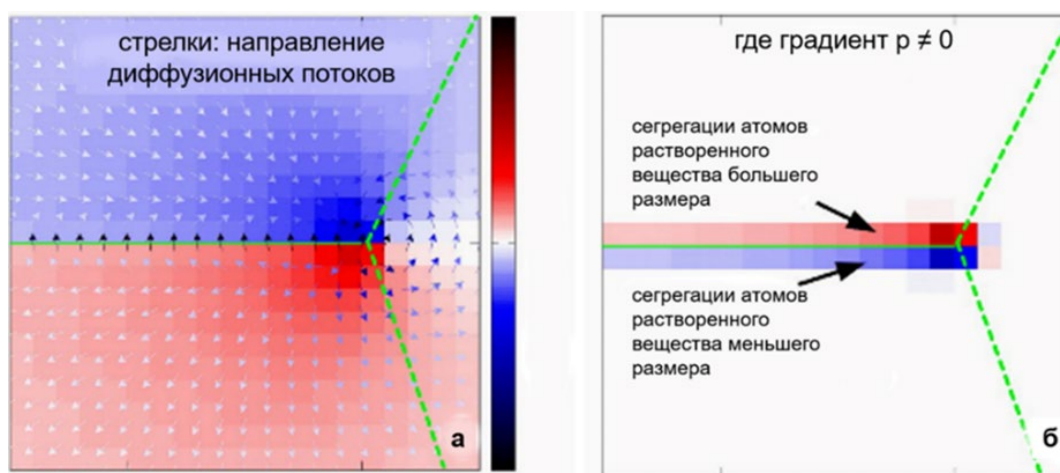


Рисунок 9 – Эффект переноса атомов Zn и Mg на ГЗ, по которой осуществляется проскальзывание: составляющая гидростатического напряжения (p) вокруг ГЗ (стрелки показывают направление диффузионных потоков) (а); сегрегации атомов меньшего размера Zn и большего размера Mg, (б). Зеленые пунктирные линии показывают ГЗ

Сегрегация атомов Zn на ГЗ – ключевой момент в реализации НТСП для НС сплавов Al–Zn–Mg. Поскольку СП основана на диффузии по ГЗ, рассчитан коэффициент зернограницной диффузии $D_{ЗГ}$ с использованием уравнения Аррениуса:

$$D_{ЗГ} = D_0 \exp(-Q_{акт}/RT),$$

где D_0 – коэффициент диффузии при бесконечной температуре, $Q_{акт}$ – энергия активации, R – газовая постоянная, T – абсолютная температура.

Для зернограницной диффузии как в чистом Al, так и в Zn значения D_0 близки и лежат между $\sim 1,3 \times 10^{-14}$ и $\sim 5 \times 10^{-14}$ м²/с согласно литературным данным. Используя из литературы $Q_{акт} = 84$ кДж/моль для зернограницной диффузии в Al при $T = 170^\circ\text{C}$, можно оценить коэффициент диффузии, $D_{ЗГ}$, между $1,60 \times 10^{-24}$ и $6,16 \times 10^{-24}$ м²/с. Применяя экспериментально определенную энергию активации 68 кДж/моль, значение $D_{ЗГ}$ определен между $1,23 \times 10^{-22}$ и $4,74 \times 10^{-22}$ м²/с при 170°C , что почти на два порядка больше вышеупомянутых значений, рассчитанных для зернограницной диффузии в Al.

Экспериментальные результаты и теоретические расчеты показали существенное различие между профилями атомов Zn и Mg по ГЗ. В то время как для Mg наблюдается относительно широкая сегрегация полушириной 5–6 нм, на ГЗ образуется гораздо более тонкий слой Zn полушириной 2–3 нм.

Таким образом, легирование цинком Al сплавов с ультрамелкими зернами приводит к образованию зернограницных прослоек атомов Zn шириной 2-3 нм, которые облегчают ЗПП и способствуют снижению температуры реализации СП. Присутствие Mg, приводит к образованию неоднородных зернограницных сегрегаций и наночастиц вторичной фазы в теле зёрен, которые ограничивают миграцию границ зёрен и подавляют внутризеренное дислокационное скольжение (ВДС), требуя, таким образом, увеличения вклада в деформацию ЗПП, для протекания которого, в свою очередь, необходимо усиление диффузионных процессов, обеспечивающих аккомодацию УМЗ структуры к ЗПП. Соответственно, температура проявления СП сдвигается в область более высоких значений (~170-200° С).

В то же время, существуют промышленные Al сплавы систем, которые не содержат Zn, как основной легирующий элемент. Интересной задачей является анализ деформационного поведения НС сплава системы Al-Mg, не содержащего Zn, как ключевого элемента в понижении температуры реализации СП. Для её решения необходимо установить роль Mg как основного легирующего элемента в Al сплавах в проявлении эффекта НТСП.

В третьей главе представлены закономерности изменения структурно-фазового состояния в результате низкотемпературной деформации и эффект высокоскоростной НТСП термически неупрочняемого сплава 1565ч (Al-5.66Mg-0.81Mn-0.67Zn-0.09Zr, вес.%) (далее Al-Mg-Mn), который не содержит Zn как основной легирующий элемент.

В результате обработки сплава Al-Mg-Mn, включающей ИПД методами КВД_{кт} или РКМП-Конформ 6 циклов при 200° С, сформированы УМЗ структуры с размером зерен 95 ± 3 нм и 200 ± 5 нм, соответственно, и регламентированным распределением наноразмерных частиц фаз Al_3Mg_2 , Al_6Mn и Al_3Zr и сегрегаций атомов Mg на ГЗ. Формирование НС состояния в сплаве Al-Mg-Mn позволило реализовать высокоскоростную НТСП: при температурах 250 и 300° С и скорости деформации 10^{-2} и $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ напряжение течения составили 25-60 МПа, удлинения 300-550 %, параметр скоростной чувствительности m составил до 0,73 (Рисунок 10).

Большинство результатов Al сплавов в НС состоянии, описанных в литературе, получены для образцов, имеющих форму диска или прутка. Однако есть промышленные приложения, ориентированные на использование листовых материалов в виде тонкой фольги. Реализация СП в фольговом материале зависит от отношения размера деформируемого тела D к размеру зерен d : при $D/d \lesssim 10$ СП исчезает из-за невозможности протекания зернограницного проскальзывания, несмотря на

сохранение требуемой мелкозернистой структуры, и температурно-скоростных условий.

Важной задачей является оценить температурно-скоростные условия реализации СП в фольговом материале с размером зерен менее 1 мкм при температуре 300°С, при которой реализуется НТСП в НС сплаве Al-Mg-Mn. Изотермическая прокатка НС образцов Al-Mg-Mn сплава (после КВД и РКМП) при 200°С с суммарной степенью обжатия 90 % привела к снижению плотности решеточных дислокаций (за счет преобразования малоугловых ГЗ (МУЗ) в высокоугловые ГЗ (ВМЗ) в результате непрерывной геометрической рекристаллизации. Размер зерен составил 200-230 нм (Рисунок 11).

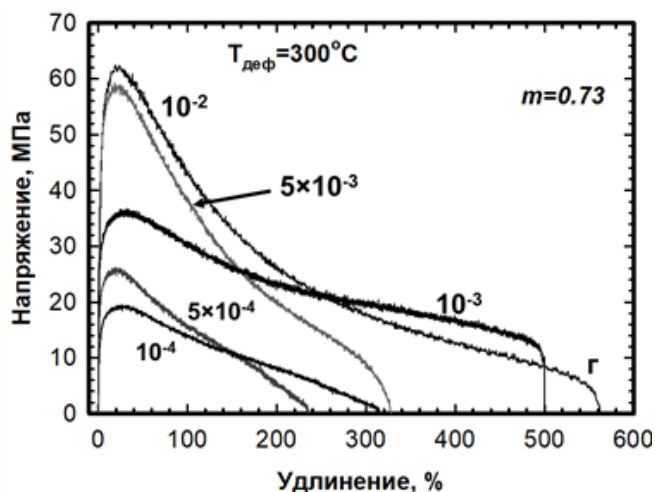


Рисунок 10 – Кривые растяжения НС сплава Al-Mg-Mn после КВД_{КТ}

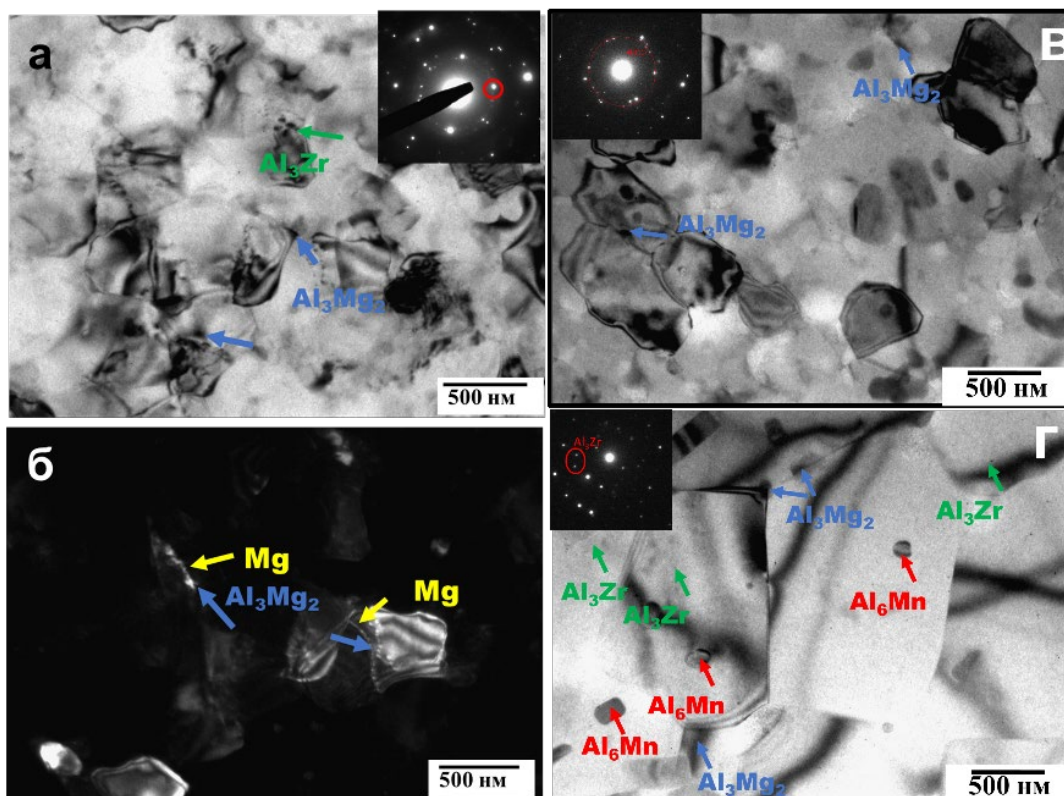


Рисунок 11 – Микроструктура сплава Al-Mg-Mn после: КВД + прокатка (а,б); СП деформации при 250°С, $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (в) СП деформации при 300°С, 10^{-2} с^{-1} (г)

Формирование такого состояния позволило сохранить в полученном фольговом материале эффект высокоскоростной НТСП. При температуре 300°C , скорости деформации 10^{-2} c^{-1} напряжение течения составили 85 МПа, удлинения – 660 %, $m=0,55$. Согласно анализу изменения параметра скоростной чувствительности, определенного переключением скоростей в процессе НТСП, установлено развитие механизма кооперированного ЗП (КЗП).

По результатам экспериментального исследования, в том числе деформационного рельефа, предложена модель трансформации тройных стыков ГЗ для осуществления ЗП (Рисунок 12): постепенного наращивания величины кооперированного сдвига с наиболее легких участков, с переходом к более трудным тройным стыкам (с учетом, что реальная величина двугранных углов в тройных стыках может варьироваться в широких пределах, в некоторых случаях приближаясь к 180°).

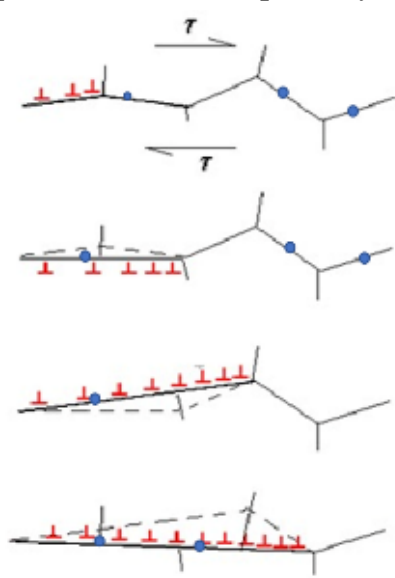


Рисунок 12 – Схема трансформации тройных стыков ГЗ: схема последовательного развития кооперированного сдвига и самоорганизации КЗП, основанная на представлении о скоплениях зернограницных дислокаций

Однородность сформированной в результате ИПД структуры и доминирование ВМЗ над ММЗ во всех случаях привело к тому, что реализация НТСП позволила сохранить высокую стабильность структуры (Рисунок 11 в,г) и свойств. Необходимо отметить положительное влияние сегрегаций атомов Mg и дисперсных частиц, которые играют двойную роль в реализации СП: находясь в теле зерен, они блокируют ВДС, оставляя приоритет за ЗП; выделяясь по ГЗ, частицы вторичной β -фазы Al_3Mg_2 и сегрегации Mg препятствуют росту зерен. Формирование НС состояния в процессе обработки КВД_{кт} позволило достичь условного предела текучести 715 ± 5 МПа, предела прочности 800 ± 6 МПа при удлинении до разрушения 1.2 ± 0.2 %. Формирование НС состояния в процессе обработки РКУП-Конформ позволило достичь условного предела текучести 400 ± 5 МПа, предела прочности 450 ± 4 МПа при удлинении до разрушения 18 ± 0.5 %. После реализации НТСП деформации удастся сохранить предел прочности на уровне 400 ± 4 МПа, значения пластичности превысили 30 %.

Таким образом, в термически неупрочняемом НС сплаве Al-Mg-Mn наблюдается проявление высокоскоростной НТСП (скорость деформации до 10^{-2} c^{-1}) при температуре 300°C , которая осуществляется путем сочетания кооперативного ЗП и ВДС, затрудненного внутризеренными наночастицами. ВДС способно обеспечить аккомодацию КЗП в тройных стыках, что маловероятно для механизма миграции ГЗ из-

за формирования неоднородных зернограницных сегрегаций и указанного сочетания скорости деформации и температуры.

Другими представителями Al сплавов, легированных Mg, и не содержащих Zn, являются широко используемые в России и за рубежом сплавы систем Al-Mg-Si, которые, как и сплавы системы Al-Cu-Mg в мелкозернистом состоянии не склонны к проявлению СП в серийных технологиях. Содержание Mg в этих сплавах не превышает 1,5 вес.%. С учётом уже полученных результатов, интересной представляется задача изучения особенностей перераспределения атомов легирующих элементов в результате наноструктурирования этих сплавов и возможности реализации СП течения.

В четвертой главе представлены исследования структурно-фазовых состояний и анализ механизма низкотемпературной деформации в термически упрочняемых сплавах 6061, Al-1.00 Mg-0.70Si-0.15Cu, вес.% (далее Al-Mg-Si-Cu) и 6060, Al-0.6Mg-0.6Si-0.5Cr (далее Al-Mg-Si) и 2024, Al-4.98Cu-1.49Mg-0.73Mn (далее Al-Cu-Mg). В сплавах Al-Mg-Si методами ИПД сформирована УМЗ структура с размером зерен 130 нм, обработанного КВД_{кт}, и с размером зерен 360 нм, обработанного РКУП_К при 100°С. Проанализирован распад твердого раствора с образованием наномасштабных частиц β'' -фазы Mg_2Si , а также сегрегации атомов Mg и Si на ГЗ. Впервые установлены признаки НТСП при температурах 150 – 250°С в НС сплавах Al-Mg-Si. Максимальные значения удлинения до разрушения (240 %) достигаются при скорости деформации 10^{-4} с^{-1} , 150°С, $m=0,32$ в НС сплаве Al-Mg-Si с размером зерен 130 нм. Анализ структуры после СП деформации при 150 и 180°С показал, что равноосная микроструктура развивается за счет образования поперечных субзеренных ГЗ (Рисунок 13), что предполагает, что произошло обширное ВДС, при этом мелкие зерна облегчают скольжение по ГЗ. Равномерное распределение наноразмерных метастабильных частиц Mg_2Si (размером 2–10 нм), а также сегрегаций Mg на ГЗ в НС сплаве Al-Mg-Si подавляют рост зерен и обеспечивают устойчивое течение в процессе СП деформации.

Полюсные фигуры (111) для НС Al-Mg-Si сплава (Рисунок 14а), демонстрируют текстуру деформации с умеренной интенсивностью максимальной плотности полюсов (текстурный индекс, обозначающий отклонение от случайной текстуры, составил 2,47). СП деформация привела к заметному рассеянию текстуры (Рисунок 14б,в), текстурный индекс снизился до 1,22 и 1,31 соответственно. Таким образом, НТСП деформация приводит к переориентации зерен в сторону случайной текстуры. Этот процесс вызван некристаллографическими режимами деформации, такими как ЗПП и вращение ГЗ.

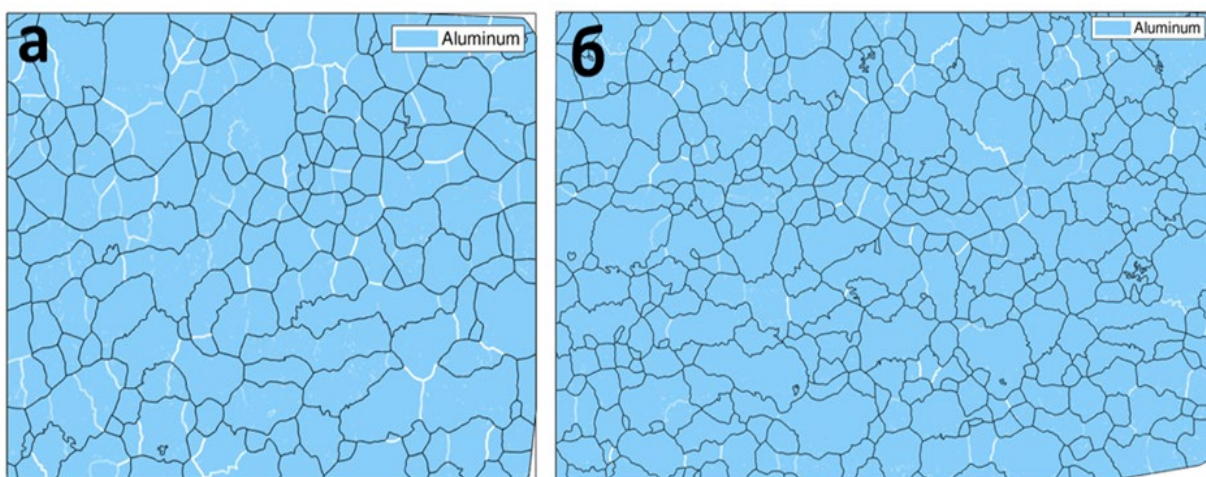


Рисунок 13 – Реконструкция ГЗ (ДОРЭ), показывающая формирование МУЗ (белые линии) в микроструктуре рабочей части образца НС сплава Al-Mg-Si после НТСП со скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при (а) 150 °С, (б) 180 °С

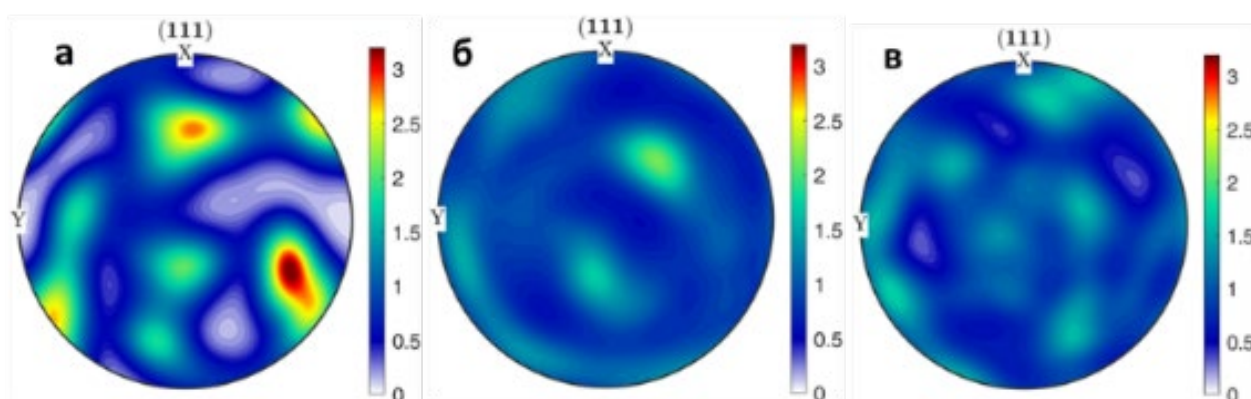


Рисунок 14 – Полусные фигуры в исходном НС состоянии сплава Al-Mg-Si (а); после НТСП: при 150 °С (б); при 180 °С (в)

Еще одним из наиболее востребованных сплавов на основе Al конструкционного назначения являются сплавы системы Al-Cu-Mg. Для минимизации параметров, влияющих на процессы фазового превращения в процессе формирования УМЗ структуры, в начале проведено систематическое исследование на наномасштабном уровне эволюции структуры в процессе ИПД на примере модельного сплава Al-Cu.

Модельный сплав Al-1,6Cu (вес%) обработан КВД_{КТ} с разной степенью сдвиговой деформации от 0.5 до 10 оборотов. Распад твердого раствора приближается к завершению при достижении сдвиговой деформации ~ 5 оборотов с образованием частиц θ и θ' фазы CuAl_2 размером 40–70 нм по ГЗ, а затем фрагментируются и закрепляют ГЗ Al. С помощью СПЭМ и ЭДС установлено, что помимо частиц, многие ГЗ локально обогащаются Cu толщиной около 1 нм (Рисунок 15).

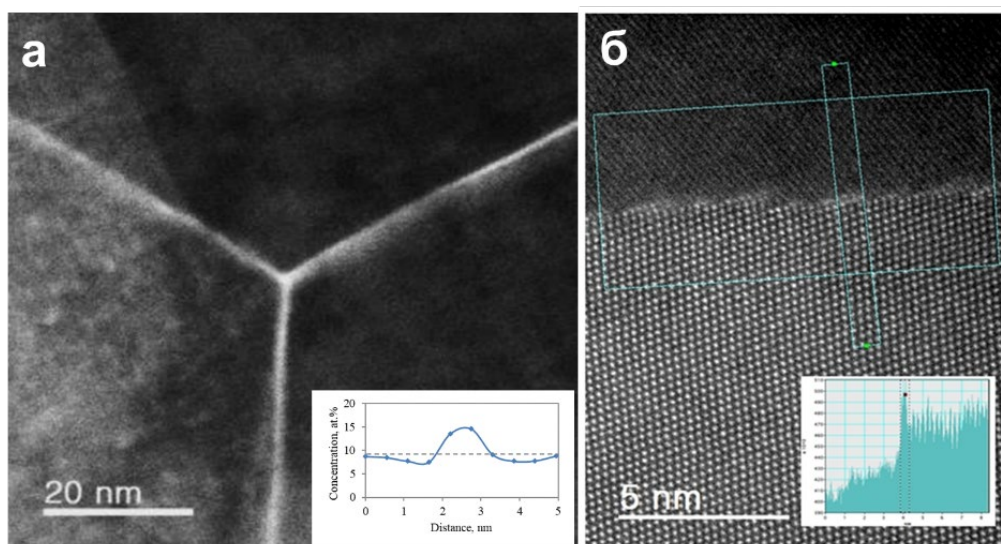


Рисунок 15 – Тройной стык и сегрегация атомов Cu на ГЗ после деформации $n=0.5$ (СПЭМ) с анализом профиля линии ЭДС через ГЗ, показывающий локальное обогащение атомами Cu (а); изображение высокого разрешения ГЗ в НС сплаве Al-Cu в оси зоны $\langle 110 \rangle$ (внизу). Профиль интенсивности, рассчитанный по ГЗ (вставка), показывает сегрегацию атомов Cu толщиной около 0,4 нм (б)

При исследовании особенностей формирования УМЗ структуры Al-Cu сплава установлено, что выделения Cu наблюдались исключительно вдоль ГЗ и в тройных стыках, которые действуют как центры зародышеобразования, а поскольку ГЗ являются быстрыми путями для диффузии, они способствуют росту зародившихся частиц. Оценено участие вакансий, дислокаций и ГЗ в ускоренном распаде твердого раствора Al-Cu при КТ. В работе оценен вклад вакансий, дислокаций и движущиеся границы в быстрый распад твердого раствора с образованием θ и θ' фазы CuAl_2 . Вакансии и дислокации, вызванные деформацией при КТ, способствуют ускоренной диффузии Cu, но не являются основным механизмом, приводящим к быстрому распаду твердого раствора в процессе КВД.

Результаты исследований способствуют анализу механического поведения промышленных высокопрочных сплавов системы Al-Cu-Mg, с основным легирующим элементом Cu. В результате обработки КВД_{КТ} получено НС состояние сплава Al-Cu-Mg со средним размером зерна 100 ± 7 нм, коэффициент формы зерен $K_f = 1,2$. В теле зерен Al обнаружены единичные глобулярные частицы размером до 5 нм, частицы относятся к θ -фазе CuAl_2 и S-фазе Al_2CuMg , а также сегрегации атомов Cu на ГЗ. Формирование такого состояния позволило достичь условного предела текучести 828 ± 9 МПа, предела прочности 871 ± 6 МПа, пластичность $7.2 \pm 0,2$ %. Значительных изменений структуры и свойств в процессе отжига НС сплава Al-Cu-Mg не обнаружено вплоть до 270°C , кроме того, формирование НС состояния позволило достичь эффекта НТСП (Рисунок 16).

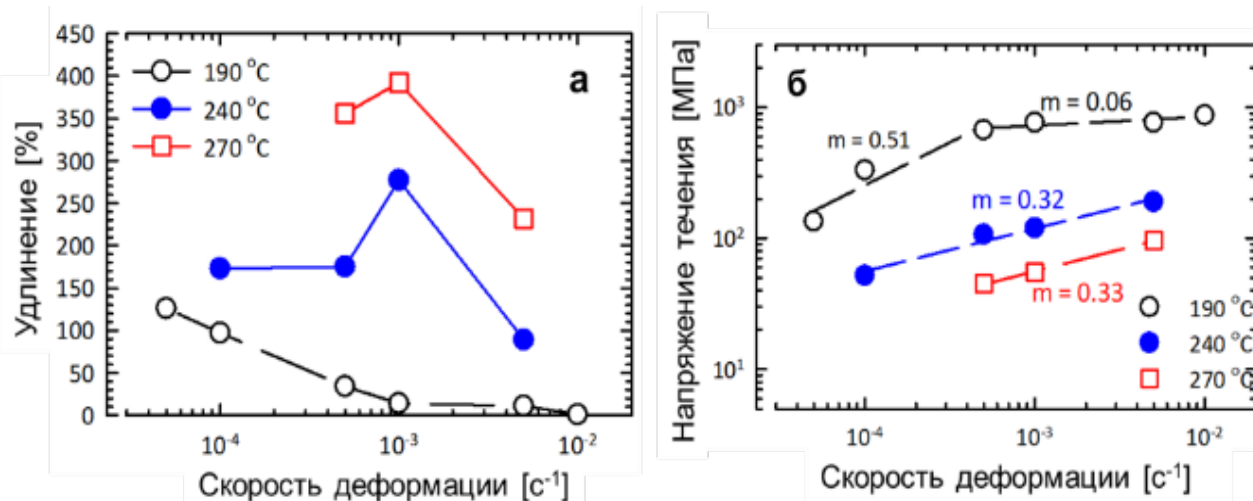


Рисунок 16 – Зависимость удлинения (а) и напряжения течения (б) от скорости деформации НС сплава Al-Cu-Mg

Интересные результаты получены при температуре 190 °С, максимальные удлинения составили 130 %, но при этом при переходе в область низких скоростей происходит резкое падение напряжения течения в 2-3 раза, $m=0,51$. В результате испытаний при температуре 240 °С максимальные удлинения 280 % достигнуты при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , параметр m составил 0,32. Повышение температуры испытаний до 270 °С привело к достижению максимальных удлинений 350-400 % достигнуты при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , параметр $m=0,33$.

Анализ деформационного рельефа после НТСП при температурах 190 и 240 °С установил, что по мере развития деформации усиливается участие ЗП, активно формируются полосы КЗП. Пор на поверхности образцов не обнаружено. Установлено положительное влияние зернограницных сегрегаций Cu и дисперсных частиц второй фазы $S'(Al_2CuMg)$ и $\theta(CuAl_2)$ размером до 20 нм, которые играют двойную роль, как и в Al-Mg-Mn сплаве в реализации эффекта НТСП (Рисунок 17): образуясь в теле зерен, они блокируют ВДС, оставляя приоритет за ЗП; выделяясь по ГЗ, частицы и сегрегации Cu препятствуют росту зерен. После НТСП размер зерен не превышает 1 мкм, также установлен продолжающийся распад твердого раствора в процессе СП деформации, который более выражен при температуре 270 °С.

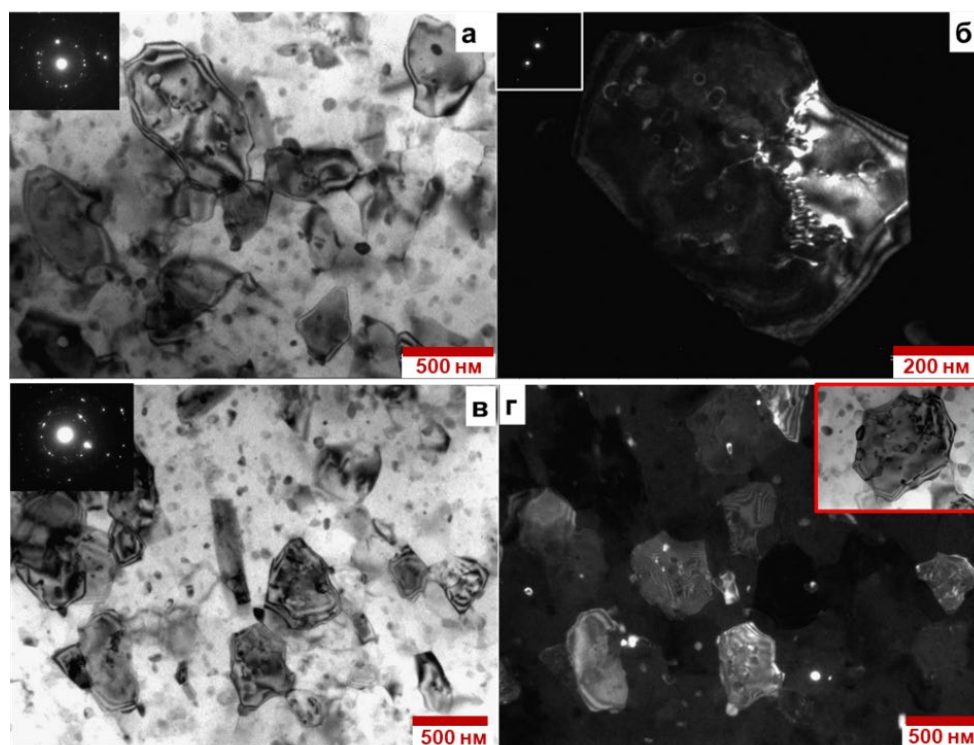


Рисунок 17 – Микроструктура НС сплава Al-Cu-Mg после СП деформации при: 240° С (а,б); 270° С (в,г)

Таким образом в исследуемых НС Al сплавах формируется специфическое распределение легирующих элементов в виде ультрадисперсных вторичных фаз и сегрегаций атомов легирующих элементов, либо прослоек на ГЗ, что приводит к уникальному комплексу свойств, одновременно повышается прочность и реализуется СП. Обнаруженные особенности механического поведения НС сплавов открывают новые возможности для создания перспективных технологий получения конструкционных материалов с минимальной деградацией структуры и свойств в процессе изготовления полуфабрикатов или изделий сложной формы.

В пятой главе обобщены результаты исследований. Как уже установлено во многих работах основным механизмом СП деформации является ЗП, для которого необходимо обеспечить условия одновременной реализации сдвигов по ГЗ и аккомодацию сдвигов в тройных стыках зерен. Для эффективной аккомодации ЗП в тройных стыках зерен необходимы малые размеры зерен, а условием развития собственного ЗП является возможность поддержания при деформации неравновесного состояния границ зерен. В более ранних работах В.Н. Перевезенцевым и В.Н. Чувильдеевым описано реологическое уравнение ЗП, которое предсказывает вклад размера и ширины границы зерна в напряжение течения, $\sigma_{ЗП}$, через соотношение:

$$\sigma_{ЗП} = \sqrt{\frac{3GkT}{2db^2} \ln \left(\frac{\epsilon d^3}{10\delta D_{ГЗ}} + 1 \right)}$$

где G – модуль сдвига, k – постоянная Больцмана, T – абсолютная температура, d

– размер зерна, b – вектор Бюргерса, $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации, δ – ширина ГЗ и D_z – коэффициент зернограницной диффузии.

Уменьшение размера зерен до 100-700 нм в исследуемых НС сплавах и наличие наноразмерных частиц вторичных фаз, прослоек и сегрегаций атомов легирующих элементов на ГЗ позволило значительно снизить температуру реализации СП (Рисунок 18).

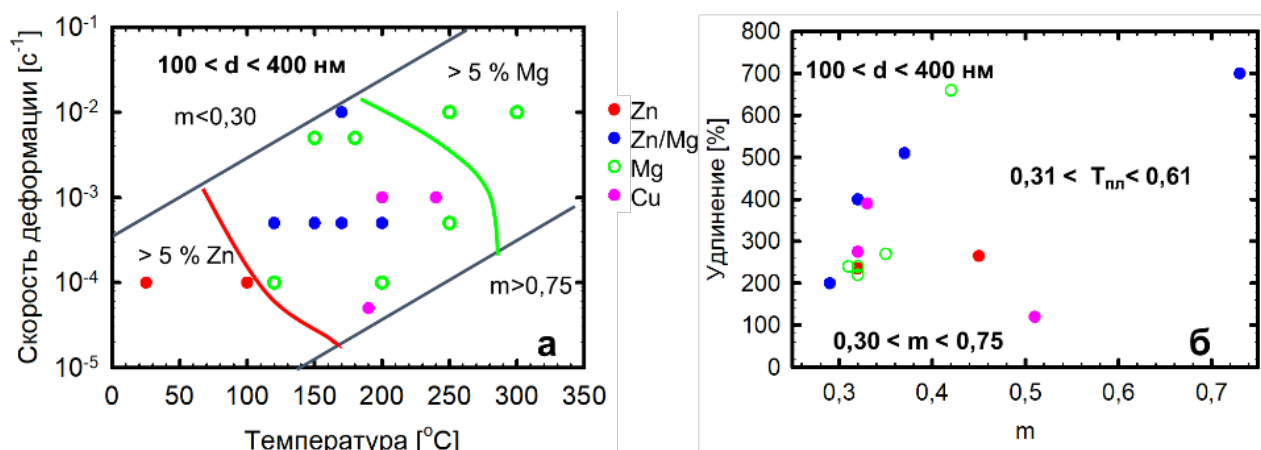


Рисунок 18 – Карта температурно-скоростных условий реализации НТСП НС сплавов систем Al-Zn, Al-Zn-Mg-Zr, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg

Определена роль легирующих элементов в проявлении НТСП: легирование Zn приводит к образованию нанослоев шириной 2-3 нм вдоль ГЗ, которые облегчают ЗПИ и способствуют развороту Al зерен. С увеличением содержания Zn (до 30 %) снижается температурный диапазон вплоть до КТ реализации эффекта СП. Легирование Mg, Si и Cu приводит к образованию неоднородной сегрегации шириной до 5-6 нм, которые закрепляют границы Al зерен и затрудняют их миграцию в процессе низкотемпературной деформации. При этом образованные наноразмерные частицы вторичных фаз подавляют ВДС. Иное влияние оказывает увеличение концентрации Mg (до 5-6 %), которое способствует проявлению высокоскоростной НТСП до 10^{-2} с $^{-1}$, при этом температурный диапазон сдвигается до 300° С.

Оптимальными температурно-скоростными условиям проявления низкотемпературной СП модельного НС сплава Al-30Zn с размером зерен 350 ± 5 нм являются – КТ и скорость деформации 10^{-4} с $^{-1}$; НС сплавов системы Al-Zn-Mg с размером зерен 100-180 нм является температура 170° С и скорость деформации 10^{-3} с $^{-1}$, при этом, рекордное общее удлинение 700 % при 200° С НС сплава Al-Mg-Mn с размером зерен 200 ± 5 нм – 300° С и скорость деформации 10^{-2} с $^{-1}$ рекордное общее удлинение 660 % (как в объемном, так и в фольговом материале); НС сплав Al-Cu-Mn проявил СП при 270° С, скорости деформации 10^{-3} с $^{-1}$ и удлинение составило 390 %.

После анализа СП поведения экспериментальных НС образцов сплавов систем Al-Zn, Al-Zn-Mg-Zr, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si в условиях одноосного растяжения, весьма важно оценить

потенциальную возможность получения из них изделий методами, когда материалы деформируются по сложной траектории.

Моделирование методом конечных элементов (МКЭ) процесса вытяжки проводили с использованием программного комплекса «Деформ». Ввиду симметрии модель разбита на ячейки 0,03 мм с выдвиганием переднего фронта для математического описания течения материала. Для математического моделирования процесса вытяжки методом конечных элементов в качестве входных данных использованы истинные кривые напряжения-деформации, записанные в режиме СП при одноосном растяжении согласно гипотезе единой кривой

Моделирование испытания на вытяжку осуществляли при скоростях деформации 10^{-3} и 10^{-2} с⁻¹ и температурах 120 и 150° С, при которых НС сплавы системы Al-Zn-Mg достигли повышенных значений пластичности. Известно, что наиболее опасной и напряженной является первая стадия вытяжки. Результаты моделирования показывают, что в условиях многоосного нагружения в режиме НТСП НС сплава Al-Zn-Mg-Zr максимальные эквивалентные напряжения возникают на стадии деформации 60-70 % и не превосходят значения напряжения при одноосном растяжении (Рисунок 19).

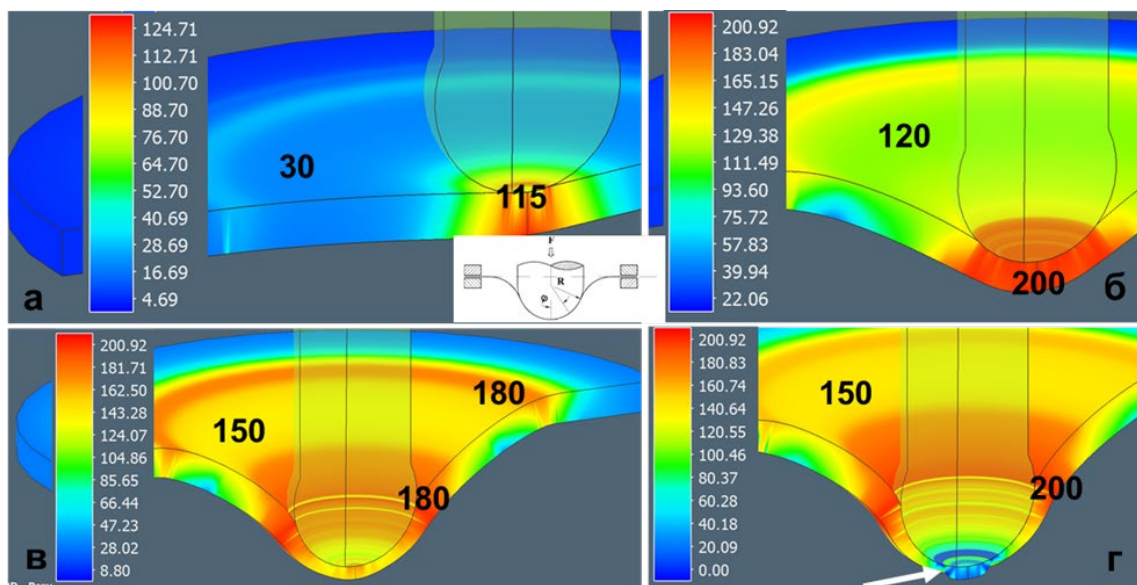


Рисунок 19 – Распределение интенсивности эквивалентных напряжений: при деформации вытяжкой при температурно-скоростных условиях 150° С, 10^{-2} с⁻¹: начало деформации (а); 40 % деформации (б); 90 % деформации (в); образование первой трещины (белая стрелка) (г). Вставка на (а) схема нагружения

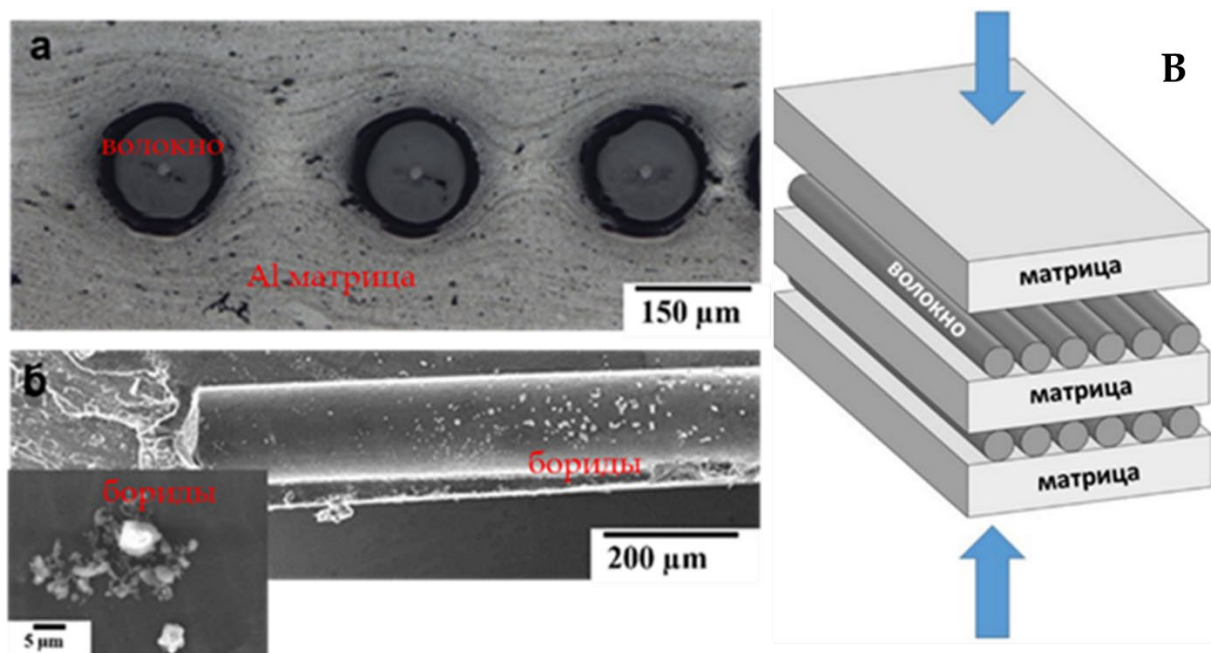
По результатам численного моделирования и эксперимента определены параметры многоосного растяжения образцов из НС сплава Al-Zn-Mg: минимальное значение нагрузки F_{\max} (около 300 Н) и максимальная истинная эквивалентная деформация (менее 2) при температуре деформации 150° С и скорости деформации

10^{-3} с^{-1} ; разрушение образцов может происходить при достижении величины истинной эквивалентной деформации более 2,75. Результаты подтверждены экспериментальными испытаниями по методу Эриксона НС сплавов Al-Zn, Al-Zn-Mg и Al-Mg-Si.

Одним из направлений в авиационной промышленности является применение в конструкциях перспективной техники ММК, армированных непрерывными высокомодульными высокопрочными волокнами бора или карбида кремния диаметром 120-200 мкм. Одним из наиболее перспективных методов получения композитов, упрочненных непрерывными волокнами бора или карбида кремния, признано горячее изостатическое прессование в режиме сверхпластичности матричного материала из Al, Mg и Ti сплавов. Для развития получения ММК композитов необходимо снизить размер зерен до НС состояния для реализации эффекта СП в фольге матричного материала. Для получения в композите объемной доли волокон ($\varnothing 140 \text{ мкм}$) 40 %, моделированием определено оптимальное расстояние между волокнами - 20 мкм, что при размере зерна 5-10 мкм материала матрицы делает невозможной реализацию СП в процессе компактирования. Для решения поставленных задач в качестве фольговой матрицы выбран НС сплав Al-Mg-Mn с размером зерен 200 нм.

Моделирование процесса прессования пакета из чередующихся слоев фольга-волокно проводили с использованием программного комплекса «Деформ». Ввиду симметрии образца матрица МКМ модель размером $5 \times 5 \text{ мм}$ разбита на ячейки 0,02 мм с выдвиганием переднего фронта для математического описания течения материала матрицы в межволоконное пространство. Моделирование установило практические параметры уплотнения ММК. С учетом реологические характеристики НС сплава оценены эквивалентные напряжения, накопленная пластическая деформация и контактное давление. В задачи прессования ММК, кроме заполнения пространства, входит создание прочной металлической связи матричных слоев в промежутках между волокнами, а также формирование ультрадисперсных продуктов реакции (боридов) на границе матрица-волокно, обеспечивающих необходимую связь компонентов композита. В решении этих задач важную роль играет плотная оксидная пленка, присутствующая на поверхности алюминия, которую необходимо разрушить пластической деформацией. Моделирование показало, что наиболее интенсивная деформация (до 1,25) происходит как раз у границы с волокном. Большинство высокопрочных в продольном направлении волокон оказываются уязвимыми со стороны поперечных нагрузок. Эквивалентные напряжения в волокне бора приобретают максимальное значение на стадии 50 % прессования, но в этом случае преобладает схема всестороннего сжатия, не угрожающая разрушением волокнам при температуре 300°C . По результатам моделирования изготовлен образец ММК с НС матрицей из Al сплава (Рисунок 20), армированной непрерывным высокопрочным волокном, при температуре 300°C , что на 220°C ниже известной технологии, осуществляемой в

компании Specialty Materials, Лоуэлл, Массачусетс. Результаты подтверждены получением композита и с Ti матрицей в условиях НТСП.



17

Рисунок 20 – Микроструктура композита с НС матрицей (прессование при 300° С): общий вид в поперечном направлении образцов (а), схема укладки композита (б)

Основные результаты и выводы по работе

В результате выполненных исследований выявлены ключевые наномасштабные параметры УМЗ структур сплавов систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si и Al-Cu, Al-Cu-Mg. На основе полученных результатов показано, что формирование НС состояния с регламентированным распределением вторых/вторичных фаз и наличия прослоек или сегрегаций атомов легирующих элементов на ГЗ шириной до 5 нм раздвигает температурно-скоростной диапазон протекания НТСП.

1. Выявлены особенности структурно-фазовых превращений на атомном уровне в НС сплавах Al-Zn, а именно, распада твёрдого раствора с образованием прослоек Zn шириной 2-3 нм на ГЗ и частиц фазы Zn в теле зерен и в тройных стыках. Предложена феноменологические схемы, демонстрирующие последовательность структурно-фазовых превращений в НС сплавах Al-Zn в процессе ИПД. Установлены особенности механизма НТСП в НС сплаве Al-30Zn при КТ, а именно, сочетания ЗП и вращения зерен, поддерживаемые непрерывным сегрегированием атомов Zn на ГЗ в процессе деформации за счет деформационно-стимулированной диффузии.

2. Выявлены особенности распада пересыщенного твердого раствора высокопрочного НС сплава Al-Zn-Mg-Zr с образованием частиц η и η' фазы $MgZn_2$ в теле и по ГЗ, неоднородных зернограницных сегрегаций Mg и прослоек атомов Zn на ГЗ.

Представлена феноменологическая схема эволюции структурно-фазовых превращений НС сплава Al-Zn-Mg-Zr, демонстрирующая выделение, растворение и фрагментацию частиц η и/или η' фазы $MgZn_2$ в процессе КВД_{кт}. Установлен эффект НТСП в НС сплавах Al-Mg-Zn и Al-Zn-Mg-Zr в диапазоне температур 120..200°С. При температуре 170°С максимальные удлинения достигли значений 500% при скорости деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, при температуре 200°С максимальные удлинения достигли значений 700 % при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Установлены особенности НТСП в НС сплавах системы Al-Zn-Mg, которая осуществляется за счет ЗПП, поддерживаемого прослойками атомов Zn, при этом неоднородные зернограницные сегрегации Mg и наночастиц вторичных фаз в теле зёрен ограничивают миграцию ГЗ и подавляют ВДС.

3. В термически неупрочняемом НС сплаве Al-Mg-Mn, обработанном ИПД и последующей изотермической прокаткой (НС фольговый материал), установлен эффект высокоскоростной НТСП в диапазоне температур 250-300°С. При температуре 300°С и скорости деформации 10^{-2} с^{-1} удлинения до разрушения составили 660 %. Высокоскоростная НТСП осуществляется путем сочетания кооперативного ЗПП и ВДС. Определена роль наноразмерных частиц вторичных фаз Al_3Mg_2 , Al_6Mn и Al_3Zr и сегрегаций атомов Mg на ГЗ в реализации НТСП, которые в процессе деформации подавляют миграцию ГЗ и ВДС, тем самым повышают устойчивость НС состояния к укрупнению зерен.

4. Формирование УМЗ структуры в сплаве Al-Mg-Si в сочетании с наноразмерными частицами Mg_2Si в теле и сегрегацией атомов Mg и Si на ГЗ позволило достичь высокой прочности $530 \pm 5 \text{ МПа}$. Впервые установлен эффект НТСП при температурах 150 и 250°С в НС сплавах Al-Mg-Si. Равномерное распределение наноразмерных метастабильных частиц Mg_2Si (размером 2–10 нм), а также сегрегаций Mg на ГЗ в НС сплаве Al-Mg-Si подавляют рост зерен и обеспечивают устойчивое течение в процессе СП деформации.

5. На примере сплава Al-Cu в процессе ИПД показана кинетика распада пересыщенного твердого раствора с образованием частиц θ и θ' фазы $CuAl_2$ и сегрегаций атомов Cu на ГЗ. В процессе деформации частицы фрагментируются и закрепляют ГЗ. Формирование НС состояния в сплаве Al-Cu-Mg с размером зерна $100 \pm 7 \text{ нм}$ в сочетании с наномасштабными выделениями частиц вторичных фаз $S' (Al_2CuMg)$, θ и $\theta' (CuAl_2)$ и сегрегацией атомов Cu на ГЗ обеспечило достижение высокой прочности $828 \pm 9 \text{ МПа}$. Установлено, что сформированное структурно-фазовое состояние в НС сплаве позволило реализовать эффект НТСП, основным механизмом которого является ЗПП, а наномасштабные выделения частиц вторичных фаз $S' (Al_2CuMg)$, θ и $\theta' (CuAl_2)$ и сегрегацией атомов Cu на ГЗ играют ключевую роль в подавлении роста зерен и обеспечении устойчивого течения в процессе СП деформации. При температуре деформации 270°С и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , достигнутые удлинения составили 400 %, $m=0,33$.

6. Проанализированы условия и критерии проявления НТСП и/или признаков НТСП НС сплавов систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Zn-Mg-Cu, Al-Mg-Mn, Al-Cu-Mg и Al-Mg-Si. Определена роль легирующих элементов в проявлении НТСП. Легирование цинком Al сплавов с ультрамелкими зёрнами приводит к образованию прослоек шириной 2-3 нм атомов Zn на ГЗ, что облегчают ЗПП и способствуют развороту Al зерен за счёт благоприятных для скольжения плоскостей Zn фазы вдоль ГЗ. С увеличением содержания Zn (до 30 %) снижается температурный диапазон вплоть до комнатной реализации эффекта СП. Присутствие других легирующих элементов, таких как Mg приводит, к образованию неоднородных сегрегаций на ГЗ и наночастиц вторичной фазы в теле зёрен, которые ограничивают миграцию ГЗ и подавляют ВДС, таким образом, усиливая роль ЗПП, требующего усиления диффузионных процессов, обеспечивающих аккомодацию УМЗ структуры к протеканию ЗПП. Показано, что проявление НТСП в исследуемых НС сплавах позволила сохранить высокопрочное состояние после ее реализации.

7. На основе моделирования методом конечных элементов и физического эксперимента установлены режимы формирования ММК из НС из сплава Al-Mg-Mn, армированного волокном бора, в условиях НТСП при температуре 300°С. На основе моделирования методом конечных элементов и физического эксперимента установлены режимы формирования изделий сложной формы в условиях многоосного нагружения в режиме НТСП НС сплава Al-Zn-Mg-Zr, а именно, при температуре 120°С и скорости деформации $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации

Публикации в отечественных журналах из перечня изданий ВАК:

1. **Мурашкин, М.Ю.** Особенности структуры и механические свойства алюминиевого сплава 6061, подвергнутого обработке равноканальным угловым прессованием в параллельных каналах / М.Ю. Мурашкин, Е.В. Бобрук, А.Р. Кильмаметов, Р.З. Валиев // Физика металлов и металловедение. – 2009. – Т. 108, № 4. – С. 439-447. **К1**
2. **Боткин, А.В.** Интенсивная пластическая деформация цилиндрической металлической заготовки выдавливанием, совмещенным с равноканальным угловым прессованием в параллельных каналах / А.В. Боткин, Р.З. Валиев, М.Ю. Мурашкин, Г.И. Рааб, Е.В. Бобрук, А.И. Назмиев, А.А. Зеленцов // Кузнечно-штамповочное производство, обработка металлов давлением. – 2010. – Т.10. – С. 36-42. **К2, 2.6.6**
3. **Бобрук, Е.В.** Влияние ИПД и искусственного старения на структуру и свойства сплава АД31 / Е.В. Бобрук, В.У. Казыханов, М.Ю. Мурашкин // Научное обозрение. – 2012. – Т. 5. – С. 27-32. **К3**
4. **Фахретдинова, Э.И.** Структура и свойства алюминиевого сплава системы Al-Mg-Si после обработки методом Мульти-РКУП-Конформ / Э.И. Фахретдинова, Е.В. Бобрук, Г.Ю. Сагитова, Г.И. Рааб // Письма о Материалах. – 2015. – Т. 5, № 2. – С. 202-206. **К1, 2.6.6.**

5. **Мурашкин, М.Ю.** Усталостная прочность алюминиевого сплава 6061 с ультрамелкозернистой структурой, сформированной интенсивной пластической деформацией кручением / М.Ю. Мурашкин, Е.В. Бобрук, Д.В. Просвирин, И.А. Овидько, В.Ф. Терентьев, С.В. Добаткин, Р.З. Валиев // Деформация и разрушение материалов. – 2015. – Т. 4. – С. 17-24.
 6. **Паитова, О.В.** Оптимизация структуры и свойств алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg / О.В. Паитова, Е.В. Бобрук, М.А. Скотникова // Известия высших учебных заведений. Приборостроение. – 2020. – Т. 63, № 5. – С. 476-482. *K1*
 7. **Паитова, О. В.** Влияние интенсивной пластической деформации на структуру и свойства алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg / О.В. Паитова, Е.В. Бобрук, С.А. Шашерина, М.А. Скотникова // Известия высших учебных заведений. Приборостроение. – 2020. – Т. 63, № 6. – С. 569-576. *K1*
 8. **Бобрук, Е.В.** Проявление сверхпластичности при пониженных температурах сплава 1565с системы Al-Mg в ультрамелкозернистом и наноструктурном состояниях / Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов, В.В. Астанин, Н.Г. Зарипов, В.У. Казыханов, А.М. Дриц, М.Ю. Мурашкин, Н.А. Еникеев // Физика металлов и металловедение. – 2023. – Т. 124, № 8. – С. 771-782. *K1*
 9. **Astanin, V.V.** High strain-rate superplasticity of ultra fine-grained Al-Mg-Mn-Zn-Zr alloy / V.V. Astanin, E.V. Bobruk, I.A. Ramazanov, M.M. Abramova, N.G. Zaripov, N.A. Enikeev // Letters on Materials. – 2023. – Т. 13. № 4 (52). – С. 408-413. *K1, 2.6.6.*
 10. **Бобрук, Е.В.** Эволюция микроструктуры и механические свойства металломатричного композита Al-B с ультрамелкозернистой алюминиевой матрицей / Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов, В.В. Астанин // Физическая мезомеханика. – 2024. – Т.27. № 4. – С.22-33. *K1*
 11. **Бобрук, Е.В.** Формирование сверхпластичной наноструктурной алюминиевой матрицы для металломатричного композита, армированного непрерывными волокнами / Е.В. Бобрук, М.Е. Климов, В.В. Астанин // Materials. Technologies. Design. – 2024. – Т. 6. № 2 (17). – С. 26-37. *K3, 2.6.6.*
 12. **Бобрук, Е.В.** Реализация эффекта низкотемпературной сверхпластичности в Ультрамелкозернистом сплаве Al-Zn-Mg-Cu в условиях многоосной деформации/ Е.В. Бобрук, М.Е. Климов // Наноиндустрия. – 2025. – Т. 18. № 5. – С. 296–306. *K2, 2.6.6.*
 13. **Бобрук, Е.В.** Проявление низкотемпературной сверхпластичности в наноструктурированных алюминиевых сплавах/ Е.В. Бобрук // Наноиндустрия. – 2025. – Т. 18. № 5. – С. 308–318. *K2, 2.6.6.*
- Публикации в изданиях, входящих в базы Scopus и Web of science:*
14. **Valiev, R.** Grain refinement and mechanical behavior of the al alloy, subjected to the new SPD technique / R. Valiev, M. Murashkin, E. Bobruk, G. Raab // Materials Transactions. – 2009. – V. 50, 1. – P. 87-91. *SJR (2009) Q1*
 15. **Sabirov, I.** Application of equal channel angular pressing with parallel channels for grain

- refinement in aluminum alloys and its effect on deformation behaviour / I. Sabirov, M.T. Perez-Prado, M. Murashkin, J.M. Molina-Aldareguia, E.V. Bobruk, N.F. Yunusova, R.Z. Valiev // International Journal of Material Forming. – 2010. – V. 3, 1. – P. 411–414. *SJR (2010) Q2*
16. **Moreno-Valle, E.** Effect of the grain refinement via severe plastic deformation on strength properties and deformation behavior of an Al6061 alloy at room and cryogenic temperatures / E. Moreno-Valle, I. Sabirov, M.T. Perez-Prado, M.Yu. Murashkin, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev // Materials Letters. – 2011. – V.65, 19-20. – P. 2917-2919. *SJR (2010) Q1*
17. **Bobruk, E.V.** Aging behavior and properties of ultrafine-grained aluminum alloys of Al-Mg-Si system / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // Reviews on advanced materials science. – 2012. – V.31, 2. – P. 109-115. *SJR (2012) Q2*
18. **Murashkin, M.** Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultra-fine grained Al alloy processed via ECAP-PC / M. Murashkin, I. Sabirov, V. Kazykhanov, E. Bobruk, A. Dubravina, R.Z. Valiev // Journal of Materials Science. – 2013. – V. 48, 13. – P. 4501–4509. *SJR (2013) Q1*
19. **Sauvage, X** Ultrafine grained structures resulting from SPD-induced 3 phase transformation in Al–Zn alloys / X Sauvage, M.Yu. Murashkin, B.B. Straumal, E. Bobruk, R.Z. Valiev // Advanced Engineering Materials. – 2015. – V. 17,12. – P. 1821-1827. *SJR (2015) Q1*
20. **Bobruk, E.V.** Enhanced strengthening in ultrafine-grained Al-Mg-Si alloys produced via ECAP with parallel channels / E.V. Bobruk, V.U. Kazykhanov, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev // Advanced engineering materials. – 2015. – V.17, 12. – P. 1733–1737. *SJR (2015) Q1*
21. **Sauvage, X** Optimization of electrical conductivity and strength combination by structure design at the nanoscale in Al-Mg-Si alloys / X Sauvage, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, Y. Nasedkina, N.A. Enikeev, R.Z. Valiev // Acta Materialia. – 2015. – V. 98, 12288. – P. 355–366. *SJR (2015) Q1*
22. **Bobruk, E.V.** Mechanical behavior of ultrafine-grained Al–5Zn, Al–10Zn, Al–30Zn alloys / E.V. Bobruk, X Sauvage, N.A. Enikeev, B.B. Straumal, R.Z. Valiev // Reviews on advanced materials science. – 2015. – V. 43, (1/2). – P. 45-51. *SJR (2015) Q2*
23. **Chinh, N.Q.** Influence of Zn content on the microstructure and mechanical performance of ultrafine-grained Al–Zn alloys processed by high-pressure torsion / N.Q. Chinh, P. Jenei, J. Gubicza, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev, T.G. Langdon // Materials Letters. – 2017. – V. 186. – P. 334-337. *SJR (2017) Q1*
24. **Nasedkina, Y.** Mechanisms of precipitation induced by large strains in the Al-Cu system / Y. Nasedkina, X Sauvage, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev, N.A. Enikeev // Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – V. 710. – P. 736-747. *SJR (2017) Q1*
25. **Bobruk, E.V.** Tuning the structure and the mechanical properties of ultrafine grain Al–Zn alloys by short time annealing / E.V. Bobruk, X Sauvage, A. Zakirov, N.A. Enikeev // Reviews on Advanced Materials Science. – 2018. – V. 55, 1/2. 61-68. (*SJR Q2*)
26. **Bobruk, E.V.** The effect of ultrafine-grained structure of Al-30Zn on the shape forming

- ability at sheet metal forming / E.V. Bobruk, D.G. Tyulenev, O.V. Golubev, M.Yu. Murashkin // Defect and Diffusion Forum. – 2018. – V. 385. – P. 228-233. *SJR (2018) Q3*
27. **Bobruk, E.V.** Superplastic behaviour at lower temperatures of high-strength ultrafine-grained Al alloy 7475 / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // Advanced engineering materials. – 2019. – V.21 (1). – #1800094. *SJR (2019) Q1*
28. **Paitova, O.** Improving the properties of aluminum alloy system Al-Cu-Mg, subjected to hardening and severe plastic deformation / O. Paitova, E. Bobruk, M. Skotnikova, W. Jiangyu // Key Engineering Materials. – 2019. – V. 822. – P. 101-108. *SJR (2019) Q4*
29. **Paitova, O.** Effect of Severe Plastic Deformation on the Structure and Properties of the Aluminum Alloy System Al-Cu-Mg / O. Paitova, E. Bobruk, S. Shasherina, Z. Bufan // Key Engineering Materials. – 2019. – V. 822. – P. 94-100. *SJR (2019) Q4*
30. **Bobruk, E.V.** The effect of ultrafine-grained states on superplastic behavior of Al-Mg-Si alloy / E.V. Bobruk, Z.A. Safargalina, O.V. Golubev, D. Baykov, V.U. Kazykhanov // Materials Letters. – 2019. – V. 255. 126503. *SJR (2019) Q1*
31. **Chinh, N.Q.** Characterizing microstructural and mechanical properties of Al-Zn alloys processed by high-pressure torsion to advanced engineering materials / N.Q. Chinh, P. Szommer, J. Gubicza, M. El-Tahawy, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev // Advanced engineering materials. – 2020. – # 1900672. *SJR (2020) Q1*
32. **Bobruk, E.V.** Influence of fine scale features on room temperature superplastic behaviour of an ultrafine-grained Al-30Zn alloy / E.V. Bobruk, X. Sauvage, N.A. Enikeev, R.Z. Valiev // Materials Letters. – 2019. – V. 254. – P. 329-331. *SJR (2019) Q1*
33. **Gubicza, J.** Evolution of microstructure and hardness during artificial aging of an ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Zr alloy processed by high pressure torsion / J. Gubicza, M. El-Tahawy, J.L. La'ba'r, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev, N.Q. Chinh // Journal of Materials Science. – 2020. – V. 55 (35). – P. 16791–16805. *SJR (2020) Q1*
34. **Bobruk, E.V.** Influence of deformation at elevated temperatures on stability of microstructure and mechanical properties of UFG aluminum alloy / E.V. Bobruk, V.U. Kazykhanov, M.Yu. Murashkin // Materials Letters. – 2021. – V. 301. – #130328. *SJR (2021) Q2*
35. **Chinh, N.Q.** Ultralow-temperature superplasticity and its novel mechanism in ultrafine-grained Al alloys / N.Q. Chinh, M.Yu. Murashkin, E.V. Bobruk, J.L. Lábár, J. Gubicza, Z. Kovács, A.Q. Ahmed, V. Maier-Kiener, R.Z. Valiev // Materials Research Letters. – 2021. – V. 9, №. 11. – P. 475–482. *SJR (2021) Q1*
36. **Bobruk, E.V.** The microstructure and strength of UFG 6060 alloy after superplastic deformation at a lower homologous temperature / E.V. Bobruk, P.D. Dolzhenko, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, N.A. Enikeev // Materials. – 2022. – V.15. – # 6983. *WoS (2022) Q1*
37. **Song, Z.Z.** Room-temperature-deformation-induced chemical short-range ordering in a supersaturated ultrafine-grained Al-Zn alloy / Z.Z. Song, R.M. Niu, X.Y. Cui, E.V. Bobruk, M. Murashkin, N.A. Enikeev, R.Z. Valiev, S.P. Ringer, X.Z. Liao // Scripta Materialia. – 2022. – V.

210. – # 11442344. *SJR (2022) Q1*

38. **Bobruk, E.V.** Al-Mg-Mn-Zn-Zr alloy with refined grain structure to develop Al-B fiber-reinforced metal matrix composites compacted in superplastic conditions / E.V. Bobruk, V.V. Astanin, I.A. Ramazanov, N.G. Zaripov, V.U. Kazykhanov, N.A. Enikeev // *Materials Today Communications*. – 2023. – V. 37. – # 107527 *SJR (2023) Q2*

39. **Song, Z.** Mechanism of room-temperature superplasticity in ultrafine-grained Al–Zn alloys / Z. Song, R. Niu, X. Cui, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, N.A. Enikeev, Ji. Gu, M. Song, V. Bhatia, S.P. Ringer, R.Z. Valiev, X. Liao // *Acta Materialia*. – 2023. – T. 246. – #118671. *SJR (2023) Q1*

40. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplasticity and high strength in the Al 2024 alloy with ultrafine grains / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, I.A. Ramazanov, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // *Materials*. – 2023. – T. 16, № 2. – C. 727. *WoS (2023) Q1*

41. **Ahmed, A.Q.** Effect of the equal channel angular pressing on the microstructure and phase composition of a 7xxx series Al-Zn-Mg-Zr alloy / A.Q. Ahmed, D. Olasz, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev, N.Q. Chinh // *Materials*. – 2023. – V. 16(19). – P. 6593. *WoS (2023) Q1*

42. **Ahmed, A.Q.** Effect of Zn content on microstructure evolution in Al–Zn alloys processed by high-pressure torsion / A.Q. Ahmed, D. Ugi, J. Lendvai, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev, N.Q. Chinh // *Journal of Materials Research*. – 2023. – V. 38(14). – C. 3602–3612. *SJR (2023) Q1*

43. **Chinh, N.Q.** Review on Grain Size- and Grain Boundary Phenomenon in Unusual Mechanical Behavior of Ultrafine-Grained Al Alloys / N.Q. Chinh, D. Olasz, A.Q. Ahmed, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev // *Materials Transactions*. – 2023. – V. 64(8). – C. 1844–1855. *SJR (2023) Q3*

44. **Edalati, K.** Severe plastic deformation for producing superfunctional ultrafine-grained and heterostructured materials: an interdisciplinary review / K. Edalati, A.Q. Ahmed, S. Akrami, K. Ameyama, V. Aptukov, R.N. Asfandiyarov, M. Ashida, V. Astanin, A. Bachmaier, E.V. Bobruk et al. *Journal of Alloys and Compounds*. – 2024. – V. 1002. – C. 174667. *SJR (2024) Q1*

45. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplasticity of ultrafine-grained aluminum alloys: recent discoveries and innovative potential / E.V. Bobruk, N.G. Zaripov, I.A. Ramazanov, N.Q. Chinh, R.Z. Valiev // *Materials*. – 2024. – T. 17, № 13. – C. 3311. *WoS (2024) Q1*

46. **Ahmed, A.Q.** Microstructure Evolution during High-Pressure Torsion in a 7xxx AlZnMgZr Alloy / A.Q. Ahmed, D. Olasz, E.V. Bobruk, R.Z. Valiev, N.Q. Chinh / *Materials*. – 2024. – V. 17(3). – # 585. *WoS (2024) Q1*

47. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplastic behavior of nanostructured Al-Zn-Mg-Cu alloy / E.V. Bobruk, I.A. Ramazanov, A.V. Ganeev, A. P. Orlov A.V. Mikhaylovskaya, M. Yu. Murashkin // *Materials Letters*. – 2024. – V. 377. – # 137497. *SJR (2024) Q2*

48. **Astanin, V.V.** Low temperature superplasticity of ultrafine-grained VT6 alloy / V.V. Astanin, I.A. Ramazanov, N. Enikeev, E.V. Bobruk // *Transactions of the Indian Institute of Metals*. – 2025. V. 78, 2. – P. 37–47. *SJR (2024) Q2*

49. **Ramazanov, I.A.** Modeling and obtaining of metal-matrix composite with ultrafine-grained

Ti matrix / I.A. Ramazanov, M.E. Klimov, A.I. Gomzin, V.V. Astanin, E.V. Bobruk // Materials letters. – 2025. – V.385(6). – # 138145. *SJR (2024) Q2*

Иные публикации (Scopus):

50. **Moreno-Valle, E.** Effect of grain refinement on the mechanical behavior of an Al6061 alloy at cryogenic temperatures / E. Moreno-Valle, M.T. Perez-Prado, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev, E.V., Bobruk, I. Sabirov // AIP Conference Proceedings. – 2011. – V.1353. – P.505-510.

51. **Bobruk, E.** Microstructure features and mechanical properties of an UFG Al-Mg-Si alloy produced via SPD / E. Bobruk, I. Sabirov, V. Kazykhanov, R. Valiev, M. Murashkin // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – V. 63. – # 012116.

52. **Sitdikov, V.D.** X-ray studies of aluminum alloy of the Al-Mg-Si system subjected to SPD processing / V.D. Sitdikov, M.Yu. Murashkin, M.R. Khasanov, I.A. Kasatkin, P.S. Chizhov, E.V. Bobruk // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – V. 63. – # 012087.

53. **Bobruk, E.V.** A new combined SPD technique to improve mechanical properties & electrical conductivity of long-sized billets / E.V. Bobruk, A.V. Botkin, M.Yu. Murashkin, G.I. Raab // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2021. – V. 1014. – # 012004.

54. **Bobruk, E.V.** Low temperature superplasticity of high-strength ultrafine-grained Al 7050 alloy / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, I.V. Lomakin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – V. 461. – # 012090.

Патенты на изобретение:

1. Патент RU 2 478 136 C2. РФ. Ультрамелкозернистые алюминиевые сплавы для электротехнических изделий и способы их получения (варианты): заявка № 2011129486/02 от 15.07.2011: опубл. 27.03.2013. Р.З. Валиев, М.Ю. Мурашкин, Е.В. Бобрук. – 14 с.

2. Патент RU 2739926 C1. РФ. Ультрамелкозернистые алюминиевые сплавы для высокопрочных изделий, изготовленных в условиях сверхпластичности, и способ получения изделий: Заявка № 2020122336 от 30.06.2020: опубл. 29.12.2020. / Р.З. Валиев, М.Ю. Мурашкин, Е.В. Бобрук. – 14 с.

3. Патент RU 2819775 C1. РФ. Способ получения композитов с металлической матрицей, использующий эффект низкотемпературной сверхпластичности: № 2023131317 от 30.11.2023: опубл. 24.05.2024 / В.В. Астанин, Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов. – 10 с.

4. RU 2 842 750 C1. РФ. Ультрамелкозернистые алюминиевые сплавы с эффектом низкотемпературной сверхпластичности: № 2024133203 от 06.11.2024: опубл. 01.07.2025 / Р.З. Валиев, М.Ю. Мурашкин, Е.В. Бобрук, И.П. Владимирова. – 12 с.

Диссертант

Е.В. Бобрук

Бобрук Елена Владимировна

**НАНОМАСШТАБНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ГРАНИЦ ЗЕРЕН И МЕХАНИЗМЫ
НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ
СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ**

Специальность 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Автореферат на соискание ученой степени
доктора физико–математических наук