Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

На правах рукописи

Зуйко Иван Сергеевич

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ И СТАРЕНИЯ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МЕХАНИЗМЫ УПРОЧНЕНИЯ СПЛАВА A1–Cu

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: доктор физико-математических наук Кайбышев Рустам Оскарович

Белгород – 2018

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕ	ЕНИЕ	. 4
ГЛАВА	А 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	. 9
1.1	Алюминий и его сплавы	. 9
1.2	2 Классификация алюминиевых сплавов. Легирование	. 9
1.3	В Обработка термически упрочняемых алюминиевых сплавов	12
1.4	Природа сплавов системы Al–Cu–(Mg). Ω-фаза	15
1.5	5 Влияние холодной пластической деформации на фазовый состав	18
1.6	5 Интенсивная пластическая деформация	19
1.7	⁷ Механизмы упрочнения	21
1.8	В Обоснование выбора материала	25
ГЛАВА	А 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ	26
2.1	Материал исследования и режимы его обработки	26
2.2	Методы механических испытаний	27
2.2	2.1 Определение микротвёрдости по Виккерсу	27
2.2	2.2 Испытания на растяжение	28
2.3	Методы исследования структуры	29
2.3	8.1 Растровая электронная микроскопия	29
2.3	8.2 Просвечивающая электронная микроскопия	30
2.3	3.3 Рентгенографический анализ	32
ГЛАВА	А 3. МИКРОСТРУКТУРА И ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ ТЕРМИЧЕСКО)Й
ОБРАБ	OTKE	33
3.1	Микроструктура и фазовый состав сплава после литья и гомогенизации	33
3.2	Стадийность фазовых превращений при естественном старении	35
3.3	Стадийность фазовых превращений при искусственном старении	37
3.4	Механическое поведение сплава в процессе старения	41
3.5	Выводы по главе	45
ГЛАВА СПЛАВ	А 4. ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТІ ЗА	3A 46
4.1 холод	Структурные изменения во время пластической деформации методами растяжения дной прокатки	́и 46
4.2	Структурные изменения при РКУП	60
4.3	Влияние пластической деформации на механические свойства	62
4.4	Механизмы упрочнения	63
4.5	Выводы по главе	68

ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ ИСКУССТВЕННОГО СТАРЕНИЯ НА ДЕФОРМИРОВАННУЮ 5.1 5.2 Стадийность фазовых превращений после растяжения и искусственного старения 72 5.3 Механизмы упрочнения после растяжения с небольшими степенями и искусственного 5.4 Механическое поведение после прокатки с большими обжатиями и последующего 5.5 5.6 Стадийность фазовых превращений в процессе старения после деформация с 5.7 ПРИЛОЖЕНИЕ А. Свидетельство о регистрации патента 113

ВВЕДЕНИЕ

Авиакосмическая и оборонная промышленности предъявляют спрос на новые Al-Cu сплавы с высокими показателями прочности и пластичности, которые достигаются за счет легирования небольшим количеством указанных выше элементов и использования низкотемпературной термомеханической обработки (НТМО). Одним из таких сплавов является сплав AA2519, созданный на базе AA2219, принадлежащего к системе Al-Cu, за счет добавления ~0,3вес.% Мg и уменьшения содержания Сu. Наилучшее сочетание прочности и пластичности этот сплав демонстрирует после НТМО Т87, которая включает в себя закалку, ~7% деформацию и последующее искусственное старение на максимальную прочность. По сравнению с предшественником (АА2219), предел текучести АА2519 увеличился на 20%, а пластичность в 1,5 раза. На момент постановки данной работы физическая природа одновременного повышения и прочности и пластичности в сплаве АА2519 за счет легирования Мд и роль НТМО в получении прочного и пластичного материала не была ясна. Отсутствовали сведения о механизмах упрочнения, обеспечивающих существенное повышение прочности сплавов. Актуальность данной работы обусловлена тем, что она позволила установить природу высоких механических свойств сплавов системы Al-Cu-Mg с соотношением Cu/Mg~10 и выявить роль легирования и промежуточной пластической деформации в достижении уникального сочетания прочности и пластичности, что очевидно имеет важное значение как с научной, так и с практической точки зрения.

Несмотря на растущее количество работ, посвященных термически упрочняемым алюминиевым сплавам системы Al–Cu с малыми добавками Mg, механизмы, обеспечивающие прочность этих материалов, остаются до конца не изученными. В частности, до сих пор не понятно, какая из метастабильных фаз, выделяющихся при старении этих сплавов, обеспечивает наибольшую величину упрочнения. Активно дискутируется вопрос о различиях в механизмах дисперсионного упрочнения этих сплавов метастабильными фазами с плоскостями габитуса $\{100\}_{Al}$ (θ' -фаза) и $\{111\}_{Al}$ (Ω -фаза), перерезание которых дислокациями либо невозможно, либо затруднено. Кроме того, имеются неясности в стадийности старения этих сплавов, особенно при наличии в их составе небольших добавок таких элементов как Si, Mg, Ag, Sn и т.д., которые влияют на процесс распада пересыщенного твёрдого раствора. Всё это не позволяет однозначно сформулировать основные принципы микроструктурного дизайна этих сплавов, что затрудняет создание новых сплавов этой системы с повышенными свойствами.

Изучение закономерностей эволюции микроструктуры и механических свойств, а также механизмов упрочнения, действующих в сплаве системы Al–Cu–Mg, закаленном на пересыщенный твердый раствор (ПТР), а затем прокатанном при комнатной температуре

вплоть до степени обжатия 80%, имеет важное значение. Прежде всего, для разработки теории формирования высокоэнергетических структур при интенсивной пластической деформации материалов, в которых перераспределение дислокаций затруднено или невозможно. Анализ механизмов упрочнения действующих в этом сплаве после НТМО необходим для понимания природы высокой прочности алюминиевых сплавов. Закономерности влияния добавок Mg и НТМО на стадийности распада ПТР сплавов системы Al–Cu–Mg и механизмы смены стадий при старении важны для физического материаловедения алюминиевых сплавов.

Установление принципов легирования и разработка технологии ТМО, которые обеспечивают получение уникального сочетания прочности и пластичности, необходимо для понимания принципов микроструктурного дизайна сплавов Al–Cu–Mg с соотношением Cu/Mg~10, обеспечивающего получение высоких механических свойств. В результате работы была создана целостная картина влияния легирования и НТМО на механические свойства Al–Cu–Mg сплава с соотношением Cu/Mg~10. На основании этой работы появилось научное обоснование для разработки новых сплавов системы Al–Cu и режимов их обработки, которые обеспечат повышение их механических свойств. На основании вышеописанного были сформулирована цель исследования.

Целью работы являлось изучение влияния легирующих элементов, а также HTMO на микроструктуру, распределение и природу частиц вторых фаз, механическое поведение и механизмы упрочнения в сплаве Al–Cu–Mg с соотношением Cu/Mg~10. Для достижения поставленной цели решались следующие частные задачи:

1. Установить эволюцию микроструктуры в процессе холодной деформации закалённого сплава, а также изменение механических свойств в зависимости от степени и метода деформации.

2. Проанализировать влияние НТМО с варьированием степени промежуточной деформации от 0% до 80% на стадийность старения, природу, морфологические характеристики частиц упрочняющих фаз, а также на сопутствующее механическое поведение сплава.

3. Установить основные механизмы упрочнения и оценить их вклад в общую прочность сплава, подвергнутого HTMO по различным режимам.

4. Определить оптимальный микроструктурный дизайн сплавов системы Al-Cu-Mg с высоким соотношением Cu/Mg.

Научная новизна:

1. Установлено, что естественное старение сплава Al-Cu-Mg с соотношением Cu/Mg~10

приводит к более высоким механическим свойствам ($\sigma_{0,2}$ =305 МПа, σ_B ,=450 МПа, δ =20%), чем искусственное ($\sigma_{0,2}$ =292 МПа, σ_B ,=409 МПа, δ =16%). Это связано с ростом плотности зон Гинье-Престона (ЗГП) и выделением зон Гинье-Престона-Багаряцкого (ГПБ) при увеличении времени естественного старения до 1000 часов и более. Этот феномен получил название отложенное упрочнение.

2. Пластическая деформация сплава после закалки приводит к формированию высокоэнергетических дислокационных структур, представляющих собой микрополосы сдвига после холодной прокатки с 40% обжатием, что увеличивает $\sigma_{0,2}$ с 136 МПа до 453 МПа, при этом δ уменьшается с 28% до 9%. При последующем деформировании плотность микрополос сдвига увеличивается. Кроме того, образуются полосы сдвига, проходящие через несколько зерен. После прокатки со степенью обжатия 80% величина твердости сплава достигает ~180 HV_{0.2}, а $\sigma_{0,2}$ =567 МПа и σ_{B} =589 МПа, при этом δ ~5%. Основным механизмом упрочнения при прокатке является дислокационный, что обусловлено увеличением плотности дислокаций $\rho_{d} > 2 \times 10^{15}$ м⁻² при степенях обжатия \geq 40%. Вторым по значимости механизмом упрочнения является зернограничный, связанный с образованием границ микрополос сдвига.

3. Показано, что без предварительной деформации максимальная прочность достигается за счет выделения θ'' -фазы, которая обладает наибольшей удельной эффективностью как фазаупрочнитель. При НТМО происходит замена гомогенно выделяющихся θ'' -частиц на θ' , которые зарождаются гетерогенно на дислокациях. Искусственное старение обеспечивает твёрдость ~170 HV_{0.2}, $\sigma_{0,2}$ =420 МПа, $\sigma_{B,}$ =470 МПа и δ =13% после 7% правки растяжением. Прирост прочности при НТМО, по сравнению со старением на максимальную прочность без промежуточной деформации, обеспечивается дислокационным упрочнением. С повышением степени промежуточной деформации эффективность дисперсионного упрочнения снижается и после 40% обжатия старение может приводить к повышению прочности только при выделении зон Гинье-Престона и θ'' -фазы. Соответственно, продолжительность и/или температура старения на максимальную прочность должна уменьшаться с увеличением степени предварительной деформации.

4. Показано, что в сплаве Al–Cu–Mg с соотношением Cu/Mg~10 при искусственном старении выделяется Ω_{I} -фаза в виде пластин с коэффициентом формы (КФ) >100. Однако её численная плотность и объемная доля малы. Промежуточная пластическая деформация существенно повышает количество Ω -фазы за счет гетерогенного зарождения Ω_{II} -фазы на межфазной границе θ' -фаза/матрица. При этом КФ Ω -пластин уменьшается до ~35.

Практическая значимость:

На основании проведенных фундаментальных исследований влияния обработок на микроструктуру, распределение дисперсных частиц и механические свойства Al–Cu–Mg сплава с соотношением Cu/Mg~10, разработаны режимы термической обработки (TO) и TMO (патент РФ № 2618593), обеспечивающие получение сочетания высокой прочности и пластичности. Установлен микроструктурный дизайн этого сплава, что открывает возможности для дальнейшего повышения прочности сплавов этого типа за счет оптимизации легирования и режимов НТМО. Показано, что соотношение Mg/Si должно быть больше 5, чтобы обеспечить выделение зон Гинье-Престона-Багаряцкого при естественном и Ω-фазы при искусственном старении, что обеспечивает достижение высоких прочностных свойств этих сплавов в сочетании с высокой пластичностью.

Положения, выносимые на защиту:

- 1. Структура и фазовый состав сплава Al–Cu–Mg с высоким отношением Cu/Mg и низким содержанием Si после TO и TMO.
- 2. Влияние степени холодной деформации и старения на механизмы упрочнения.
- 3. Комплекс механических свойств после различных режимов ТО и ТМО.

Вклад автора:

Соискатель непосредственно участвовал в постановке и проведении экспериментов, микроструктурных исследований, обработке и анализе полученных экспериментальных данных, а также в подготовке и написании научных публикаций. Соавторы публикаций по теме диссертации принимали участие в подготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

Апробация работы:

Результаты диссертационной работы были представлены на международных научнопрактических конференциях и семинарах: 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, г. Тронхейм, 2014); Семинар научных чтений, посвященный 100-летию со дня рождения В.И. Добаткина (Россия, г. Москва, 2015); 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (Япония, г. Токио, 2015); 11-ая Международная научнотехническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2015); XIV Международная школа-семинар «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах» (Россия, г. Барнаул, 2016); Международная научнотехническая конференция «Конференция функциональных материалов» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2016); VIII Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (Россия, г. Москва, 2016), XVII Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых (Россия, г. Екатеринбург, 2016); VII международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Россия, г. Москва, 2017); 12-я Международная научно-техническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2017); 16th International Conference on Aluminum Alloys (Канада, г. Монреаль, 2018); 13th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (Россия, г. Санкт-Петербург, 2018).

Публикации:

По теме диссертации опубликовано 9 научных работ, из них 8 работ входят в перечень ВАК РФ. Получен 1 патент РФ.

Достоверность:

Достоверность результатов диссертационной работы обусловлена использованием современного научно-исследовательского оборудования, прошедшего процедуры аккредитации и поверки; проведением испытаний в соответствии с действующими ГОСТами, международными стандартами ASTM и ISO; повторяемостью полученных результатов; а также сопоставимостью полученных результатов с литературными данными. Исследование проводилось на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, основного материала, изложенного в пяти главах, основных результатов и выводов, а так же списка литературы из 218 наименований. Диссертация изложена на 111 страницах, содержит 44 рисунка и 13 таблиц, одно приложение.

Благодарность

Автор диссертации выражает благодарность научному руководителю д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за внесенный идейный вклад в работу. Также автор диссертации считает своим долгом выразить признательность д.ф.-м.н. Белякову А.Н., к.т.н. Газизову М.Р. и к.т.н. Малофееву С.С за плодотворное обсуждение полученных результатов и научные консультации.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Алюминий и его сплавы

Алюминий – серебристо-белый мягкий и лёгкий металл (ρ ~2,7 г/см3), относится к группе цветных и является самым распространённым (~8,8%, при этом железа ~5%) в земной коре среди конструкционных материалов. Характерными свойствами алюминия являются его огромная пластичность (δ <60%), наряду с низкой прочностью (σ_B <60 МПа), что существенно ограничивает его использование в чистом виде в промышленности. Однако легирование некоторыми элементами дает возможность существенно повысить эксплуатационные характеристики. И уже алюминиевые сплавы отличают высокая технологичность, хорошую способность к формо-изменению путём литья, обрабатываемость давлением и резанием (получение изделий сложной формы). Кроме того, необходимо отметить устойчивость к коррозии на воздухе и в некоторых других средах, нетоксичность и лёгкость в переработке. Всё это приводит к тому, что относительный объем производства и потребления алюминия (>20 млн. т/г) непрерывно возрастает [1].

Введение легирующих элементов оказывается возможным, так как они обладают значительной растворимостью в алюминии в твёрдом состоянии, что вытекает из их диаграмм состояния. Предельная растворимость в алюминиевом твёрдом растворе >1 ат.%. только у Cu, Mg, Zn, Si, Li, Ge и Ag. Из них только медь, магний и цинк могут широко использоваться как основной легирующий компонент; все остальные – дефицитные, благородные и дорогостоящие. Выбор легирующих компонентов основывается на требуемом комплексе технологических и эксплуатационных свойств.

1.2 Классификация алюминиевых сплавов. Легирование

Алюминиевые сплавы в зависимости от способа получения полуфабрикатов подразделяются на две группы – литейные и деформируемые. Первые используют для фасонного литья, тогда как последние используют для изготовления полуфабрикатов в виде листов, плит, профилей и др. Главное требование, предъявляемое литейным сплавам является: высокая жидкотекучесть, малая склонность к образованию рассеянных усадочных пустот и кристаллизационных трещин [2,3]. Как правило, деформируемые демонстрируют более высокую прочность и пластичность. Деформируемые алюминиевые сплавы принято подразделять на две большие группы термически упрочняемые и термически неупрочняемые. Такое разграничение принято в соответствии с методами обработки, которые обеспечивают повышение показателей прочности. Термически неупрочняемые сплавы свои свойства получают за счёт деформации и отжига, а термически упрочняемые благодаря обработке на

твёрдый раствор (закалке с высоких температур) и последующей выдержке при комнатной и повышенных температурах (естественное и искусственное старение, соответственно).



Рисунок 1.1. а) Алюминиевый угол диаграммы состояния системы Al–Cu [2,4–7]. б) Структура и морфология основных фаз-упрочнителей Al–Cu сплавов. (• Cu, o Al) [2,6].

В различных странах классификация промышленных алюминиевых сплавов отлична друг от друга. Так на сегодняшний день в России для деформируемых сплавов согласно ГОСТ 4784-74 принята маркировка, состоящая из четырёх цифр [7]. Первая цифра во всех марках показывает основу (1-алюминий), вторая – систему легирования (например, 1 – сплавы Al-Cu-Mg; 2 – сплавы системы Al-Cu-Mn), а третья и четвертая – порядковый номер сплава. Однако так же широко используется буквенно-цифровая маркировка, в которой цифры чаще всего являются условным номером сплава и не обозначают содержание легирующего элемента. В международной практике для идентификации деформируемых сплавов принята система, основанная на классификации Алюминиевой Ассоциации (Aluminum Association). Первая из четырех цифр показывает основной легирующий элемент, вторая – номер модификации, а оставшиеся две – идентификацию сплава в группе. Необходимо помнить, что все элементы, входящие состав алюминиевых сплавов, можно разделить на 3 группы: основные легирующие элементы, малые добавки и случайные примеси. Основными элементами их называют потому, что они вводятся в алюминий в относительно больших количествах и определяют главные особенности структуры и свойства сплавов. Например, в промышленных сплавах второй серии (AA2XXX) основным легирующим элементом является Cu, а в качестве дополнительных могу выступать переходные металлы – Mg, Mn, Zr, Ti, Cr, V и т.д.

Система Al–Cu является эвтектической, с эвтектикой при содержании 33%Cu. Алюминиевый угол диаграммы состояния сплавов системы Al–Cu показан на Рисунке 1.1а. Максимальная растворимость меди в α-твёрдом растворе составляет 5,65 вес.% (2,5 ат.) при эвтектической температуре 548,2°C. Сплавы с содержанием Cu от 3,3 до 6,2% вес. относятся к

сплавам типа твердых растворов, для которых характерно наличие неравновесной вырожденной эвтектики (Al₂Cu), растворяющейся при нагреве под закалку. Поскольку растворимость Cu в Al с понижением температуры существенно уменьшается (до ~1% при 300°C и ~0,1% при комн.) имеется возможность дисперсионного твердения в результате старения после обработки на твёрдый раствор. Основными представителями системы Al–Cu являются такие российские сплавы как AJ7, AM5, AJ33. Далее будет рассмотрено влияние легирующих элементов на микроструктуру и свойства термоупрочняемых сплавов системы Al–Cu.

Добавки Mg в двойные сплавы Al-Cu улучшает литейные свойства, увеличивает концентрацию вакансий и дислокаций, тормозят процесс образования Си-кластеров (что негативно сказывается при естественном старении), стимулируют образование и измельчение Гинье-Престона, ограничивают динамический возврат. Известно[8]. что магний 30H существенно понижает растворимость меди в алюминии. Например, при 0,3 масс. % Мд растворимость меди составляет всего 0,3 мас. %, а при дальнейшем увеличении его содержания в сплаве Al-Cu эта величина остаётся неизменной. Благодаря этому, при наличии Mg увеличивается объёмная доля упрочняющих выделений, то есть повышается прочность сплавов. Более того, Мд резко усиливает реакцию сплава холодную пластическую деформацию [9,10]. Как будет показано далее, при определенных условиях легирования (высокое Cu/Mg, низкий уровень Si) и обработки, наличие малого количества магния в химическом составе приводит к изменению фазового состава продуктов старения и их диспергированию, повышая прочностные свойства сплавов. Под изменением фазового состава подразумевается выделение частиц, совершенно не характерных для двойных сплавов Al-Cu. Необходимо отметить, что дуралюмины (сплавы системы Al-Cu-Mg) были открыты более века назад, а в настоящее время сплавы на их основе очень широко используются в промышленности [2,3].

Марганец является малой добавкой, наиболее часто используемой в большинстве промышленных сплавов. Главной целью добавления марганца в сплавы Al–Cu является уменьшение размера зерна [9], повышение прочности [11] и температуры рекристаллизации [7,12]. Последнее влечет за собой структурное упрочнение, за счёт сохранения нерекристаллизованной структуры даже после операции закалки. Всё это достигается за счёт выделения T-фазы (Al₂₀Cu₂Mn₃), при операциях гомогенизации и нагреве под закалку, а так же горячей обработкой давлением. Известно [12], что присутствие T-фазы позволяет повысить высокотемпературную прочность, увеличить температуру рекристаллизации и замедлить рост зёрен, а в меньшей степени обеспечивает дисперсионное и текстурное упрочнение (патент США № 5630889). В присутствии магния, добавки марганца могут вызывать потерю пластичности после обработки на твёрдый раствор, поэтому в коммерческих сплавах

количество марганца редко превышает 1% [7,12]. При таком количестве Mn может полностью входить в состав Al-матрицы при кристаллизации.

Благодаря крайне низкой диффузии, добавки дорогостоящего скандия, циркония, титана и ванадия (отдельно или вместе с бором) в алюминиевые сплавы вводятся для препятствия процессам рекристаллизации и возврата, а так же длят измельчения зерна. Интересно, что при концентрации до 1% включительно цирконий может полностью входить в твёрдый раствор [3]. Интерметаллидные частицы состава Al₃Sc/Al₃Zr/Al₃Ti/Al₃(Zr,Ti)/Al₃V, выделившиеся во время операций гомогенизации, горячей деформации и обработки на твёрдый раствор, обладают кубической L1₂ или тетрагональной D0₂₃ решетками[12]. Частицы этих фаз закрепляют дислокации, препятствуют их перераспределению при нагревах, что является необходимым условием образования центров рекристаллизации. Зачастую из-за неравномерности распределения и больших размеров [12] вышеуказанные частицы дают ограниченный вклад в дисперсионное упрочнение [13].

Все технические сплавы алюминия (в т.ч. дуралюмины) всегда содержат различные количества вредных примесей, которые могут попадать из шихтовых материалов и литейной оснастки (тиглей, инструмента и т.д.). Так, кремний и железо понижают упрочняемость сплавов системы Al–Cu–Mg, так как связывают часть меди в сложные соединения Al₆Cu₂Mg₈Si, Al₇Cu₂Fe и Al₆(Fe,Cu,Mn) с неблагоприятной морфологией [14]. Поэтому включения Fe и Si особенно вредны и отрицательно влияют на механические свойства (особенно ударную вязкость, пластичность, сопротивление усталости и коррозионную стойкость) [3,7]. В связи с этим, для отливок особо ответственного назначения (применяемых в авиации, автомобильной и оборонной промышленности) используют первичный алюминий повышенной чистоты, однако даже в Al5N8 (чистотой 99,9998%) содержатся примеси Fe и Si [15]. Надо отметить, что кремний немного улучшает литейные свойства при снижении пластичности сплавов Al–Cu–Mg [3].

1.3 Обработка термически упрочняемых алюминиевых сплавов

Обработка сплавов направлена главным образом на достижение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств алюминиевых сплавов Системы обозначения состояний для деформируемых алюминиевых сплавов, принятых в России и США отличаются. Сравнение обозначений некоторых состояний для деформируемых сплавов представлено в Таблице 1.1.

Поскольку термической обработкой (TO) можно достичь большого разнообразия структур, TO является мощным средством воздействия на механические свойства алюминиевых термоупрочняемых сплавов [2]. Применительно к алюминиевым сплавам наиболее широкое

распространение в металлургическом производстве получили три основных вида термообработки: отжиг, закалка и старение.

Таблица	1.1. Обо	означения обработок алюминиевых сплавов									
Маркировки		Состояние									
Россия	США	Состояние									
Без ТО	F	Іосле изготовления, без дополнительной термической обработки, степень нагартовки и механические свойства не контролируются									
М	0	Отожжённое. Наиболее мало прочное, но при этом пластичное состояние.									
3	W	Закалённое (обработанное на твёрдый раствор). Обычно указывается длительность естественного старения после закалки.									
т	T3	Закалка — холодная деформация — естественное старение									
1	T4	Закалка->естественное старение									
T1	T6	Закалка-искусственное старение на максимальную прочность									
T1H	T81 T87	Закалка—холодная деформация—искусственное старение Вторая цифра в американской маркировке указывает на степень деформации.									

Отжиг применяется тех случаях, когда возникшее по тем или другим причинам неравновесное состояние сплава обуславливает появление нежелательных свойств (прежде всего падение пластичности) [2,7]. После литья, перед обработкой давлением, слитки и отливки подвергают гомогенизационному отжигу (гомогенизации), главным процессом которого является устранение ликвации легирующих элементов. При гомогенизации протекают два основных диффузионных процесса: выравнивание концентрации внутри зерен твёрдого растворение неравновесных избыточных раствора И фаз кристаллизационного происхождения[14]. Принципы выбора режима (скорость нагрева, охлаждения, время выдержки) на примере Al-4вес.%Си подробно описаны в [7]. В результате гомогенизации свойства полуфабрикатов улучшаются, несмотря на то, что в большинстве промышленных сплавов плотность дислокаций размер зерен практически не изменяются (границы заблокированы не растворившимися включениями избыточных фаз). При этом необходимо помнить, что во время гомогенизации за счёт стока вакансий возможно развитие пористости [3,14].

Закалка (обработка на твёрдый раствор и ускоренное охлаждение закалка) алюминиевых сплавов выполняется для получения в сплаве предельно неравновесного фазового состояния – пересыщенного твёрдого раствора с максимальным содержанием легирующих элементов. Такое состояние необходимо для дальнейшего упрочнения при последующем старении. Закалка

возможна только для алюминиевых сплавов, содержащих элементы, растворимость которых в твёрдом алюминии возрастает с температурой и в количествах, превышающих растворимость при комнатной температуре. Температура закалки (как и скорость охлаждения) определяется химическим составом, но ограничена температурой плавления самой легкоплавкой фазы (эвтектики), при превышении которой возможен неисправимый брак при обработке сплава – пережог. При пережоге снижаются механические свойства сплавов (пластичность, ударная вязкость, циклическая прочность), так как по границам зерен появляются тонкие прослойки расплава, которые при закалке в результате неравновесной кристаллизации превращаются в тонкие эвтектические прослойки, содержащие хрупкие интерметаллиды.

Выдержку (вылёживание) сплава без полиморфных превращений после закалки исторически принято называть старением. При комнатной температуре старение называется естественным, а при повышенной температуре – искусственным. Главным процессом при старении является распад твёрдого раствора с выделением фазы (отличной от матрицы химическим составом и структурой), при этом сплав переходит в более стабильное состояние. Оптимальная форма, размер и дисперсность выделенных частиц обеспечивают требуемый комплекс свойств. Очевидно, что температура и продолжительность – основные параметры старения.

Как отмечалось ранее, деформируемые алюминиевые сплавы отличаются весьма хорошей пластичностью (способность к деформации), поэтом для повышения прочностных свойств после операции закалки некоторые стареющие сплавы подвергают низкотемпературной термомеханической обработке (НТМО). Для этого, в промежутке между закалкой и старением, их подвергают обработке давлением (правке растяжением, прокаткой, прессованием, волочением). Благодаря повышенной плотности кристаллических дефектов, привносимых в структуру сплава во время пластической деформации, облегчается образование зародышей фазупрочнителей, а процесс старения протекает быстрее. Как правило, при старении после холодной деформации [16] рекристаллизация не протекает, а развиваются процессы отдыха и полигонизации [17]. Таким образом, итоговая структура и фазовый состав после ТМО и ТО значительно отличается. Надо отметить, что холодная деформация (вытяжка или осадка) уменьшают закалочные напряжения и повышают стойкость к коррозии под напряжением. Определяющими факторами НТМО являются тип, скорость и степень пластической деформации. Необходимо отметить, что если твердый раствор частично распался перед деформацией, то кинетика окончательного старения будет ускорена и усилена, поэтому целесообразно регламентироваться перерыв между закалкой и холодной деформацией [16].

1.4 Природа сплавов системы Al-Cu-(Mg). Ω-фаза

Комплекс свойств, получаемый алюминиевыми термоупрочняемыми сплавами обработки, определяется главным образом характеристиками продуктов распада пересыщенного твердого раствора, которые зависят от системы легирования, концентрации основных легирующих элементов, температуры и времени обработки. Термоупрочняемые сплавы системы Al-Cu-Mg (дуралюмины) хорошо себя зарекомендовали в различных отраслях промышленности (прежде всего авиакосмической), поскольку они обладают повышенной прочностью, хорошей вязкости разрушения и удовлетворительной коррозией под напряжением. Свои свойства эти сплавы достигают в результате выделения мелкодисперсных упрочняющих фаз в процессе старения. Как правило, все дуралюмины обладают сложными химическими составами, однако в первом приближении для оценки фазового состава можно использовать тройную диаграмму состояния, приведённую на Рисунке 1.2.



Рисунок 1.2. Алюминиевый угол тройной фазовой диаграммы Al–Cu–Mg при 190°C. Синяя линия – линия сольвуса при 500°C. θ=Al₂Cu; S=Al₂CuMg; T=Al₆CuMg₄ [4,7,18].

Как видно из Рисунка 1.2, сплавы с большим (>10-15) соотношением Си к Мg попадают в 2-х фазную область (α+θ). Согласно общепринятым представлениям, последовательность выделения фаз при распаде пересыщенного твердого раствора (ПТР) может быть записана следующим образом:

$$\Pi TP \to \{001\} \kappa ластеры \to 30 ны Гинье-Престона (Al_3Cu) \to \theta'' (Al_3Cu) \to \\ \to \theta'(Al_2Cu) \to \theta (Al_2Cu)$$
(1.1)

Зоны Гинье-Престона, частицы θ'' -, θ' -, θ -фаз известны очень давно, а их структура хорошо описана в современной научной и учебной литературе [1,2,4–7,16,19,20]. В зависимости от строения поверхности раздела между частицами и матрицей различают три типа выделений:

полностью когерентные, частично когерентные и некогерентные [2]. Поэтому в российской литературе принято выделять следующие стадии старения алюминиевых сплавов: стадия когерентных фаз (зонное старение), стадия частично когерентных выделений (промежуточных фаз) и стадии некогерентных выделений. То есть каждую стадию рассматривают как последовательность нарушения когерентности [21].

Согласно результатам атомной томографии, сразу же после операции закалки атомы легирующих элементов в алюминиевой матрице распределены равномерно [22]. Но уже в считанные минуты выдержки при комнатной температуре, атомы собираются в маленькие скопления – кластеры (часто пластинообразные или сферические) [16]. Крайне высокая скорость диффузии при образовании кластеров во время старения обусловлена пресыщением твёрдого раствора вакансиями при закалке, что резко ускоряет миграцию атомов легирующего элемента уже при сравнительно низких температурах. Их существование подтверждается рентгенографическим анализом [23], а так же микроскопией прямого разрешения (HR-TEM) [24]. Многочисленные работы [25-34] показывают, что в сплавах Al-Cu-Mg атомы меди, магния могут образовывать кластеры Cu, Mg и вакансионные комплексы типа Cu-Mg и Cu-Mgвакансия. Размер кластеров составляет всего несколько нанометров (обычно <2), а когерентность с матрицей затрудняет их наблюдения как отдельной фазы [31]. Однако, компьютерное моделирование, основанное на численном методе Монте-Карло [26,28] и теории функционала плотности [35], а так же спектроскопия аннигиляции позитронов [36] подтверждают наличие Cu-Mg кластеров и комплексов Cu-Mg-вакансия в сплавах системы легирования Al-Cu-Mg. Стоит отметить, что на сегодняшний день кластеры типа Cu-Mgвакансия рассматриваются как эффективные гетерогенные участки зарождения зон Гинье-Престона [26,28].

Как утверждалось выше, присутствие уже небольших добавок Mg (~0,1-0,3%) и низкий уровень Si, могут значительно повлиять на фазовый состав сплавов системы Al–Cu. Это отражается в появлении следующей дополнительной реакции при распаде пересыщенного твёрдого раствора:

$$\Pi TP \to \{111\} \ \kappa \pi a c t e p \sqcup \to \Omega \ (Al_2 Cu) \to \theta \tag{1.2}$$

Полукогерентные пластины Ω -фазы впервые были обнаружены в 1966 в сплаве Al-2,5Cu-1,5Mg-0,5Ag [37]. Четверть века спустя было показана [29] возможность выделения этой фазы за счёт θ' вне зависимости от наличия серебра в химическом составе. Позже это демонстрировалось многократно [31,38–42]. Столь позднее обнаружение Ω -частиц в Al–Cu–Mg связано с тем фактом, что все ранее исследуемые сплавы содержали высокий уровень кремния, который обладает высокой энтальпией образования с магнием [43]. Последний факт является обоснованием для предположения о взаимодействия Mg-Si в твёрдом растворе [44]. Обеднение матрицы по Mg в присутствии Si во время искусственного старения было показано для сплавов из (α +S) и (α + θ +S) областей [44]. Добавки Si в сплавах Al–Cu препятствуют образованию дислокационных петель в закаленном состоянии [28,44], что может свидетельствует о преимущественном взаимодействии между легирующими элементами и вакансиями [44]. Так как частицы Ω -фазы в сплавах Al–Cu–Ag обнаружены не были [45] можно сделать вывод, что решающими фактором для выделения Ω является наличие магния в химическом составе. Германий имеет аналогичное кремнию влияние на Ω -пластины [46,47].

В ранних работах [39,48] предполагалось, что серебро просто увеличивает (стимулирует) количество мест гетерогенного выделения. Ringer S.P. в работе [31] предположил, что роль серебра заключается в захвате атомов магния, благодаря их большой разнице в электроотрицательности элементов, образовании Mg-Ag кластеров, которые служат местами преимущественного выделения Ω -фазы на начальных этапах старения. Это подтвердили наглядные эксперименты Reich L. с использованием 3-х мерной зондовой микроскопии [22]. Диффузия атомов меди в Ag-Mg кластеры обеспечивает рост Ω -фазы при этом атомы серебра и магния остаются на плоских поверхностях частиц. К сожалению, на сегодняшний день информация о возможных местах гомогенного выделения в сплавах системы Al–Cu–Mg (без серебра) отсутствует. Так же надо отметить что добавки меди в алюминий либо увеличивают либо не изменяют энергию дефекта упаковки [49,50] в то время как серебро и магний уменьшают её, тем самым способствуя диссоциации дислокации и аккомодации сегрегаций атомов на наиболее плотноупакованных плоскостях {111} [1,22,50–54], на которых и появляются частицы Ω -фазы. Это подтверждается выделением зон ГП-зон как на привычных плоскостях {100}_α так и на {111}_α [26,55].

Как правило, Ω-фазу рассматривают как одну из модификаций равновесной θ-фазы с орторомбической или гексагональной или тетрагональной решеткой [1,22,31,39,40,42,46,55-57]. (а=0,496 нм, *b*=0,859 нм, Пространственная группа Fmmm с=0,848 нм) [29,37,57]. Ориентационное соотношение (одно из 22-х для θ-фазы [58]) между матрицей и частицами: $(111)_{\alpha} \| (001)_{\Omega}$ and $[10\overline{1}]_{\alpha} \| [010]_{\Omega} [1\overline{2}1]_{\alpha} \| [100]_{\Omega} [19,42,57]$. Благодаря тому, что несоответствие решетки и матрицы <0.0015% в габитусной плоскости, частицы это фазы когерентны вдоль плоскостей {111}, однако вокруг торцов пластин в направлении <111> вдоль оси c, параметр несоответствия составляет ~9,3% [29,30,38,42]. Полное соответствие вдоль плоскостей {111}а обеспечивается за счёт сегрегаций Ag и Mg [22,31,39] вдоль плоских межфазных границ, при этом на торцевых межфазных границах атомов Ад и Мд не обнаружено. Движущей силой для такого сегрегированния является уменьшение несоответствия между матрицей и частицами [22]. Считается, что именно эти слои [28,42,56], а так же сильное вакансионое поле вокруг межфазной границы [38,42,54] позволяют демонстрировать высокую стабильность Ω-фазы при

высоких температурах (вплоть до 200°С). Последнее обстоятельство обуславливает повышенную жаропрочность сплавов Al–Cu–Mg–Ag по сравнению со всеми известными системами легирования [1,59]. Так же непроходимо заметить, что плоскости типа {111} в Al являются наиболее плотноупакованными [5], а поэтому в процессе деформации скользящие дислокации не могут не взаимодействовать с пластинами Ω -фазы. Благодаря частично когерентной границе, на границе формируются краевые дислокации, которые компенсируют упругие деформации, вызванные разницей в параметрах решетки и частицы[59]. Большинство кристаллографических плоскостей проходят через границу, где некоторые обрываются и возникают граничные краевые дислокации. Эти дислокации могут обеспечивать гетерогенное зарождение одних частиц на других.

В это же время, добавки серебра и магния уменьшают интенсивность диффузионных полос (которые свидетельствуют о присутствии ГП-зон) на картинах дифракции электронов. Это объясняется тем, что серебро и магний взаимодействуют с вакансиями (привнесенными закалкой) и образуют кластерные комплексы, оставляя меньшее количество меди для образования зон ГП и частиц θ'-фазы [27,54,60,61].

1.5 Влияние холодной пластической деформации на фазовый состав

В настоящее время НТМО широко применяют в технологии производства полуфабрикатов и изделий из стареющих алюминиевых сплавов. Типично НТМО состоит из закалки после обработки на твёрдый раствор, холодной деформации и старения. Как правило, эффект от НТМО напрямую зависит от природы сплава и режимов закалки, деформации, старения.

Упрочнение при НТМО вызвано наклепом (дисперсионное упрочнение начинается от более высокого уровня твердости/прочности) и тем фактом, что холодная деформация усиливает эффект старения [16]. Логично предположить использовать большие пластические деформации за счёт применения специальных методов. Данные методы имеют уникальные особенности – огромные пластические деформации достигаются без значительных изменений размеров рабочей части образцов. В настоящее время наиболее распространёнными являются равноканальное угловое прессование (либо экструзия), кручение под гидростатическим давлением, аккумулируемая прокатка соединением [62]. Применение этих методов в значительной мере изменяют физические и механические свойства. Последнее связано с тем, что помимо ускорения распада ПТР, наклёп изменяет тип, плотность и характер распределения выделений дисперсных частиц. Поэтому в сплавах с повышенной плотностью дислокаций (в результате наклёпа) старение протекает быстрее, а плотность выделений и соответственно оказываются более высокими [2].

Например, применение больших степеней, как результат интенсивной пластической деформации, к сплавам системы легирования Al–Cu подавляет выделение ГП-зон, θ"- и θ'-фаз (из-за сильных искажений решетки), но главное – вызывает выделение равновесной θ при этом пропускаются все метастабильные предшественники [62–67]. Как известно [68], выделение стабильной фазы по границам приводит к ухудшению целого комплекса механических свойств (прежде всего прочности, коррозионной стойкости, пластичности и ударной вязкости). Поэтому крайне важно при использовании НТМО регламентировать степень деформации и температуру старения.

1.6 Интенсивная пластическая деформация

На сегодняшний день хорошо известно, что высокопрочное состояние металлов и сплавов может быть обеспечено за счет формирования в них ультрамелкозернистой и нанокристаллической (с размером зерна/кристаллита менее 1 и 100 нм, соответственно) структуры при интенсивной пластической деформации (ИПД) [4,62,69–72]. Формирование такой структуры в металлах и сплавах в процессе ИПД при низких гомологических температурах (≤0,5T_{пл}) является результатом развития непрерывной линамической рекристаллизации [17,72]. Для неё является характерная стадийность эволюции микроструктуры, проявляющаяся в изменении поведения таких параметров как доля рекристаллизованных зёрен, средний угол разориентировки границ, плотность МУГ и ВУГ с увеличением степени деформации. При развитии процесса пластической деформации после формирования равномерной объемной сетки из МУГ происходит трансформация данных границ в ВУГ. МУГ на данном этапе могут быть разделены на геометрически необходимые границы и случайные дислокационные границы. Первые формируются в микроструктуре для обеспечения соответствия объемов материала поворотом кристаллической решетки при деформации, тогда как распределение вторых носит случайный характер в результате стока и перестройки накопленных дислокаций в низкоэнергетические структуры [73,74]. Равномерно распределенная сетка МУГ из начальной стадии развивается в результате пересечения геометрически необходимых границ, появляющихся в некомпланарных плоскостях скольжения или переползания дислокаций [4,62].

Помимо формирования мелкозернистой структуры, методы ИПД позволяют сформировать равномерную рекристаллизованную структуру по всему объему материала, что уменьшает анизотропию механических свойств. Так же стоит отметить, что традиционные методы деформации – прокатка, волочение и прессование приводят к уменьшению поперечного сечения заготовки и не позволяют достигать больших степеней измельчения зерна.

Наверное, равноканальное угловое прессование (РКУП) является наиболее распространённым методом ИПД. Это объясняется относительной простотой и возможностью пластически деформировать материал до высоких степеней, для получения мелкозернистой структуры в объемных полуфабрикатах, таких как прутки, плиты и др. Сущность метода заключается в многократном пропускании образца через два перпендикулярных равного сечения каналов. Типичная схема представлена на Рисунке 1.3. Главными параметрами процесса являются: температура и степень деформации, угол пересечения каналов и маршрут. От последнего сильно зависит структурообразование при РКУП. Маршруты представлены на Рисунке 1.36. Субзёрна превращаются в зёрна с высокоугловыми разориентировками наиболее быстро при использование маршрута В_C, что означает приоритет в использования данного маршрута для получения УМЗ структуры.



Рисунок 1.3 – Схема (а) и маршруты (б) РКУ прессования. PD, ND и TD обозначают ось прессования, нормальное и поперечное направления, соответственно [62,69].

Также следует отметить, что существует возможность создания непрерывного процесса деформации – РКУП «конформ» [69,75], представляющий существенный технологический интерес для формирования мелкозернистой структуры в алюминии и алюминиевых сплавах. Положительный эффект кристаллографических дефектов, привнесенных пластической деформацией, на фазовый состав (возможно выделение фазы, которая без наклёпа при том же режиме старения не появляется) и морфологию упрочняющих частиц, кинетику выделения во время старения известен давно [1,16,70]. Кроме того, предварительная интенсивная пластическая деформация может значительно сократить время, необходимое для достижения максимальных значений прочности, что свидетельствует об ускорении распада ПТР [67]. При

нагреве под старение после холодной деформации как правило рекристаллизация не протекает, а имеют место быть процессы полигонизации и отдыха, несколько снижающие эффект упрочнения [2]. К существенным недостаткам материалов, подвергнутым ИПД, является их термическая нестабильность [70,76].

1.7 Механизмы упрочнения

Одной из базовых концепций в материаловедении является получение микроструктуры, которая зависит от химического состава и условий термической/термомеханической обработки сплава. Именно возможность предсказывать и контролировать свойства является основой для разработки новых материалов. Зачастую данные о прочностных характеристиках сплавов получают эмпирически. Но на сегодняшний день существует возможность применения научных принципов для проектирования условного предела текучести сплавов.

Прочностные свойства металлов и сплавов определяются действующих механизмами упрочнения, которые основаны на способности различных дефектов структуры препятствовать движению дислокаций. Можно выделить несколько основных упрочнителей: атомы легирующих элементов находящиеся в твёрдом растворе, частицы вторых фаз, сами дислокации и границы зерен/субзёрен.

Существует общее (иногда называемое «модифицированным») уравнение Холла-Петча в котором все механизмы упрочнения в алюминиевых сплавах суммируются аддитивно:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_d + \sigma_{GB} + \sigma_p \tag{1.3}$$

где σ_0 – условный предел текучести чистого Al, σ_{SS} – твёрдорастворное упрочнение, σ_d – дислокационное упрочнение, σ_{GB} – зернограничное (структурное) упрочнение, σ_P – дисперсионное упрочнение. Остановимся на каждом из них подробнее.

Твёрдорастворное упрочнение. Этот тип упрочнения связан с растворенными атомами легирующих элементов. Как указывалось выше, алюминий довольно легко растворяет некоторые элементы и образует с ними твёрдые растворы внедрения и замещения. Присутствие «инородных» атомов локально искажает кристаллическую решетку чистого материала. Возникающие поля упругих напряжений вокруг точечных дефектов затрудняют и скольжение и переползание дислокаций, тем самым вызывая рост напряжений для продолжения движения дислокаций [77–80]. Величина упрочнения, достигаемая за счёт этого механизма, контролируется главным образом разницей в размерах растворенных и матричных атомов. В общем случае для расчёта σ_{SS} используют следующую формулу:

$$\sigma_{\rm SS} = \sum H_{\rm SSi} C_i^n \tag{1.4}$$

где H_{SSi} – константа для *i*-го элемента, которая рассчитана на основании прочности двойных сплавов (например, Al–Cu, Al–Mn, Al–Mg), c_i – концентрация *i*-го элемента в твёрдом растворе, n – константа, которая учитывает неоднородное распределение растворенных компонентов в деформированных сплавах. Обычно n принимает значения 1/2, 2/3 или 1 [80–83]. В Таблице 1.2 приведены константы использующиеся для учёта вклада от меди, марганца и магния.

Таблица 1.2. Константы для расчёта вклада от твёрдорастворного упрочнения.									
		Cu		Mn	Mg				
	n	Н	n	Н	n	Н			
Ryen и др.			0,9	18,35	1 1/	13,8			
[80]	-	-		$M\Pi a/(Bec.\%)^n$	1,14	МПа /(вес.%) ⁿ			
Mukai и др.					1	13,8-14,3			
[84]	-	-	-	_	1	МПа /(вес.%) ⁿ			
Ма и др.	1	18,6	_	_	1	13,8			
[85]	1	$M\Pi a/(Bec.\%)^n$	-	_	1	M Π a /(Bec.%) ⁿ			
Myhr и др.	2/3	15.0			2/3	9.35			
Li и др.		$M\Pi_{a}/(\text{pec }\%)^{n}$	-	-		$M\Pi_{2}/(\text{Rec }\%)^{n}$			
[86,87]		WII1 <i>a</i> /(Bee.70)							
Chen и др.	1	10 (10,5)	_	_	1	6 (5)			
[88,89]	I	МПа/(ат.%) ⁿ			1	МПа/(ат.%) ⁿ			
Cabibbo и др.	2/3	12,4	2/3	15,8	_				
[83]	2/5	МПа/(ат.%) ⁿ	2/5	$M\Pi a/(Bec.\%)^n$					
Shanmugasundaram и		7			-				
др.	1	′ МПа/(вес %) ⁿ	-	-		-			
[90]									
Zolotorevsky и др.	1	57,5*	_	_	1	13,6			
[91]	1	МПа/(ат.%) ⁿ		_	1	МПа/(ат.%) ⁿ			
* Такой ограниций колфанционт сразан с защина упрационных раннорох А1 Си. Истициий									

* Такой огромный коэффициент связан с зонным упрочнением в сплавах Al–Cu. Истинный коэффициент ~30 МПа/(ат.%) [91].

Дислокационное (деформационное) упрочнение. Давно известно, что пластическая деформация связана с движением дислокаций. После снятия нагрузки часть дислокаций не исчезает из структуры, а остаются внутри неё. В дальнейшем новые движущиеся дислокации не могут не взаимодействовать с уже имеющимися в структуре дислокациями. Как правило, дислокационное упрочнение описывают хорошо известным уравнением Тейлора (так же иногда называемого уравнением Бейли-Хирша) [13,52,82,85,92]:

$$\Delta \tau_{\rm DS} = \alpha {\rm Gb} \sqrt{\rho_{\rm d}} \tag{1.5}$$

где $\Delta \tau_{\rm DS}$ - прирост в критическом сдвиговом напряжение (critical resolved shear stress), α – эмпирическая константа, лежащая в диапазоне 0,1-0,5, G - модуль сдвига Al (25400 MПа), b – модуль вектора Бюргерса (0,286 нм), $\rho_{\rm d}$ – плотность дислокаций. Чтобы учитывать плотность дислокаций, накопленных в малоугловых границах ($\rho_{\rm LAB}$), Уравнение 1.5 записывают в виде:

$$\Delta \tau_{DS} = \alpha \mu b \sqrt{\rho_0 + \rho_{\text{LAB}}} \tag{1.6}$$

здесь ρ_0 - плотность беспорядочно расположенных дислокаций (дислокаций леса). Значение $\rho_{\rm MY\Gamma}$ можно определить из:

$$\rho_{\text{LAB}} = \frac{f \,\theta_{\text{LAB}}}{b \,d_{\text{LAB}}} \tag{1.7}$$

 θ_{LAB} – угол разориентировки малоугловых границ дислокационного происхождения, d_{LAB} – расстояние между ними, f – константа равная 1,5 и 3 для ламельной (полосовой) и зёренной структур, соответственно. Для перехода к σ_{DS} , величину $\Delta \tau_{\text{DS}}$ необходимо умножить на фактор Тейлора M, который зависит от структуры, текстуры и ориентации оси растяжения относительно осей образца. Чаще всего его значения можно получить с помощью программного обеспечения из данных EBSD-анализа.

Зернограничное упрочнение. Давно известно, что в поликристаллических материалах условный предел текучести напрямую связан с размером зерна, а границы являются эффективными барьерами для движущихся дислокаций. Этот факт обусловлен различной ориентировкой систем скольжения между соседними зернами. Очевидно, что чем мельче зёрна, тем больше протяженность границ и следовательно тем чаще они встречаются на пути движущихся дислокаций. Для учёта вклада границ зерен в упрочнение используют уравнение Холла-Петча [74,93,94]:

$$\sigma_{\rm GB} = k_{\rm y} d_{\rm GB}^{-1/2} \tag{1.8}$$

где, k_y – коэффициент зернограничного упрочнения: константа материала при определённой скорости деформации и температуре, а d_{GB} – средний размер зерна. k_y связана с напряжением необходимым для продолжения скольжения в соседнее недеформированное зерно. Для сплавов системы Al–Cu, константа Холла-Петча лежит в диапазоне от 0,08 до 0,28 МПа×м^{0,5}[95].

Дисперсионное упрочнение. Этот механизм – результат торможения дислокаций частицами вторых фаз, образуемых при распаде ПТР. Характер взаимодействия подвижных дислокаций с частицами напрямую зависит от последних, а именно типа, строения, свойств, когерентности, размеров, формы, плотности и характера распределения. Например, численная плотность гомогенно выделяющихся ГП-зон крайне велика (достигает порядка 10¹⁷-10¹⁹ см⁻³ [96–100]) и расстояние между ними мало (<10 нм[2]). Поэтому для их огибания требуются

более высокие напряжения, чем для их перерезания. Так же поля упругих напряжения вокруг зон вносят некоторый вклад в упрочнение.

Конкретный механизм взаимодействия движущихся дислокаций с выделениями зависит, прежде всего, от когерентности выделений, их размеров, кристаллической структуры, плотности их распределения в объёме матрицы (т.е. расстояние между ними). В литературе принято разделять частицы (препятствия) на «жесткие» и «мягкие». «Жесткие» не деформируются, а вызывают изгибание дислокации и образование вокруг частиц замкнутой петли Орована в плоскости скольжения. «Мягкие» же под действием дислокаций перерезаются (деформируются).

Для учёта «жестких» сферических частиц, применяется уравнение Орована:

$$\Delta \tau = \frac{\mu b}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{1}{\lambda} \ln \frac{\pi d}{4b}$$
(1.9)

где v – коэффициент Пуассона, λ – эффективное расстояние между частицами в плоскости скольжения, d – средний диаметр частиц. Учитывая пластинчатую форму выделений (например θ' - и Ω -фаз) Nie Jian-Feng [4] с соавторами вывели уравнения для частиц равномерно распределенных вдоль матричных плоскостей {001} и {111}, соответственно:

$$\Delta \tau = \frac{\mu b}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{1}{(0.931\sqrt{\frac{0.306\pi dt}{f}} - \frac{\pi d}{8} - 1.061t} \ln \frac{1.225t}{b}$$
(1.10)

$$\Delta \tau = \frac{\mu b}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{1}{(0.931\sqrt{\frac{0.265\pi dt}{f}} - \frac{\pi d}{8} - 0.919t} \ln \frac{1.061t}{b}$$
(1.11)

Здесь f – объемная доля, а t – толщина частицы.



Рисунок 1.4. Проекция пересечения {001} пластинообразных частиц в {111} а.

Перерезаемые частицы могут тормозить движение скользящих дислокаций посредством различных механизмов, тем самым вызывая упрочнение за счёт: создания новой межфазной границы (interfacial/chemical strengthening), формирования дефекта упаковки (staking-fault strengthening), когерентных напряжений (coherency strengthening), различия в модулях

упругости матрицы и частицы (modulus hardening), присутствия упорядоченной структуры (order strengthening). В общем виде все эти механизмы принято записывать в виде:

$$\Delta \tau = (\frac{2}{b\sqrt{\Gamma}})(\frac{1}{L_{\rm P}})(\frac{F}{2})^{\frac{3}{2}}$$
(1.12)

где Γ – сила линейного натяжения дислокации в матрице, $L_{\rm P}$ – среднее расстояние между центрами пластин, F – сила сопротивления к перерезанию частиц. Несмотря на то, что перерезание частиц известно давно, на практике учитывают 2 главных механизма упрочнения: создания новой межфазной границы и наличие упорядоченной структуры.

Суммирование механизмов упрочнения. Зачастую прочностные свойства реальных металлов и сплавов достигаются за счёт работы нескольких механизмов упрочнения одновременно. Если в структуре присутствует два и более препятствия, в общем случае прочность можно представить как суперпозицию действующих вкладов [101–103]:

$$\sigma_{0,2} = \sum_{i=1}^{n} (\sigma_i^{\ m})^{\frac{1}{m}}$$
(1.13)

где $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести материала, *n* – число вкладов от действующих механизмов (σ_i). Однако точно показатель *m* определить довольно сложно, но считается [60] что для разных типов препятствий он лежит в диапазоне между 1 (Уравнение 1.3) и 2.

1.8 Обоснование выбора материала

Типичный химический состав высокопрочного сплава AA2519 представлен в Таблице 1.3 [1]. Как видно, соотношение Cu/Mg и Mg/Si могут быть большими, что даёт возможность исследовать процессы выделения и роста частиц Ω-фазы.

Таблица 1.3. Типичный состав сплава в вес.% АА2519.									
Cu	Cu Mn Mg Ti Zr V Fe Si Fe+Si Al								
5,3-6,4	0,1-0,5	0,05-0,4	0,02-0,1	0,1-0,25	0,1-0,25	0,30	0,25	0,4	OCT.

Благодаря великолепным механическим свойствам (прочности и ударной вязкости, сопротивлению коррозии под напряжением), возможности получения почти равнопрочных соединений (методом сварки трением с перемешиванием), а главное устойчивости с баллистическим проникновениям, исследуемый сплав нашёл своё применение в области военной техники [1,38,104–106]. Известно [105–110], что его используют в качестве структурного материала корпуса американской улучшенной десантно-штурмовой машины AAAV (Advanced Amphibious Assault Vehicle) и южнокорейской боевой машины пехоты K21. Что касается авиакосмической отрасли, вероятно сплав AA2519 сможет заменить предшественник (AA2219), используемого в качестве материала водородных баков американского многоразового транспортного космического корабля-челнока Спейс Шаттла (Space Shuttle). В российском производстве из сплава 1201 (аналог AA2219) изготовлены

сварные топливные баки ракеты «Протон-М»[111] и кабина корабля «Буран»[112]. Таким образом, можно заключить, что на сегодняшний день сплав является современным и актуальным.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Методики, использованные в работе можно разделить на два типа: первый, методики для определения микроструктуры и фазового состава и второй, для определения статических механических свойств. Для микроструктурного анализа использовались современные методики растровой и просвечивающей электронной микроскопии, а так же рентгеноструктурного анализа. Механические свойства определяли путем измерения микротвёрдости и проведения испытаний на растяжение.

2.1 Материал исследования и режимы его обработки

Согласно поставленной задаче, в качестве материала исследования был выбран один из сплавов системы Al–Cu–Mg, полученный методом полунепрерывного литья с высокой скоростью кристаллизации. Химический состав, представленный в Таблице 2, был определен методом оптико-эмиссионного анализа с использованием прибора Foundry-Master UVR.

Таблица 2.1. Химический состав сплава АА2519 (в вес.%).											
Cu	Mn	Mg	Zr	Ti	V	Zn	Fe	Sn	Ni	Si	Al
5,64	0,33	0,23	0,15	0,11	0,09	0,08	0,08	0,04	0,02	0,01	основа

Прежде всего, для гомогенизации структуры сплав отжигали при 510°С на протяжении 24 часов. Охлаждение проводили с печью. Затем для изучения термической обработки (ТО), типа Т4 и Т6, заготовки с размерами 55×120×155 мм³ подвергали изотермической (T~400°C) осадке до размеров $41 \times 155 \times 160 \text{ мм}^3$ ($\epsilon \sim 0.3$), а затем горячей (T=425°C) прокатке с обжатием 75% (ε~1,3). Для изучения HTMO (типа Т8), заготовки с размерами 100×120×200 мм осадили (ε ~ 1) изотермически (T ~ 400°C). В обоих случаях осадка производилась вдоль главной оси образцов поворотом на 90° между проходами. Из полученных плит для HTMO с помощью электроэрозионного станка Sodick AQ300L вырезали пластины сечением 45×250 мм² и различной толщиной: 3,0; 3,33; 3,75; 5; 7,5; 10 и 15 мм. Для исследования влияния РКУП на микроструктуру были вырезаны прутки с размерами 20×20×100 мм. Исходная толщина пластин диктовалась степенью обжатия при дальнейшей прокатке, конечная же была одинаковой для всех 3 мм. Из плит для ТО вырезали стандартные образцы на растяжение. Пластины, прутки и плоские образцы обрабатывались на твёрдый раствор при 525°C в течение 1 часа с последующей закалкой в холодную воду. Для определения температуры обработки на твёрдый раствор и гомогенизации использовали дифференциальную сканирующую калориметрию на установке SDT Q600 фирмы TA Instruments.

Для обработок по режимам Т4 и Т6 образцы подвергались старению при комнатной и повышенных температурах, соответственно. Для Т8Х (где X – величина относительного

обжатия) закалённые пластины подвергали прокатке при комнатной температурах с обжатиями 0, 10, 20, 40, 60, 70, 80% и последующему старению. При прокатке использовали двухвалковый стан фирмы Hankook M-Tech Industries с валками диаметром 300 мм. Шаг деформации составлял 10% за проход, скорость прокатки 10 м/мин. Обжатие (Х%) и истинная (логарифмическая) степень деформации (є) при прокатке определяли по формулам [113]:

$$X(\%) = \frac{h_i - h_f}{h_i}$$

$$\varepsilon = \ln \frac{h_i}{h_f}$$
(2.1)

где h_i и h_f – начальная и конечная толщины пластины, соответственно. Для РКУП использовали матрицу с каналами сечением 20×20 мм. Каналы имели L-образную конфигурацию с углом пересечения 90° и внешним углом скругления ~1°. Истинная степень деформации, достигаемая за один проход при такой конфигурации матрицы составляет ~1. Для второго прохода, как наиболее эффективного, был выбран маршрут B_C, при котором происходит поворот заготовки на 90° [62].

Как правило, полуфабрикаты из стареющих алюминиевых сплавов после закалки обязательно правят растяжением или прогладкой [1,2,16]. При этом степень деформации ограничивают в диапазоне 1-3%. Для исследования малых степеней деформации, образцы, обработанные на твёрдый раствор, растянули до фиксированных значений деформации: 1, 3 и 7% ($\varepsilon \sim 0,01, 0,03 \text{ и } 0,07$) и так же искусственно состарили. Эти обработки обозначены T81, T83 и T87. Начальная скорость деформирования 1,3 × 10⁻³ s⁻¹, а деформация измерялась с помощью высокоточного контактного экстензометра. Все операции термической обработки в работе были проведены с использованием электрических печей с принудительной циркуляцией воздуха.

2.2 Методы механических испытаний

2.2.1 Определение микротвёрдости по Виккерсу

Очевидно, длительность старения крайне важна для подготовки образцов с необходимым фазовым составом. Наиболее универсальным методом контроля свойств в процессе старения является измерение микротвёрдости. В работе её определяли в соответствии с ГОСТ 9450-76 на твердомере Wolpert 402-MVD оснащенном четырехгранной алмазной пирамидой. Время выдержки образца под нагрузкой 0,2 Н составляло 10 секунд. Величину микротвёрдости определяли по формуле:

$$HV_{0,2} = 0,189 \times \frac{F}{d^2}$$
(2.2)

где *d* – среднеарифметическое длин обеих диагоналей отпечатка, после снятия нагрузки *F*.

Поверхность испытуемых образцов предварительно шлифовали на абразивной бумаге с понижением зернистости до Р4000 (по классификации FEPA). При смене зернистости бумаги происходила смена направления шлифовки. Затем шлифованную поверхность полировали при комнатной температуре электролитическим методом на установке Struers LectroPol-3 в растворе 30% HNO₃ и 70% CH₃OH и напряжении 20 В. После полировки образцы последовательно промывались в C₂H₅OH и дистиллированной воде. Для каждого состояния проводилось не менее 12 уколов: самое большое и самое малое значения не учитывались, а оставшиеся десять усредняли и находили стандартное отклонение (s) по формулам:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_{i}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_{i} - \bar{x})^{2}}{n - 1}}$$
(2.3)

где \bar{x} – среднее значение величины, определенное в результате x_i (i=1, 2,..., n) испытаний, n – число измерений (испытаний). Далее в работе определенные величины будут приведены в виде $\bar{x}\pm s$.

2.2.2 Испытания на растяжение

Статические испытания на растяжение и пред-деформацию плоских образцов проводили согласно ГОСТ 1497-84 при комнатной температуре на универсальной электромеханической испытательной машине Instron 5882. Для контроля степени деформации использовался высокоразрешающий контактный экстензометр МFX 500. Длина, ширина и толщина рабочей части образцов составляла 35, 7 и 3 мм, соответственно Скорость деформирования была постоянной и равна 2 мм/мин, что соответствует начальной скорости деформации $1,3 \times 10^{-3}$ с⁻¹. Все образцы вырезались вдоль (L-ориентация) направления деформации. Для каждого состояния было испытано не менее трёх образцов. В процессе растяжения осуществлялась запись и анализ диаграммы растяжения, из которой с помощью программного обеспечения определяли условный предел текучести ($\sigma_{0,2}$), временное сопротивление разрушению (σ_{B}), относительное равномерное удлинение (ε_{U}) и относительно удлинение до разрушения (δ). Средняя величина и отклонение определяли по Формуле 2.3.

2.3 Методы исследования структуры

2.3.1 Растровая электронная микроскопия

Качественный и количественный анализ микроструктуры проводили с использованием растровых электронных микроскопов FEI Nova NanoSEM 450 и Quanta 600 3D, оснащенных современными системами микроанализа. В него входят энергодисперсионный спектрометр (EDS), а так же приставка для анализа текстуры или преимущественной ориентации методом автоматической регистрации дифракции обратно рассеянных электронов. При помощи программного обеспечения строились ориентационные карты микроструктуры (EBSD-карты), которые не подвергались какой-либо процедуре чистки. Точки с неявно идентифицированной ориентировкой кристалла, в которых показатель достоверности (Confidence Index) составлял менее 0,1, были обозначены черным цветом и не учитывались. Высокоугловыми (ВУГ) считались границы с разориентировкой $\theta >15^\circ$, а малоугловыми (МУГ) $2^\circ >0>15^\circ$. На гистограммах распределения разориентировок синей линией обозначалось случайное распределение, либо как его ещё называют распределение Макензи. Кристаллиты полностью окруженные ВУГами, субзернами полностью окруженные МУГ. Средний размер структурных элементов оценивали методом случайных секущих с использованием формул:

$$D_i = \frac{L_i}{n} \tag{2.4}$$

где D_i – средний размер зерна, полученной для *i*-ой секущей, L_i – длина *i*-ой секущей, n – общее количество пересечений границ с *i*-ой секущей, средний размер элемента и среднее квадратичное отклонение определяли из формул 2.3.

Плотность границ того или иного типа определяли по формуле:

$$\gamma = \frac{L}{A} \tag{2.5}$$

где *L* – длина границ (МУГ или ВУГ), *A* – площадь карты. Длину границ и средний угол разориентировок, θ_{AV}, и средний угол разориентировки кернела, θ_k, определяли автоматически в программе EBSD-анализа TSL OIM Analysis. Известно [114,115], что используя величину θ_k можно определить плотность дислокаций согласно формуле:

$$\rho_{\text{EBSD}} = \frac{2\theta_{\text{k}}}{bh\sqrt{3}} \tag{2.6}$$

где *h* – шаг сканирования.

2.3.2 Просвечивающая электронная микроскопия

Для исследования тонкой структуры использовали просвечивающие электронные микроскопы (ПЭМ) JEOL JEM-2100 и FEI Tecnai G² при ускоряющем напряжения 200 кВ. Из предварительно шлифованных (до толщины ~100° μ m) тонких пластин, вырезались фольги диаметром 3 мм. Для подготовки фольг для ПЭМ (и EBSD-анализа) поверхность дисков утоняли с обеих сторон (до образования маленького отверстия) струйной электрополировкой с использованием установки Struers TenuPol-5 в растворе 25% HNO₃ + 75% CH₃OH, охлаждённого до -30°C и напряжении 20 В. После полировки образцы последовательно промывались в метаноле и дистиллированной воде.



Рисунок 2.1. Схема дифракции электронов в оси зоны $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ (a) и $\langle 011 \rangle_{\alpha}$ (б). В последующем зеленый и красный цвета будут ассоциироваться с θ' - и Ω -фазой, соответственно. Оранжевый круг показывает положение апертуры для получения темнопольных изображений.

Для идентификации фаз применялся метод дифракции от выбранной области. В целях сравнения дифракционных эффектов использовалась апертура одного размера (0.64 µм). Из полученных светлопольных и темнопольных ПЭМ снимков определяли диаметр и толщину пластин. Чтобы улучшить контраст снимков электронный пучок ориентировали вдоль осей зоны с низкими индексами: <100>_а и <011>_а. Когда луч находится в оси зоны <001>_а, на плоскость снимка проецируется 2 варианта (из трёх) ортогональных пластин с плоскостью габитуса {100}_а, а в оси зоны <011>_а видны 2 варианта (из четырёх) пластин с плоскостью габитуса {111}_α и один вариант пластин с плоскостью габитуса {100}_α. Как известно, частицы выделяющиеся вдоль {001}_α и {111}_α являются частицами ГП-зон/θ"/θ'- и Ω-фаз, соответственно. Схемы дифракции основных упрочняющих фаз представлены на Рисунке 2.1. Для определения средних геометрических размеров (длины L и толщины W) частиц θ' -фазы использовались темнопольные снимки, с помощью вырезания дифрагированного рефлекса (011)_а (Рисунок 2.1.). Под коэффициентом формы (КФ) частиц подразумевается отношение длины к толщине частиц. Чтобы получить статистически значимые данные для каждого состояния были подсчитаны размеры >1000 частиц с использованием не менее 10 снимков. Все распределения подвергались проверке на тест Чена-Шапиро. При допустимом уровне (уровне значимости) 0,05 все данные имеют нормальное распределение. Среднее значение длины и толщины, а так же ошибка измерения, частиц были определены с помощью Формул 2.3.

Для определения численной плотности (N_V) и объемной доли (f_V) частиц определенной фазы был использован подход, который предложил Наи [60] и успешно апробирован в работах [59,116].

$$N_{V} = \frac{N_{T}}{A_{S}(t + D_{t})}$$

$$N_{T} = N(1 + \frac{t + D_{t}}{C\sqrt{A_{S}}})$$

$$D_{m} = \frac{t + \frac{\pi}{4}D_{t}}{t + D_{t}}D_{t}$$

$$f_{V} = \frac{N_{V}\pi D_{t}^{2}W}{4}$$
(2.7)

Здесь, $A_{\rm S}$ – площадь снимка, t – толщина фольги, N – количество частиц подсчитанных частиц на снимке, W – средняя толщина пластины, $D_{\rm m}$ – средний измеренный диаметр частицы. Коэффициент C, учитывает количество вариантов, которые не видны на снимке. Он равен 1 или ½ для частиц с габитусной плоскостью {100}_α и {111}_α, соответственно. Толщину фольги оценивали с помощью дифракции в сходящемся пучке (CBED) и метода диффузионных колец Kossel-Möllenstedt [51,54,117]. Плотность дислокаций по микрофотографиям ПЭМ (ртем) оценивали согласно формуле:

$$\rho_{\rm TEM} = \frac{1}{t} \left(\frac{n_1}{L_1} + \frac{n_2}{L_2} \right) \tag{2.8}$$

где, n_1 и n_2 – количество пересечений линий дислокаций с серией ортогональных линий, общая длина которых L_1 и L_2 .

2.3.3 Рентгенографический анализ

Известно, что дефекты кристаллического строения (в том числе и дислокации) проявляются в уширении профиля рентгеновских линий. Несомненным достоинством определения плотности дислокации рентгеновским методом является большой объем характеризуемого материала. При исследовании дефектной структуры проводился анализ профилей дифракционных пиков: по уширению дифракционных линий определяли вклады, связанные с размерами областей когерентного рассеяния (d_c) и микронапряжениями ($\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$). Для определения напряжений второго рода в работе использовался модифицированный метод Ритвелда и программное обеспечения MAUD, позволяющее сглаживать экспериментально полученные пики. Плотность дислокаций была определена по формуле:

$$\rho_{XRD} = \frac{2\sqrt{3}\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{d_{\rm C} \cdot b} \tag{2.8}$$

Перед сканированием образцы шлифовали, полировали на суконных кругах и пастах, а последним этапом была электролитическая полировка. Рентгеновские спектры с диапазоном 35°-125° и шагом сканирования 0,02° были получены на дифрактометре Smart Lab Rigaku, с источником Сu Kα излучения. В качестве эталона использовался сплав AA2519 после холодной прокатки с обжатием 90% (ε~2,3), отжига при 500°C в течение 2,5 часов и охлаждения с печью.

ГЛАВА 3. МИКРОСТРУКТУРА И ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

3.1 Микроструктура и фазовый состав сплава после литья и гомогенизации

В состоянии поставки исследованный Al–Cu–Mg сплав обладал крайне низкими механическими свойствами: $\sigma_{0,2}$ =140±3 MПа, σ_B =253±2 MПа и δ =10±1%. Исходная структура центральных объемов слитка представлена на Рисунке 3.1. Как видно, слиток имел дендритную структуру с расположением колоний избыточных фаз по границам дендритных ячеек – сечений ветвей дендритов плоскостью шлифа. Размер дендритной ячейки составлял ~200 µм. Карты распределения легирующих элементов и локальный химический анализ подтверждают присутствие двух основных фаз: α (Al) и эвтектической θ (Al₂Cu), выделяющаяся по границам ячеек. Следует так же отметить присутствие марганца, зарегистрированного с помощью локального химического анализа, как по границам, так и внутри дендритной ячейки.



Рисунок 3.1. Снимок РЭМ (а) и карты распределения алюминия (б) и меди (в) в исследованном AA2519 в литом состоянии.

Содержание Си в сплаве не превышает максимальную растворимость в алюминии (5,65 при 548,2°С), поэтому формирования крупных вторых фаз по границам зерен не происходит. Известно [118,119], что это значительно повышает коррозионную стойкость, вязкость разрушения и циклическую усталость. Для подбора температуры гомогенизации и обработки на твёрдый раствор использовался термический анализ. На исунке 3.2 представлены ДСК-кривые сплава после литья, гомогенизации и горячей обработки давлением. При T=541°C на кривой наблюдается эндотермический эффект, связанный с растворением эвтектики Al+θ. После гомогенизации и горячей обработки давлением величина пика уменьшается.



Рисунок 3.2. Кривые ДСК при нагреве образцов Al–Cu– Мg сплава. Скорость нагрева составляла 2°С/мин. центральных областей сплава после гомогенизации по режиму 510°С - 24 часа представлена на Рисунке 3.3. Очевидно что происходит растворение избыточной θ-фазы, как вдоль границ дендритов так и в теле дендритной ячейки. Bo время медленного охлаждения с температуры гомогенизации происходит распад твёрдого

Микроструктура

раствора меди в алюминии с образованием мелких дисперсных частиц, наблюдаемых в теле зёрен.



Рисунок 3.3. Микроструктура сплава (а) и результаты локального химического анализа после гомогенизации внутри зерна (б) и границы (в).

3.2 Стадийность фазовых превращений при естественном старении

Очевидно, что механическое поведение термоупрочняемых алюминиевых сплавов контролируется микроструктурой. После обработки на твёрдый раствор и последующей закалки атомы легирующих элементов (Си и Mg) распределены равномерно [22], однако система находится в состоянии с повышенным уровнем свободной энергии. Поэтому уже в



Рисунок 3.4. Микроструктура сплава AA2519 после естественного старения в течение: а) 1 час, б) ~72 часов, в) и г) ~1440 часов. Электронно-микроскопическое изображение в режиме прямого разрешения решётки (г) и картины микродифракции, полученные их Фурье преобразованием (вставка) подтверждают присутствие зон Гинье-Престона и Гинье-Престона-Багаряцкого. Все снимки получены при ориентации электронного луча вдоль оси зоны $<001>_{\alpha}$. Пара чёрных стрелок указывает на «линию нулевого контраста» когерентной частицы Al₃(Zr,Ti) и свидетельствует о том, что изображение находится в фокусе. Желтые круги указывают рефлексы зон Гинье-Престона-Багаряцкого.
кротчайшие сроки в микроструктуре начинается формирование полностью когерентных кластеров\ГП-зон. Это связано с огромной движущей силой для выделения кластеров\зон во время, необходимое для пробоподготовки фольг для ПЭМ. Известно [120] что ГП-зоны вызывают сжатие алюминиевой матрицы [96], что отражается в своеобразном контрасте ПЭМ-снимков [96,121,122]. Следует отметить, что ГП-зоны обнаруживаются даже в твёрдом растворе [27,96,123–125], но из-за малого расстояния между ними (~150 Å [124]) и крошечных размеров (~2 нм) их крайне тяжело различить даже при высоких (0,5 млн.) увеличениях [126]. Микроскопия высокого разрешения (HR-TEM), а также ионно-зондовая полевая микроскопия (atom-probe field ion microscopy) обнаружили существование независимых Сu, Mg, Cu-Mg



Рисунок 3.5. Снимки ПЭМ и соответствующие картины дифракции, демонстрирующие микроструктуру сплава после старения в течение 0,5 (а, б) и 3 (в, г) часов. Снимки получены в оси зоны $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ (а, в) и $\langle 011 \rangle_{\alpha}$ (б, г). Синими, зелеными и красными стрелки отмечены частицы θ'' -, θ' - и Ω -фаз. Рефлексы, характерные для θ' -пластин выделены зеленым кругом [126].

кластеров и комплексов типа Cu-Mg-вакансия [25–33]. Причём последние считаются эффективными местами гетерогенного зарождения ГП-зон [26,28]. На картинах дифракции электронов, ГП-зоны проявляют себя в виде сетки непрерывных диффузионных тяжей через рефлексы {200}_α вдоль направления <001> [19,126].

На Рисунке 3.4 представлена эволюция фазового состава в процессе естественного старения сплава Al-Cu-Mg. На снимках а) и б) видно присутствие ГП-зон. А при развитии процесса естественного старения их плотность увеличивается, об этом свидетельствует усиление интенсивности диффузионных тяжей на картинах дифракции. Так же интересно отметить асимметричность матричных рефлексов на картинах дифракции, наблюдаемых после достижения пикового старения (Рисунок 3.4в). Дополнительные рефлексы, отмеченные жёлтыми кругами, согласно современным представлениям, связаны с зонами Гинье-Престона-Багаряцкого. Они представляют собой когерентные стержнеобразные скопления диаметром ~1-2 нм и длиной ~4-8 нм [19,127-133]. Для интерпретации этих частиц дополнительно был использован метод математического моделирования картин дифракции электронов, который основан на быстром преобразовании Фурье (БПФ) изображений просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. Он так же подтвердил наличие зон ГП и ГПБ [19,127,134,135]. В литературе данные о структуре ГПБ-зон противоречивы [19]. Обычно разделяют 2 типа зон (ГПБІ и ГПБІІ) с различным пространственным расположением атомов в оболочке и внутренних областях. Представленные картины дифракции электронов и БПФ могут свидетельствовать о присутствии ГПБП, состоящей из 1 или 2 ячеек или скоплений из 2-х ячеек с одномерной трансляционной периодичностью вдоль направления <100>_{A1} [136]. Таким образом можно подытожить, что в результате естественного старения сплава АА2519 с большим отношением Cu/Mg максимальное значение прочности обеспечивается за счёт формирования зон смеси ГП- и ГПБ-зон. Стоить отметить, что ранее формирование зон ГПБ наблюдалось при значительно меньших отношениях Си/Мg и высокотемпературном старении [127–131].

3.3 Стадийность фазовых превращений при искусственном старении

Не смотря на то, что сплав AA2519 был запатентован более 30 лет назад, данные о его фазовом составе крайне противоречивы. В некоторых работах [55,106,137] авторы не упоминают об Ω -фазе, а рефлексы характерные для неё связывают с присутствием стабильной θ -фазы. В других же [105,138] несмотря на низкий (0,04вес.%) уровень Si, частицы Ω -фазы в структуре обнаружены не были. Поэтому перейдём к рассмотрению эволюции фазового состава сплава в процессе старения при T=190°C. В общем случае в Al–Cu сплавах, процесс распада пересыщенного твёрдого раствора может быть записан в следующей последовательности:

$$\Pi TP \to \Gamma\Pi$$
-зоны (Al₃Cu) $\to \theta''$ (Al₃Cu) $\to \theta'$ (Al₂Cu) $\to \theta$ (Al₂Cu) (3.1)

Малые добавки Mg и низкий уровень Si обеспечивают реакцию с габитусной плоскостью {111} (1.2). Необходимо помнить, что каждый продукт распада имеет свой стехиометрический состав и что более важно – кристаллическую структуру, отличающуюся от предшественника. Считается что ГП-зоны и θ'' -фаза выделяются гомогенно, а θ' и θ – гетерогенно на дефектах кристаллической решетки (прежде всего дислокациях и границах зерен). Не так давно, было продемонстрировано гетерогенное выделение частиц Ω -фазы на МУГ-границах и поверхности раздела θ' /матрица [139].



Рисунок 3.6. Микроструктура сплава после старения при 190°С в течение 12 часов. а) светлопольный снимок в оси зоны $\langle 001 \rangle_{\alpha}$, б) темнопольный снимок участка а), с использованием рефлексов θ' -фазы ($\{011\}_{\alpha}$), в) снимок в оси зоны $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ и соответствующая картина дифракции (г). Рефлексы, характерные для Ω -фазы отмечены красными кругами [126].

Эволюция фазового состава исследуемого Al–Cu–Mg сплава в процессе старения при 190°С представлена на серии Рисунков 3.5-3.7. Ключевые морфологические характеристики: размеры, численная плотность и объемная доля фаз-упрочнителей приводятся в Таблице 3.1.

Анализ ПЭМ-изображений и картин дифракции электронов от выбранной области показал, что после 30 минутного искусственного старения, фазовый состав представлен ГПзонами (непрерывные диффузионные тяжи) и крошечными Ω -частицами (Рисунок 3.5а, б), выделяющимися вдоль матричных плоскостей {111}. При этом зачастую рефлексы от последней фазы отсутствуют, что можно связать с её малой объемной долей. Старение в течение трёх часов (Рисунки 3.5 в, г) приводит к растворению ГП-зон, но при этом приносит в структуру равномерно распределенную θ'' -фазу (прерывистые тяжи[140,141]), а так же гетерогенно выделенную на дислокациях θ' -фазу.



Рисунок 3.7. Темнопольные (а, в) и светлопольные (б, г) снимки ПЭМ, демонстрирующие микроструктуру Al–Cu–Mg сплава после старения в течение 20 (а, б) и 50 (в, г) часов [126].

В максимально упрочнённом состоянии сплава (после 12 часов старения) на снимках ПЭМ (Рисунок 3.6) явно обнаруживается смесь трёх фаз: θ'' , θ' и Ω . Использование запрещенного $\{011\}_{\alpha}$ рефлекса для темнопольных фотографий (Рисунок 3.6б) позволило отделять пластины θ' - от θ'' -фазы. Присутствие частиц Ω однозначно подтверждается морфологией, диффузионными <111> α тяжами и набором рефлексов на позициях 1/3 и

 $2/3{022}_{\alpha}$ (красные круги на Рисунке 3.6г) [46]. Стоит так же отметить крайне высокий (<100) коэффициент формы у $\{111\}_{\alpha}$ пластин (Таблица 3.2).

Дальнейшее искусственное старение в течение 20 часов вызывает растворение θ'' , а после 50 часов этот процесс завершается. Об этом свидетельствует анализ характерных для неё диффузионных тяжей. В отличие от Ω , размеры θ' -пластин увеличиваются не значительного, однако объемная доля обеих фаз растет (Таблицы 3.1, 5.3.). Таким образом, можно заключить что перестаривание сплава связано с исчезновением полукогерентных θ'' и укрупнением Ω и θ' .

Таблица 3.1. Влияние времени искусственного старения на характеристики пластин, с плоскостью габитуса {001}_α. КФ – коэффициент формы.

Время		Размер пл	астин, нм	<u></u> የወ	Численная	Объемная	
старения, ч		диаметр	толщина	. ΚΨ	плотность, $\#/{\rm m}^{-3}$	доля, %	
3 ПИК I	θ″	21,0±7,5	1,23±0,36	17,15	$1,5\pm0,2\times10^{22}$	0,7±0,2	
12 ПИК II		132,2±76,6	4,45±1,22	29,7	4,0±0,3×10 ²⁰	2,4±0,9	
20 ПИК III	θ'	133,3±84,6	5,40±1,49	24,67	$4,0\pm0,4\times10^{20}$	2,3±0,7	
50		132,5±80,0	5,83±1,85	22,71	3,9±0,2×10 ²⁰	3,3±0,8	

3.4 Механическое поведение сплава в процессе старения

Подбирая режим старения, очень удобно строить графики в координатах прочность\твёрдость – время старения. Как правило, прочность\твёрдость сплавов с увеличением продолжительности старения возрастают, достигают максимума и затем снижаются. Старение до достижения максимальных прочностных свойств называется упрочняющим, а после максимума – разупрочняющим [2]. Зависимости микротвердости от времени старения (так называемые «кривые старения») сплава AA2519 представлены на Рисунке 3.8.

Очевидно что сразу же после закалки твёрдость Al–Cu–Mg сплавов преимущественно зависит от содержания Cu и Mg. Микротвёрдость исследованного сплава низкая и составляет 95,7 \pm 1,1 HV_{0.2}. Эта величина одного порядка с ~89 HV для Al–5,46%Cu и 90 HV_{0.1} у предшественника AA2219 [25–27,104,118,142,143]. Дальнейшие изменения твёрдости напрямую связаны с выделением зон, фаз и их смеси.

Чуть более суток твёрдость сплава остаётся неизменной. При достижении ~200 и ~1000 часов, на кривой наблюдается ~4% и ~30% прирост твёрдости, соответственно. Далее

твёрдость остаётся на неизменном уровне (128,3±1,5 HV_{0.2}) вплоть до 5000 часов. Необходимо отметить, что малые добавки магния (0,23 вес.%) в исследуемом сплаве AA2519 обеспечивают твёрдость на 60% большую, по сравнению с предшественником AA2219T4 [55,144–146].



Рисунок 3.8. Эволюция микротвёрдости сплава в зависимости от времени естественного (обработка Т4) и искусственного старения (обработка Т6).

Во время искусственного старения сплав демонстрирует совершенно другое поведение. Так, прирост микротвёрдости на 40% наблюдается уже после 1 часа, а после 3-х часов на кривой присутствует явный пик, сменяющийся платом вплоть до 9ти часов. При достижении 12 часов наблюдается второй пик, после которого наблюдается спад твердости вплоть до 50 часов, означающий перестаривание. Наличие двух пиков, разделённых плато, на «кривых старения»

Таблица 3.2. Механические свойства сплава Al-Cu-Mg после старения.									
Режим		Время	Микротвё	σ _{0,2} ,	σ _в , МПа	Удлин	σ _{0.2} /		
		старения,	рдость,	МПа		%	σ _B		
		Ч	HV _{0.2}			ε _U	δ	- D	
Зака	лка	<1	95,7±1,1	136,2±1,3	349,3±2,1	22,1±0,6	28,4±1,4	0,390	
T2	1	>10 ³	128,3±1,5	305,0±1,0	455,0±1,3	18,4±0,5	19,9±0,5	0,670	
	Ι	3	144,5±3,7	289,2±0,5	425,7±0,5	17,7±0,5	21,4±0,5	0,679	
T6	II	12	148,5±2,0	292,3±0,5	408,8±1,7	14,7±0,5	16,3±1,3	0,715	
	III	20	137,8±3,0	289,0±1,0	410,7±1,5	10,0±0,5	13,6±0,5	0,704	
Te	5	50	126,3±2,8	278,7±0,5	393,7±1,2	7,3±0,3	10,6±0,6	0,708	

характерно для сплавов системы Al-Cu, при условии >4% Cu и подходящей температуры [33,36,123,144,147-149]. Так же был зарегистрирован третий, лежащий в диапазоне

погрешности, крайне слабый пик при 20 часах. Его нельзя было проигнорировать, поскольку как твёрдость, так и прочность образцов, состаренных 20 часов выше, чем у образцов после 18 и 22 часов старения. Пиковая величина твёрдости первых двух пиков ~144 HV_{0.2} не зависит времени старения. Интересно отметить, что после 100 часов естественного старения и 40 часов искусственного твёрдость сплава одинакова.



Рисунок 3.9. Типичные кривые растяжения сплава в закаленном состоянии и после естественного (режим T4) и искусственного старения (режим T6). В квадратных скобках указаны времена старения.

Типичные кривые инженерное напряжение (σ) – деформация (ε) свежезакаленного сплава, а так же после различных режимов старения, представлены на Рисунке 3.9. Принципиальные значения условного передела текучести, временного сопротивления, однородного удлинения, удлинения до разрушения, отношения $\sigma_{0.2}/\sigma_B$ включены в Таблицу 3.2. Последнее отношение представляет собой деформационное упрочнение. Параболическая форма состояний материала и является кривых идентичная для всех характерной для термоупрочняемых сплавов. С первого взгляда очевидно присутствие осцилляций на кривых растяжения. Это явление, так же известное как эффект Портевена-Ле Шателье (ПЛШ), соответствует потери стабильности пластического течения и локализации пластической деформации, что приводит к преждевременному разрушению материала. Динамическое эффект, деформационное старение, ответственное за связано с взаимодействием (чередующимся закреплением и отрывом) движущихся дислокаций и растворенными атомами. Зачастую этот эффект наблюдается в сплавах свежезакалённых, однако в исследуемом сплаве Al-Cu-Mg скачки (отмечены черными стрелками) присутствуют при временах старения <20 часов. Скорее всего, это связано с присутствием твёрдого раствора.

Как и ожидалось, условный передел текучести, $\sigma_{0,2}$, свежезакалённого материала низкий (~136 МПа), но $\sigma_{\rm B}$ и пластичность высокие. Естественное старение длительностью 2 месяца обеспечивает 124 и 30% прирост в $\sigma_{0,2}$ и $\sigma_{\rm B}$, соответственно, однако пластичность снижается на 43%. На кривой Т4 не наблюдается нестабильностей пластического течения, а значения δ и $\varepsilon_{\rm U}$ практически равны.



Рисунок 3.10. Кривые зависимости истинных напряжений от истинной деформации при растяжении (черные линии) и кривые деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$ (красные линии) для сплава Al–Cu–Mg после старения. Число в квадратных скобках означает время старения. Бело-синими звёздами обозначен критерий неустойчивости пластического течения. В квадратных скобках указаны времена старения.

Удивительно, но показатели прочности и пластичности у сплава после искусственного старения ниже, чем после естественного, несмотря на более высокую твёрдость. Стадия деформационного упрочнения короче, при этом величина $\sigma_{0,2}$ практически не зависит он продолжительности старения, а после 20 часов $\sigma_{\rm B}$ начинает уменьшаться. Известно [16] что когерентные выделения θ'' создают сильные упругие деформации в матрице, однако полукорентые пластины θ' -фазы значительно сложнее перерезать дислокациями. Как и ожидалось, материал в перестареном состоянии (50 часов) обладает более низкими механическими свойствами. Это связано тем, что: 1) скользящие дислокации огибают выделения, а для этого требуется меньшие напряжения, чем для перерезания; 2) увеличение расстояния между частицами, за счёт их укрупнения; 3) замена полукогерентных пластин, когерентными, что обуславливает уменьшение или исчезновение полей упругих напряжений в

матрице [2]. Стоит отметить, что значения прочности и пластичности исследованного сплава выше, чем у предшественника - AA2219T6 [144].

Как известно [4,62,74], пластическая деформация металлов и сплавов характеризуется 5 основными стадиями деформационного упрочнения. Деформация начинается с I стадии, характеризующейся крайне малыми скоростями упрочнения, скольжение идёт по вдоль одной системы. Как правило, в поликристаллических материалах эта стадия не значительна. Стадия II, характеризуется высокой и почти постоянной скорость деформации. Для III стадии характерно параболическая форма σ - ε кривой, указывающей на быстрое снижение скорости упрочнения при увеличении напряжения течения. IV стадия характеризуется низкой и постепенно снижающейся скорости упрочнения и может достигать высоких степеней деформаций. Во время крайней V стадия скорости упрочнения уменьшается и достигает почти нуля [4]. Для анализа деформационного упрочнения, кривые растяжения были перестроены в терминах истинного напряжения (σ), производной (численной) напряжения по деформации ($d\sigma/d\varepsilon$) от истинной деформации (ε) [74]. Результаты представлены на Рисунке 3.10.

На экспериментальных кривых можно выделить 3 стадии. Стадия I – быстрое снижение деформационного упрочнения, Стадия II – переход от линейной к параболической зависимости, Стадия III – резкое падение деформационного упрочнения. Как известно, деформация происходит равномерно до тех пор, пока не будет выполнено условие $d\sigma/d\varepsilon=\sigma$, после чего начинается неустойчивое течение с образованием и развитием шейки. В иностранной литературе это называется критерий Консидера (Considère criterion) либо Бэкофена-Консидера [74]. Из Рисунка 3.10 видно, что II стадия у свежезакалённого сплава длительная, при этом начало нестабильности течения ($\sigma > d\sigma/d\varepsilon$) происходит из-за осцилляций напряжения – эффекта ПЛШ. После обработки T4 переход от II к III стадии совпадает с достижением условия Консидера, а II стадия ярко выраженная линейная. В результате материал достигает высоких значений σ_B , после которого начинается нестабильность пластического течения.

С другой стороны, искусственно состаренный сплав демонстрирует не очевидную III стадию. После 3 и 12 часов, начало нестабильности пластического течения связано с присутствием осцилляций напряжения. А после 20 и 50 часов кривая на II стадии имеет параболическую форму с низкой скоростью уменьшения $d\sigma/d\varepsilon$ с ростом ε . После достижения критерия Консидера (сине-белые звезды), какой-либо зависимости $d\sigma/d\varepsilon$ от ε не наблюдается. Поэтому преждевременная деформация сплава Al–Cu–Mg происходит из-за малой способности к деформационному упрочнению при малых деформациях. В дополнение этому, эффект ПЛШ облегчает начало нестабильности течение после пикового старения (3 и 12 часов).

3.5 Выводы по главе

- Краткосрочное естественное старение приносит в структуру сплава зоны Гинье-Престона, которые слабо влияют на механические свойства. После старение в течение ~1000 часов плотность зон ГП увеличивается, и в дополнение происходит осаждение зон Гинье-Престона-Багаряцкого. Это обеспечивает превосходное сочетание прочности и пластичности: σ_{0.2}=305 МПа, σ_B=450 МПа, ε_U~18%, δ~20%. Этот уровень свойств может быть связан с ярко выраженным деформационным упрочнением во время растяжения.
- Во время искусственного старения на зависимости твёрдости от времени обнаруживаются 3 пика, каждый из которых связан с определенным фазовым составом. Первый и второй пики твёрдости (3 и 12 часов при 190°С) обеспечиваются за счёт когерентной θ"-фазы, и смеси, состоящей из θ" и полукогерентных θ'-пластин, соответственно. Третий пик крайне слабый и находится в диапазоне погрешности. После 3 часов старения сплав AA2519 демонстрирует: σ_{0,2}=290 МПа, σ_B=425 МПа, ε_U~18%, δ~21%, а после 12ти: σ_{0,2}=292 МПа, σ_B=409 МПа, ε_U~15%, δ~16%. Перестаривание AI–Cu–Mg сплава связано с замещением θ" на θ'-фазу.
- Частицы Ω-фазы с габитусной плоскостью {111}_α и низкой численной плотностью присутствуют в сплаве после всех режимов искусственного старения. Их отличительной чертой является крайне высокий (>100) коэффициент формы.

ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА

4.1 Структурные изменения во время пластической деформации методами растяжения и холодной прокатки

Ha сегодняшний день считается, ЧТО оптимальные свойства высокопрочных термоупрочняемых сплавов сложно достичь используя режимы типа обработка на твёрдый раствор и старение (Т4 и Т6 по классификации Aluminum Association). Для получения максимальных показателей прочности сплавы необходимо подвергать НТМО типа Т8, которая включает операцию холодной пластической деформации, проводимую в промежутке между обработкой на твёрдый раствор и старение (Таблица 1.1). Упрочнение при обработке Т8 объясняется двумя причинами: 1) наклёпом за счёт увеличения плотности дислокаций; 2) усиление эффекта от старения. Последнее объясняется облегчением зарождения большего количества полукогерентных фаз на дефектах кристаллической решетки[16].



Рисунок 4.1. Микроструктура сплава после обработки на твёрдый раствор (а) и растяжения на 1% (б), 3% (в), 7% (г). FA, ND, TD и SD обозначают ось осадки, нормальное, поперечное и пред-растяжения направления, соответственно. Обратные полюсные фигуры приведены для направления растяжения.

В промышленности листовые полуфабрикаты после закалки обязательно правят растяжением или прогладкой со степенью деформации не больше 3%, но даже эта маленькая пластическая деформация значительно увеличивает упрочнение, достигаемое в результате старения [2,16]. На Рисунке 4.1 представлены EBSD-карты микроструктуры сплава AA2519 после обработки на твёрдый раствор и одноосного растяжения на 1, 3 и 7%. Как видно из рисунка, частично рекристаллизованная структура сохраняется и как-либо заметных изменений зёренной структуры не происходит. Средний размер кристаллитов и зерен равен ~10,5 μ M и 15,8 μ M, соответственно. Плотность границ меняется слабо: ρ_{MYT} =832,4×10³ м⁻¹ и



Рисунок 4.2. Микроструктура сплава Al–Cu–Mg после обработки на твёрдый раствор. EBSDкарта (а), распределение границ по углам разориентировки (б) и микрофотографии ПЭМ (в, г). FA, ND и TD обозначают ось осадки, нормальное и поперечное направления, соответственно. в) ось зоны <001>_α г) ось зоны <011>_α.

 $\rho_{\rm BYF}$ =283,2×10³ м⁻¹ после обработки на твёрдый раствор и $\rho_{\rm MYF}$ =890,8×10³ м⁻¹ и $\rho_{\rm BYF}$ =290×10³ м⁻¹ после 7% деформации. Плотность дислокаций ($\rho_{\rm d}$) свежезакаленного материала не высока и составляет 6,02×10¹³ м⁻². Пред-деформация ожидаемо увеличивает её значение до ~6,6×10¹⁴ м⁻²после 7%.



Рисунок 4.3. Эволюция микроструктуры сплава AA2519 после деформации методом прокатки со степенями обжатия 10% (а), 20% (б), 40% (в), 60% (г), 70% (д) и 80% (е). Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки. Необходимо отметить, что показатель достоверности определения ориентировки внутри микрополос и полос сдвига и в прилегающих сильнодеформированных областях очень низкий, поэтому полосы сдвига могут быть чётко определены. НП – направление прокатки.

Микроструктура сплава AA2519 обработанного на твёрдый раствор и использованного для исследования холодной прокатки представлена на Рисунке 4.2. Анализ снимков ПЭМ и локальный химический анализ (не приведен) позволяет определить 4 фазы. Две из них марганцовистые пластино-образные [3] выделения: $T(Al_{20}Mn_3Cu_2)$ размером 40×200 нм² и редко встречающиеся Al₆(Mn,Fe) размером 20×140 нм². Сферические полукогерентные частицы метастабильной β' -Al₃(Zr,Ti) с упорядоченной L1₂-структурой и размером ~44±4 нм хорошо заметны благодаря линии нулевого контраста (иногда называемого контраст типа «кофейноезерно» или Эшби-Брауна). Частицы когерентной фазы β -фазы со средним размером ~80 нм также были обнаружены [13]. Из-за неоднородного распределения (и большого расстояния

между ними) Al₃(Zr,Ti)-частицы вносят лишь ограниченный вклад в дисперсионное твердение. Диффузионные полосы на картинах дифракции электронов свидетельствуют о появление кластеров/ГП-зон, что так же подтверждается специфическим контрастом микрофотографий [126].



Рисунок 4.4. Микрофотографии ПЭМ микроструктуры Al–Cu–Mg сплава после холодной прокатки со степенями обжатия 10% (а), 20% (б), 40% (в, г), 60% (д, е), 70% (ё) и 80% (ж, з). МП – микрополосы, НП – направление прокатки.

На Рисунках 4.3 и 4.4 представлена эволюция микроструктуры Al–Cu–Mg сплава после прокатки с обжатиями в диапазоне 10-80% (ε=0,11-1,61). Соответствующие распределения разориентировок границ по углам представлены на Рисунке 4.5. Хорошо известно [62] что при деформировании поликристаллических материалов зерна стараются принять определенную

(благоприятную) ориентировку относительно внешней прилагаемой нагрузки. В результате в сильнодеформированных металлах возникает преимущественная ориентация зёрен, называемая текстурой деформации. Для её исследования с помощью анализа EBSD-карт и программного обеспечения были получены функции распределения ориентировок (ФРО), которые представлены на Рисунке 4.6. Эволюция структурных параметров: плотности дислокаций, плотности границ, размеров зерен и кристаллитов в зависимости от степени деформации представлена на Рисунке 4.7. Таблица 4.1 отражает влияние деформации методом прокатки на следующие ключевые величины: плотность дислокаций (ρ_{TEM}); расстояние между МУГ (d_{LAB}), определённое из EBSD-карт; расстояние между ВУГ (d_{HAB}), посчитанное из EBSD-карт; расстояние между ВУГ (d_{HAB}), а так же d_{HABs} – расстояние между границами, посчитанное из EBSD-карт.

Холодная прокатка с обжатием 10% приводит к формированию слабо выраженной ячеистой структуры с размером ячейки от 80 до 200 нм, плотность дислокаций внутри зерен возрастает значительно (сравните Рисунки 4.2a и 4.3a), а текстура размыта (Рисунок 4.5б). При этом значительно повышается количество границ с разориентировками $2^{\circ}<\theta<6^{\circ}$, что приводит к тому, что средний угол разориентировки границ уменьшается почти в два раза (с 14,59° до 7,73°). Подобные структурные изменения происходят и во время РКУП при комнатной температуре, описанные в работе [150]. Детальный анализ картин дифракции не выявил диффузионных тяжей [19,126], что может быть свидетельствовать о перераспределении Си от кластеров/зон в твёрдый раствор. При 20% обжатия средний размер ячейки, число МУГ с разориентировками $2^{\circ}<\theta<6^{\circ}$ и плотность дислокаций увеличивается далее (Рисунки 4.26, 4.36 и 4.46). Как видно из EBSD-карты на Рисунке 4.26 относительно грубые субзерна начинают вытягиваться вдоль НП. Интересно отметить, что при таких обжатия в чистом алюминии и сплаве Al–0,13вес.% Мg уже присутствуют микрополосы [151,152].

При обжатиях $\geq 40\%$ ячеистая структура заменяется микрополосами («microbands») с непрерывным и постепенным ростом плотности дислокаций. Этот процесс коррелирует с формированием стабильной текстуры деформации, что объясняется зависимостью действующих систем скольжения от кристаллографических ориентаций [153]. Образование микрополос в г.ц.к. металлах с высокой энергией дефекта упаковки (алюминий и его сплавы) при умеренных деформациях вдоль {111}_α хорошо известно [62]. При достижении ε ~0,51 в структуре преобладают зерна с преимущественными ориентациями Латуни и Меди, а так же появляются отдельные микрополосы сдвига («microshear bands») длиной >5 µм и расстоянием между ними ~300 нм (Рисунок 4.2). Средняя разориентировка границ микрополос сдвига ~2°,

однако встречаются и умеренно-высокие (Рисунки 4.3в и 4.4в). Большинство микрополос сдвига принадлежат одному семейству и выстроены параллельно {100} плоскостям матрицы либо образуют небольшой (<2°) угол с другими плоскостями (Рисунок 4.3г). Стоит отметить, что в чистом алюминии и других алюминиевых сплавах [151,153,154] подобных структурных изменений не наблюдается. Вытянутых ячеистых структур обнаружено не было.



Рисунок 4.5. Соответствующие Рисунку 4.2 распределения границ по углам разориентировки, холоднокатаного сплава AA2519 со степенями обжатия 10% (а), 20% (б), 40% (в), 60% (г), 70% (д) и 80% (е).

При больших степенях деформации (ϵ ~0,92) структура Al–Cu–Mg сплава состоит их хорошо выраженных ламелей (Рисунок 4.4д) и микрополос сдвига из различных семейств, направленных вдоль {100}_{α} и {111}_{α} или располагающихся под углом 8-14°. При этом всё же преобладающее большинство микрополос сдвига расположены вдоль {111}_{α}. Эта особенность

микроструктуры сплава коррелирует с переориентацией кристаллической решетки в более стабильную – идеальную ориентировку Меди ({001}<100>). При этом доли ориентировок Латуни ({110}<112>) и Госса ({110}<100>) малы (Рисунки 4.3г и 4.6г). Необходимо отметить, что формирование двух семейств полос сдвига («shear bands»), расположенных под углом ~45° к направлению прокатки приводит к появлению плоских ВУГ (Рисунок 4.3г), увеличению среднего угла разориентировки и доли ВУГ (Рисунки 4.5г и 4.76). При этом двукратное увеличение в плотности микрополос сдвига приводит к увеличению МУГ с разориентировкой 2-4° (Рисунки 4.4е-д, 4.5г, 4.76). Разориентировки некоторых границ микрополос сдвига демонстрирует тенденции роста, что приводит к увеличению значения θ_{AV} (Рисунки 4.5в-е). При этом часть границ микрополос сдвига набирают разориентировку и трансформируется в ВУГ. Анализ данных Таблицы 4.1. выявил, что ~8 и ~20% ламельных границ обладают высокой и мало-угловой разориентировкой (>2°), соответственно.



Рисунок 4.6. Схематическое представление прокатанного г.ц.к. металла (а) и экспериментальные секции ФРО при φ_2 =45°холоднодеформированного сплава AA2519 со степенями обжатия 10% (б), 40% (в), 60% (г), 70% (д) и 80% (е). Расположение и определение главных текстурных компонентов ГЦК металлов можно найти в работе [155].



Рисунок 4.7. Зависимости плотности дислокаций (а), плотности границ (б), (в) размеров кристаллитов (D_C) и зерен (D_G) в зависимости от величины деформации при холодной прокатке сплава Al–Cu–Mg.

При дальнейшей прокатке, толщина микрополос сдвига уменьшается (Рисунки 4.4. ё и ж, Таблица 4.1), что приводит к увеличению плотности МУГ (Рисунки 4.5 д, е). Одновременно с этим, при *ɛ*~1,20 расстояние между деформационными полосами уменьшается, а доля ВУГ и МУГ с разориентировкой >2° увеличивается до 22 и 40% соответственно (Рисунки 4.3 д-е, 4.76, 4.1). Таблица Понятно, что вновь образующие микрополосы сдвига обладают разориентировкой ~2°, в то время как микрополосы, образовавшиеся при меньших степенях деформации, увеличивают свою разориентировку что приводит к появлению множества деформационных полос с средне-высокой разориентировкой (Рисунок 4.5г-е). Как и должно

быть, острота текстуры возрастает с увеличением степени деформации. При є~1,20, в текстуре преобладают ориентировки Меди и Госса, что коррелирует с деформационными полосами, располагающимися под углом 35° [156] вдоль направления прокатки, соответственно. При є~1,61, текстура деформации представлена ориентировкой Меди с максимальной остротой равной 32 от случайной, а доля остальных ориентировок малозначительна. Преимущественно деформационные полосы ориентированы вдоль направления прокатки.

Общие закономерности образования полос сдвига и локализации деформации в исследованном Al–Cu–Mg сплаве и Al–4.8вес.%Mg [157] очень схожи. Множество полос сдвига появляется после прокатки с обжатием 70 и 80% (Рисунок 4.3д, е). Ячеистая структура сохраняется внутри зёрен с переходной ориентацией [153], но при этом средний размер ячейки уменьшается до ~20 нм. Стоит отметить, что в отличие от РКУП при комнатной температуре [150], образование новой ультрамелкозернистой структуры (равноосных мелких зёрен) после интенсивной холодной прокатки зафиксировано не было. Поэтому логично сделать вывод, что во время экстенсивной прокатки непрерывистой динамической рекристаллизации [17,158,159] не происходит.



Рисунок 4.8. Топография поверхности разрушенного образца сплава АА2519. Волнистая морфология линий скольжения являются индикатором поперечного скольжения [160].

Величины ρ_{TEM} , ρ_{XRD} и ρ_{EBSD} связаны с числом решёточных дислокаций, внутренними упругими напряжениями и плотностью геометрически необходимых дислокаций, соответственно [161,162]. Величина ρ_{EBSD} также отражает накопленную энергию деформации [163]. Значения ρ_{TEM} и ρ_{XRD} значительно увеличиваются до 20% прокатки, в то время как ρ_{EBSD} остаётся практически неизменной (Рисунок 4.76). Следовательно, увеличение плотности

случайных дислокаций (incidental dislocations), которые являются статистическими в том смысле, что не приводят к значительной кристаллографической ориентировке, но приводят к значительному увеличению дальнодействующих полей напряжений, исходящих от этих дислокаций, и формированию ячеистой структуры [73,153,161,162]. При дальнейшем увеличении степени деформации рост плотности дислокаций обусловлен увеличением плотности геометрически необходимых дислокаций, т.к. ρ_{EBSD} постепенно увеличивается при $\varepsilon>0,22$, что совпадает с увеличением внутренних упругих напряжений [163] (Рисунок 4.7б). Анализ эволюции дислокационной плотности (Рисунок 4.7а) показывает, что увеличение решёточных дислокаций на единицу деформации (т.е. ρ/ε) практически не зависит от деформации при $\varepsilon>0,11$. Однако, при $\varepsilon\geq0,51$ доля решёточных дислокаций, содержится в геометрически необходимых границах ограничивающих микрополосы сдвига внутри зерен [73,161,162]. Суммарная плотность дислокаций (ρ_{Σ}), накопленных внутри зёрен и МУГ может быть представлена в виде суммы:

$$\rho_{\Sigma} = \rho_{\rm TEM} + \rho_{\rm LABs} \tag{4.1}$$

где ρ_{LABs} плотность дислокаций, накопленных МУГ. Её значение может быт вычислено по формуле[164,165]:

$$\rho_{\rm LABs} = \frac{f\theta_{\rm LABs}}{bd_{\rm LABs}}$$
 4.2

где θ_{LABs} – значение среднего угла разориентировки границ микрополос сдвига, d_{LABs} – среднее расстояние между этими границами, f – численный коэффициент, равный 1,5 для ламельной структуры и 3 для равноосных зёрен. Значения ρ_{LABs} могут быть подсчитаны как сумма двух слагаемых [165]. Первое из которых отвечает за МУГ с разориентировкой ≥2° и определяется из EBSD-анализа. Второе, ρ_{LABs} , (приведено в Таблице 4.1), рассчитано используя значения d_{LABs} and θ_{LABs} , полученные из Рисунков 4.3, 4.5. Так же надо отметить, что второе слагаемое – малоугловые границы с разориентировкой ≤2° может быть определено из микрофотографий ПЭМ. Среднее расстояние между малоугловыми границами определили из ПЭМ, а средняя разориентировка была принята ~1°. Малоугловые границы с разориентировкой ≥2° были отброшены из расчётов второго слагаемого, используя данные представленные в Таблице 4.1. Стоит отметить, что число решёточных дислокаций расположенных в МУГ с разориентировкой ≤ 2 и $\geq 2^{\circ}$ приблизительно одинаково. Видно, что величина ρ_{LABs} меньше ρ_{TEM} приблизительно на один порядок. Поэтому преимущественная часть дислокаций образующихся в результате прокатки накапливается внутри зёрен. При €≥0,51, только 10% дислокаций образующихся во время прокатки может быть накоплено в геометрически накопленных границах, что и обеспечивает увеличение разориентировки этих границ с ростом степени деформации. Только

малая часть решёточных дислокаций используется для формирования МУГ, имеющих деформационную природу образования. Несмотря на это появляется большая часть ламельных границ с высокоугловой разориентировкой (Таблица 4.1).

Таблица 4.1. Влияние холодной прокатки на параметры микроструктуры Al–Cu–Mg сплава.										
Обжатие, %/	$ ho_{\mathrm{TEM}}, imes 10^{14}$	d_{LABs} ,	d_{HABs} ,	d_{TEM} ,	θ_{LABs} ,	$ ho_{ m LABs}$, ×10 ¹⁴				
деформация <i>є</i>	м ⁻²	μм	μм	НМ	0	м ⁻²				
0/0	0,2	7,7	9,7	-	6,5	-				
10/0,11	8,4	5	9,6	-	5,1	-				
20/0,22	11	3,5	6	-	3,6	-				
40/0,51	21	1,5	2,7	-	3,4	0,8				
60/0,92	33	0,68	1,4	154 ¹	3,3	2,8				
70/1,20	36	0,22	0,34	94 ¹	3,2	4,7				
80/1,61	40	0,20	0,30	77 ¹	3,1	4,9				

Локальный химический анализ в ПЭМ не зафиксировал обеднение матрицы по Си. Структура, форма, средний размер и распределение дисперсоидов Al₃(Zr_{1-x}TM_x)-фазы после холодной деформации не претерпевают изменений. Например, после прокатки с обжатием 70% (Рисунок 4.10) тетрагональная равновесная частица (~70 нм) с D0₂₃-структурой сосуществует с метастабильной кубической частицей с L1₂-структурой и размером ~50 нм. Известно [166] что



Рисунок 4.9. Светлопольный снимок-ПЭМ, показывающий Al₃(Zr_{1-x}Ti_x) частицы с стабильной D0₂₃ (A) и метастабильной L1₂ (Б) структурой. Кинематически смоделированные электронограммы для обеих структур можно найти в работе [166]. Локальный химический анализ показал присутствие Ti и Zr в дисперсоидах.

перестройка решетки L1₂→D0₂₃ происходит при T≥500°C. Доказательств этого фазового перехода во время прокатки обнаружено не было.



 1. Повышение р_d
 1. Появление полос сдвига (красная линия)
 1. Деформационные полосы вдоль НП

 2. Ячеистая структура
 2. Множество микрополос сдвига вдоль {111} и {001}
 2. Большинство границ МУГ (черные линии)

Рисунок 4.10. Схема эволюции микроструктуры при холодной прокатке сплава Al–Cu–Mg. При малых степенях деформации происходит увеличение плотности дислокаций и формирование ячеистой структуры, при средних степенях появляются микрополос сдвига вдоль матричных {100} и полос сдвига (область с красными границами), при высоких степенях типичная полосовая структура, состоящая из микрополос сдвига вдоль {100}_α and {111}_α и полос сдвига.

В общем виде деформационные структуры исследованного сплава обработанного на твёрдый раствор типичны для АІ и алюминиевых сплавов [17,59,73,91,151,154,156,164,167– 172]. Главной отличительной чертой сплава является очень высокая плотность дислокаций, накопленной внутри зёрен И сдвигающие формирование ячеистой структуры И деформационных полос к более высоким степеням деформации. Известно, что атомы Си в твёрдом растворе увеличивают энергию дефекта упаковки [173] и следовательно их присутствие может облегчить скольжение дислокаций. Как видно из Рисунка 4.7 на поверхности растянутых образцов появляются только волнистые линии скольжения. Это однозначно свидетельствует о том, что из-за высокого содержания Си, поперечное скольжение в сплаве затруднено. Так же известно [174], что атомы Си сильно ограничивают переползание дислокаций, поэтому перегруппировка решёточных дислокаций ограниченна механизмом поперечного скольжения, что приводит к сдвигу формирования ячеистой структуры к более высоким степеням деформации по сравнению с Al и алюминиевыми сплавами, прокатанными

при комнатной температуре [17,59,151,156,171,172,175]. Ячеистая структура развивается в сплаве благодаря двойной активации пересекающихся систем скольжения в зернах с переходными ориентировками [175], сохраняющимися до самых высоких степеней деформации. Более того растворенные атомы меди подавляют реорганизацию ячеистой структуры в ячеистую полосовую и сдвигают формирование микрополос сдвига к более высоким обжатиям по сравнению с чистым Al [17,151,153,171]. Схематично вышеописанная эволюция микроструктуры во время прокатки сплава представлена на Рисунке 4.10.

Образование полос деформации связано с переориентацией кристаллической решетки в стабильные разориентировки, которые ограничивают количество систем скольжения и обеспечивают формирование микрополос сдвига [153,159,161,162,175,176]. Деформационные полосы с границами направленными вдоль {001}_а наблюдаются редко и появляются благодаря активации работы двух сонаправленных систем направленных таким образом, что на затрудняют поперечное скольжение в зёрнах с ориентацией Меди ($\{112\} < \overline{11} > \rangle$) [175]. Граничная плоскость {001}_а содержит общее направление скольжения и делит пополам угол между двумя активными плоскостями скольжения [51]. Однако в зернах, относящихся к медной ориентации ({112} $< \overline{111}$), действуют четыре активные системы [175]. Одновременная активация двух симметричных сонаправленных систем, ориентированных на сложное поперечное скольжение, может происходить лишь в малой части структуры с медной ориентацией [175]. И как следствие, объемная доля деформационных полос с границами вдоль {001}_а незначительна (Рисунки 4.4г, е). Начало обширного образования деформационных полос связано с формированием текстуры с сильным компонентом Госса при €≥0,92. Двукратная активация компланарного скольжения в зернах принадлежащих этой ориентации приводит к формированию границ, которые направлены вдоль {111}_а плоскостей [173]. Этот процесс протекает проще, по сравнению с первым, и количество микрополос сдвига сильно увеличивается при ε≥0,92. В результате этого при ε≥1,2 большинство деформационных полос направлено вдоль плоскости {111}_а (Рисунок 4.10).

Внутренних полей напряжений возникающих от решёточных дислокаций расположенных как в ячейках, так и в микрополосах, обнаружено не было. Поэтому ячеистая структура, развивающаяся после прокатки с обжатием 40% и деформационные полосы, образующиеся при дальнейшей прокатке, могут быть интерпретированы в терминах низкоэнергетической дислокационной структуры [175]. Известно [177] что растворённая медь препятствует формированию низкоэнергетической дислокационной структуры. Следовательно, при прокатке Al–Cu–Mg сплаве после обработки на твёрды раствор, происходит образование высокоэнергетической дислокационной структуры. Незначительное снижение внутренних

упругих напряжений при ε≥1,2 объясняется переориентацией части зёрен из ориентации Госса ({110} <100>) в Медь ({112} <112) [163].



Рисунок 4.11. Микроструктура сплава после РКУП при комнатной температуре со степенями деформации ~1 (а, в), ~2 (б).

Образование полос сдвига и грубых полос сдвига (пакетов полос сдвига) сопровождается процессом, который обеспечивает формирование плоских ВУГ. Доля границ полос сдвига в общем количестве деформационно-индицированных границ незначительна (Рисунки 4.5 д, е). Объемная доля областей с ячеистой структурой также незначительна т.к. плотность переходных ориентировок не высока. Скорее всего, полосы сдвига и ячеистая структура при прокатке с обжатиями >40% не оказывают существенного значения на механические свойства. А высокая прочность Al–Cu–Mg сплава обеспечивается ламельной структурой, содержащей высокую плотность дислокаций.

4.2 Структурные изменения при РКУП

Считается что обработка, включающая РКУП – одна из наиболее эффективных, так как она может приводить к уменьшению размера зерна до ~100 нм, что обуславливает значительное структурное упрочнение и повышение прочности алюминиевых сплавов [93,178]. Типичная микроструктура сплава Al–Cu–Mg после одного и двух проходов РКУП представлена на Рисунке 4.11.

При ε ~1 обнаруживается полосовая структура (шириной ~5 µм) вытянутая вдоль направления, которое составляет угол 26,6° с направлением прессования [179]. Плотность малоугловых и высокугловых границ составляла 0,53 и 0,15 µм⁻¹, соответственно. Присутствие большого количества МУГ является признаком накопления большой степени деформации. Так же следует отметить, что МУГ выступают в качестве мест гетерогенного зарождения для Ω - и θ' -фаз [180]. При ε ~2 в микроструктуре обнаруживаются цепочки из новых субзёрен\зёрен неправильной формы и размером порядка 2 µм. Они являются результатом формирования случайных дислокационных границ с малоугловой разориентировкой и/или схлопывания ламельной структуры из-за поверхностного натяжения [179]. Из EBSD-карты было определено, что новые зёрна преимущественно развиваются вдоль исходных ВУГ. Известно, что образование зёрен почти прямоугольной формы обеспечивается за счёт пересечения деформационных полос из различных наборов [179]. После второго прохода плотность границ обоих типов возрастает, и достигает ~4,16 и ~11,68 µм⁻¹, в случае МУГ и ВУГ, соответственно. Средний размер зёрен после ε ~1 и ~2 составлял ~3,5 и ~0,9 µм, соответственно.

4.3 Влияние пластической деформации на механические свойства

Кривые растяжения после обработки на твёрдый раствор и холодной прокатки представлены на Рисунке 4.12. Принципиальные значения прочности ($\sigma_{0.2}$, σ_B), пластичности (ε_U, δ) и микротвердости обобщены в Таблице 4.2. Очевидно, что форма σ-ε кривых и уровень механических свойств сильно зависят от степени холодной деформации. На начальной стадии на о-є кривой образцов, обработанных на твёрдый раствор, присутствует сильное деформационное упрочнение, а общая форма кривой – параболическая. Так же как и после горячей прокатки (Рисунок 3.9), после горячей ковки и обработки на твёрдый раствор, на кривых растяжения присутствуют повторяющиеся колебания напряжения течения с зубчатым характером – известный эффект Портевена–Ле Шателье (ПЛШ), связанный с динамическим деформационным старением [160,181]. Так же необходимо отметить присутствие площадки текучести на кривых растяжения [160,182,183]. Известно ПЛШ типа А проявляется в виде скачка напряжения течения с последующим падением к исходному (либо ниже) уровню напряжения на кривой деформации. Такой тип, сплав демонстрирует его при є ~3%, обычно связан с непрерывным распространением формирующихся полос деформации от одного края образца к другому [160,181]. Для ПЛШ типа С характерно большие падения напряжений, как правило ниже общего уровня напряжения течения и связан этот тип с почти случайным зарождением деформационных полос вдоль оси растяжения [160,181]. Тип С наблюдается при деформациях в интервале 15-20% (Рисунок 4.11б). Переход от ПЛШ типа А к типу С сопровождается возрастающей величиной колебаний напряжения течения.

твёрдость), отношение $\sigma_{\rm B}/\sigma_{0,2}$, фактор Тейлора <i>M</i> , посчитанного из EBSD									
Обжатие, % / деформация <i>є</i>	σ _{0,2} , МПа	σ _в , МПа	$\sigma_B/\sigma_{0,2}$	δ, %	ε _U , %	Твёрдость, HV _{0.2}	М		
0/0	136±1	349±2	2,57	28±1	23±0,5	87±2	2,8		
10/0,11	347±4	427±5	1,23	12±1	10±0,5	130±2	2,5		
20/0,22	400±4	465±1	1,16	11±1	6±0,4	155±1	3,0		
40/0,51	453±3	503±1	1,11	9±1	4±0,4	164±1	3,1		
60/0,92	483±3	533±3	1,10	7±0,5	5±0,5	167±2	3,4		
70/1,20	531±3	560±2	1,05	6±0,5	4±0,9	173±2	3,4		
80/1,61	567±2	589±4	1,04	5±0,4	3±0,5	179±2	3,4		

Таблица 4.2. Влияние прокатки на механические свойства (прочность пластичность, твёрдость), отношение $\sigma_B/\sigma_{0,2}$, фактор Тейлора *M*, посчитанного из EBSD

После деформации методом прокатки на σ–є кривых присутствуют только ПЛШ типа А. Необходимо отметить, что холодная прокатка сдвигает начало скачкообразного течения к более низким деформациям, а при *ε*≥1,20 происходит переход от кривых с непрерывным упрочнением к кривым с площадкой текучести [160,182,183]. При обжатиях ≥70%, после достижения предела текучести, скорее всего, появляется стадия установившегося течения.



Рисунок 4.12. Типичные кривые инженерное напряжение – деформация (σ-ε). б) – увеличенная часть а).

Уже 10% обжатие приводит к росту $\sigma_{0.2}$ на 155%, σ_B на 22%, а микротвёрдости на 49% (Рисунок 4.12, Таблица 4.2). По сравнению с свежезакалённым состоянием, общая скорость деформационного упрочнения, представляющаяся величиной $\sigma_{0.2}/\sigma_B$, значительно уменьшается,

что приводит к началу неустойчивости пластического течения уже при малых деформациях. В результате этого пластичность Al–Cu–Mg сплава снижается в ~2 раза, однако при этом, ожидаемо, постепенно увеличивается прочность. Уровень пластичности $\leq 10\%$ наблюдается после прокатки с обжатиями $\geq 40\%$. Максимальная степень деформации (80% обжатия), обеспечивает увеличение $\sigma_{0,2}$ на 317%, σ_B на 69%, а микротвёрдости твердости на 105%. При этом важно отметить, что удлинение до разрушения сохраняется на уровне $\geq 5\%$. Свойства холодно-катанного AA2519 с максимальным обжатием выше, чем у сплавов Al–4÷5вес.%Cu после РКУП при комнатной температуре [150,169,170]. Это позволяет утверждать, что интенсивная прокатка при комнатной температуре более эффективна в упрочнение Al–Cu сплавов, даже несмотря на применяемые более низкие уровни деформации. Особенно необходимо подчеркнуть, что применение стандартного режима T87 (Таблица 1.1.) для сплава Al–Cu–Mg приводит к такой же пластичности, как и прокатка с обжатиями $\geq 40\%$.

4.4 Механизмы упрочнения

Экспериментальные данные в явном виде демонстрируют, что холодная прокатка приводит к различным деформационным структурам, влияющим на механические свойства. Механизмы упрочнения, представлены в этом параграфе для того чтобы продемонстрировать связь между структурой и $\sigma_{0,2}$. Предполагая, что все вклады складываются аддитивно (*m*=1 в Уравнении 1.13), общий условный предел текучести Al–Cu–Mg сплава можно представить в виде «составного» (либо композитного) уравнения Холла-Петча [77,94,164,165,176,184–186]:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + \alpha M \text{Gb} \rho^{1/2} + k_y d_{\text{GB}}^{-1/2}$$
4.3

где, $d_{\rm GB}$ – расстояние между границами, $k_{\rm y}$ – коэффициент Холла-Петча, плотность дислокаций леса, G – модуль сдвига (25,4 ГПа), M – фактор Тейлора, который был подсчитан из EBSD-карт (Таблица 4.2), и α – постоянная силы взаимодействия между дислокациями. Первое слагаемое σ_0 , определяемое как сопротивление скольжению дислокаций в кристаллите размера d, состоит из напряжения трения решетки алюминия (сила Пайерлса), $\sigma_0^{\rm Al}$ ~10 МПа, напряжения возникающего из-за твёрдорастворного упрочнения $\sigma_{\rm SS}$, и дисперсионного $\sigma_{\rm P}$ [164,165,187]:

$$\sigma_0^{\text{AlCuMgMn}} = \sigma_0^{\text{Al}} + \sigma_{\text{SS}} + \sigma_{\text{P}}$$

$$4.4$$

Как уже упоминалось ранее, σ_{SS} возникает из-за растворенных атомов. Их присутствие на позициях в виде внедрений и замещений приводит к искажениям кристаллической решетки чистого материала. А искажения решётки приводят к появлению упругих полей напряжений в окрестности примесных атомов, и возрастанию напряжения, необходимого для скольжения дислокаций, таким образом, увеличивая значение $\sigma_{0,2}$ материала [79,80,188]. Твёрдорастворное упрочнение учитывается следующим образом [77,79,80,165,188]:

$$\sigma_{\rm SS} = \sigma_{\rm trace} + \sum H_{\rm SSi} C_i^n \tag{4.5}$$

где σ_{trace} ~24 МПа [165,189]. Считая, что атомы Си и Мg находятся в твёрдом растворе, Уравнение (4.5) может быть записано:

$$\sigma_{\rm SS} = \sigma_{\rm Trace} + H_{\rm Cu} C_{\rm Cu}^m + H_{\rm Mg} C_{\rm Mg}^n \tag{4.6}$$

Значения H_{Mg} =13,8 МПа/(вес.%Mg), *n*=1 дают хорошие результаты для Al–Mg сплавов [80,85,165,188,189]. Надо отметить, что данные H_{Cu} и *m* для двойных сплавов (Таблица 1.2) лежат в широком диапазоне [66,88,91,95]. Неопределенности в этих значениях могут быть разрешены путем анализа величины $\sigma_{0,2}$ для научных сплавов Al–4вес.%Mg и Al–4вес.%Cu сплавов из работ [95,190]. Оба сплава содержат одинаковый уровень магния и меди, а величины условного предела текучести 75 и 70 МПа. Разница в 5 МПа может быть связана с разницей в размерах зерен (~40 и ~60 µм), а поэтому можно принять H_{Cu} =H_{Mg}. Так как во время гомогенизации и обработки на твёрдый раствор происходит выделение/рост частниц T-фазы (Al₂₀Cu₂Mn₃)[12], сплав в твёрдом растворе содержит ~5,2 вес.%Cu (а не 5,64). Таким образом, принимая H_{Cu} =13,8 МПа/(вес.%Cu) и *m*=1[66], и учитывая C_{Cu}=5,2вес.%Cu и весь Mg (C_{Mg}=0,33 вес.%Mg) сохраняются в твёрдом растворе во время прокатки, величина σ_{SS} может быть подсчитана как ~76 МПа (Таблица 4.3).

Обжатие %/	Вклад у	Вычисленный		
деформация є	Твёрдорастворного,	Дислокационного,	Зернограничного	σΜΠο
	σ _{SS} , МПа	σ _{DS} , MΠa	$σ_{BS}$, ΜΠα	$0_{0,2}$, with a
0/0	76	26	26	162
10/0,11	76	148	26	284
20/0,22	76	206	33	349
40/0,51	76	290	65	465
60/0,92	76	348	69	527
70/1,20	76	370	121	601
80/1,61	76	390	126	626

Таблица 4.3. Вклады различных механизмов упрочнения в общий $\sigma_{0,2}$, действующие в холодно-катанном сплаве AA2519.

Дисперсионное упрочнение (дисперсионный вклад) алюминиевых сплавов с добавками Zr, Ti и V обусловлено когерентными или некогертными частицами Al₃(Zr_{1-x}TM_x) с Ll₂ и DO₂₃ структурой. Kendig и другие в работе [187] продемонстрировали что механизм взаимодействия дислокаций с такими частицами зависит от размера и когерентности границ последних. При большем значении диаметра частиц, критическое напряжение для огибания частиц

дислокациями меньше, чем для перерезания. При меньшем размере – происходит перерезание частиц дислокациями. Например, в случае частиц Al₃Zr переход от перерезания к огибанию происходит при размере дисперсоида ~25 нм, обеспечивая максимальное упрочнение [165,187,191,192]. Это значит что огибание (механизм Орована) – главный действующий механизм взаимодействия скользящих дислокаций и Al₃(Zr_{1-x}TM_x) (Рисунок 4.9) в исследованном Al–Cu–Mg сплаве.

Однако, как уже указывалось распределение частиц не однородно в матрице, это приводит к тому, что дислокации имеют возможность свободно скользить через широко разнесённые препятствия. В результате, прирост прочности от действия механизма Орована не существенен, поэтому $\sigma_P=0$, а $\sigma_0^{AlCuMgMn}=110$ МПа (Таблица 4.3).

Скользящие дислокации взаимодействуют между собой и дальнодействующими полями напряжений, исходящие от других дислокаций и/или МУГ. Это взаимодействие ограничивает их движение [77,85,95,164,165,176,184–187,193,194]. Для однородно распределённых решёточных дислокаций и ячеистой структуры, вклад дислокационного упрочнения в материалах, прокатанных с обжатиями ≤40%, второе слагаемое в Уравнении 4.3 может быть подсчитано с использование величины *р*_{ТЕМ} (Таблица 4.3).

Будем полагать, что ламельные границы с очень малой разориентировкой (≤2°) вносят вклад в дислокационное упрочнение, точно так же как и в чистом Al, после интенсивной пластической деформации при комнатной температуре [164]. Поскольку эти границы сохраняют свою низкую разориентацию, внутри этих МУГ перестройки дислокаций не происходит. Эти границы служат источниками дальнодействующих полей напряжений. Исходя из этих рассуждений, второе слагаемое в Уравнении 4.3 может быть представлено в «расширенном» виде:

$$\sigma_{\rm DS} = \alpha \rm MGb \rho_{\Sigma}^{1/2} \tag{4.7}$$

где ρ_{Σ} – плотность дислокаций, посчитанная из Уравнения 4.1 для МУГ с разориентировкой $\leq 2^{\circ}$, сквозь которые способны проникать скользящие дислокации, поэтому они могут вносить вклад в упрочнение как дислокации леса[164,165,176,184,185,195,196]. Для деформаций с обжатием $\geq 60\%$, значение ρ_{LABs} для этих границ было подсчитано используя Уравнение 4.2 и методики описанной в [165]. При этом известно [195], что параметр силы дислокационного взаимодействия, α , выше для однородного распределения решёточных дислокаций (~0,28), чем для полосовой структуры (~0,2). Первое и второе значения были использованы для расчёта дислокационного упрочнения в Al–Cu–Mg сплаве прокатанного с обжатием 40% и выше, соответственно (Таблица 4.3).

Границы с средней и высокой разориентировками могут действовать как эффективные препятствия для движения дислокаций, тем самым упрочняя материал [66,77,95,164,165,176,184–187,193,194]. Вклад упрочнения границ зёрен в общий предел текучести может быть посчитан из хорошо известного уравнения:

$$\sigma_{\rm BS} = k_{\rm y} d_{\rm GB}^{-1/2} \tag{4.8}$$

здесь d_{GB} – среднее расстояние между границами с разориентировкой $\geq 2^{\circ}$ и предполагается что МУГ действуют как обычные ВУГ [164,165,176,185]. В этих границах произошла перестройка внутренних дислокаций так чтобы они могли бы улавливать (принимать) скользящие дислокации и увеличивать свою разориентировку с ростом степени деформации. Для ламельной структуры, образующейся после прокатки с обжатиями $\geq 60\%$, эффективный размер зёрен, d_{GB} , можно считать как двойное расстояние между вытянутыми границами [77,186,196]. Так же для расчёта вклада σ_{BS} использовалась постоянная Холла-Петча, k_y =0,08 МПа×м^{1/2}. Эта значение обеспечивает наилучшее соответствие между расчётными и экспериментальными данными, при условии вычитания твёрдорастворного и дисперсионного упрочнений. В общем случае, увеличение количества атомов замещения в алюминиевой матрице может приводить к росту k_y [74,165,176]. Однако, при высоком уровне таких атомов, их влияние не значительно, поэтому для анализа вкладов механизмов упрочнения в условный передел текучести Al–Cu–Mg сплава постоянную Холла-Петча приняли равной 0,08 МПа×м^{1/2}. Более высокие k_y приводят к завышенным значениям расчётной величины б_{0.2}.

Вклады различных механизмов упрочнения в общее значение $\sigma_{0,2}$, подсчитанные согласно вышеизложенной модели представлены в Таблице 4.3. Как видно, разница между теоретическими и экспериментальными данными во всех состояниях не превышает 15%. Анализ $\sigma_{0,2}$ в терминах аддитивного суммирования дислокационного и зернограничного упрочнений демонстрирует в явном виде, что накопление крайне высокой плотности дислокаций является главной причиной высоких значений $\sigma_{0,2}$, после холодной прокатки. Твердорастворное упрочнение даёт небольшой вклад в условный предел текучести и не зависит от степени приложенной деформации. Но при этом именно присутствие твёрдого раствора в структуре сплава обеспечивает высокую степень дислокационного упрочнения, т.к. приводит к увеличению критического значения плотности дислокаций, при которой происходит разрушение материала. Например, в Al и Al–Mg сплавах критическое расстояние между дислокациями составляет ~12 нм при -195°C [190]. В случае холодной прокатки сплава исследованного Al–Cu–Mg сплава это условие выполняется уже при 20% обжатии. Но при этом пластичность сплава остаётся достаточно высокой.

Необходимо отметить, что после прокатки с обжатием 40%, дислокационное упрочнение обеспечивает более высокие показатели прочности сплава. чем традиционная термомеханическая обработка Т87 (Таблица 1.1). Иными словами, эффективность дисперсионного упрочнения, вызванного частицами 0'-фазы [126], ниже дислокационного упрочнения от $\rho_d \sim 2.1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Как и ожидалось, наибольшая прочность сплава AA2519 достигается после 80% обжатия и обеспечивается за счёт дислокационного и зернограничного упрочнения, связанного с формированием ламельной структуры деформации.

Холодно-катанный в состоянии W (после обработки на твёрдый раствор) сплав обладает достаточной пластичностью при комнатной температуре. После пластической деформации с обжатиями $\geq 40\%$ сохраняется удлинение до разрушения на уровне $\geq 5\%$. Это обеспечивается за счёт превращения исходных зёрен в ламели с границами с средне-высокой разориентировкой (Рисунок 4.10). Внутри этих ламелей преобладает одиночное скольжение [151,161,171,177]. Формирование сильной ориентации Меди при є~1,61 подтверждает эту концепцию [177]. Следовательно, сплав АА2519 может быть прочным и пластичным одновременно, при условии образования ламельной структуры с наноразмерным расстоянием между границами. Таким образом, образование деформационных полос в форме микрополос сдвига и полос сдвига крайне облегчают накопление решёточных дислокаций, что в свою очередь обеспечивает приемлемый уровень пластичности даже при 80% обжатии и расстоянии между дислокациями ~3,5 нм. Высокая концентрация меди замедляет аннигиляцию дислокаций путём закрепления мобильных дислокаций и поэтому прокатанный сплав может достигать более высоких плотностей дислокаций, что приводит к более высокому деформационному упрочнению, тем самым улучшая пластичность. Синергетический эффект от пересыщенного твёрдого раствора и деформационных полос в сплаве АА2519 обеспечил достижение превосходной комбинации: высокого σ_{0.2} и удовлетворительного уровня пластичности.

4.5 Выводы по главе

Эволюция микроструктуры и соответствующих механических свойств Al–Cu–Mg сплава после холодной пластической деформации были исследованы. Главные выводы заключаются в следующем:

 После 40% обжатия, плотность дислокаций увеличивается на два порядка, структура эволюционирует в ячеистую. Это обеспечивает прирост условного предела текучести и временного сопротивления на 233 и 44%, соответственно. При этом удлинение до разрушения уменьшается с 28 до 9%. Плотность дислокаций, ρ_d, ~2,1×10¹⁵ м⁻² обеспечивает более высокую прочность сплава AA2519, по сравнению со стандартной термомеханической обработкой Т87.

- Прокатка с обжатиями ≥40% приводит к замещению ячеистой структуры на ламельную, состоящую из полос деформации. Этот процесс завершается после 60%го обжатия. Дальнейшая деформация приводит к увеличению количества высокоугловых ламельных границ.
- 3. Дислокационное упрочнение играет главную роль в увеличении условного передела текучести при увеличении степени деформации. Присутствие твёрдого раствора меди и разделения исходных зёрен ламельными границами обеспечивает накопление экстремально высокой плотности дислокаций, без потери пластичности материала. После прокатки с обжатием 80% сплав демонстрирует условный передел текучести 567 МПа, временное сопротивление 589 МПа, а удлинение до разрушения ≥5%.
- 4. Формирование ячеистой структуры связано с трансформацией кристаллографических ориентаций. Образование деформационных полос сопровождается переориентацией кристаллической решетки в более стабильную ориентацию. При 80% обжатия, деформационные полосы выравниваются в направлении прокатки, что коррелирует с формированием сильной текстурой деформации Сu.

ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ ИСКУССТВЕННОГО СТАРЕНИЯ НА ДЕФОРМИРОВАННУЮ СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА

5.1 Механические свойства после растяжения с небольшими степенями

«Кривые старения» сплава Al–Cu–Mg после обработок T81, T83 и T87 представлены на Рисунке 5.1. Как следует из рисунка сразу же после растяжения на 1, 3 и 7% микротвёрдость сплава увеличивается с 96±1 до 99±2, 110±2 и 128±2 HV_{0.2}, соответственно. Дальнейшая



Рисунок 5.1. Влияние времени старения на эволюцию микротвёрдости сплава Al–Cu–Mg после различных режимов низкотемпературной термомеханической обработки.

эволюция микротвёрдости сплава после обработки T81 почти полностью совпадает с T6 (Рисунок 3.8). 52 процентный прирост в микротвёрдости происходит уже в течение первого часа. Пиковое значение 150 ± 2 HV_{0.2} сплав демонстрирует после 2 часов старения, а затем вплоть до 30 часов микротвердость остаётся на уровне 147 ± 2 HV_{0.2}. Дальнейшее старение приводит к заметному снижению твёрдости (вставка на Рисунке 5.1.). После 3% предрастяжения сплав достигает максимального значения твёрдости (160 ± 2 HV_{0.2}) после 1,5 часов старения. Анализ литературы показал, что эта величина является типичной для сплава АА2519Т87 из работ [197,198]. При дальнейшем старении в течение 10 и 35 часов, происходит падение твёрдости до 149 ± 2 HV_{0.2} и 135 ± 2 HV_{0.2}, соответственно. После обработки по режиму Т87 пик твёрдости составляет 170 ± 2 HV_{0.2}, а увеличение времени старения до 10 часов

приводит к 150 ± 3 HV_{0.2}, что означает перестаривание сплава. Таким образом, исследуемый сплав AA2519 демонстрирует более высокие показатели твёрдости, чем другие плавки с соотношением Mg/Si~5 [197].



Рисунок 5.2. Кривые инженерное напряжение – деформация сплава Al–Cu–Mg после различных обработок: а) только пред-деформация, б) промежуточная деформация и последующее старение. Вставка на б) показывает увеличенную часть кривой. Числа в квадратных скобках указывает продолжительность старения.

Типичные кривые инженерное напряжение – деформация после пред-растяжения и пикового старения представлены на Рисунке 5.2. Ключевые механические свойства обобщены в Таблице 5.1. Сопоставление данных показывает, что обработка Т87, по сравнению с Т6 (Таблица 3.2) обеспечивает 44% прирост $\sigma_{0,2}$, 15% прирост σ_{B} , при этом пластичность немного уменьшается. Так же было установлено, что промежуточная деформация практически не влияет на коэффициент пропорциональности *с* в уравнении Тэйбора: $\sigma_{B}=c\times$ HV. По сравнению с безмагниевым предшественником (AA2219) исследуемый сплав демонстрирует на 20% выше $\sigma_{0,2}$, на 10% выше σ_{B} , а пластичность выше на 30% [126,198,199].

Деформационное упрочнение, представляемое отношением $\sigma_{0,2}/\sigma_B$ и наклоном на кривых истинная деформация – напряжение, уменьшается при увеличении процента пред-деформации, что отрицательно сказывается на однородном удлинении. При этом удлинение до разрушения остаётся практически неизменным. Главное влияние пред-деформации заключается в переходе от кривой с непрерывным упрочнением после достижения $\sigma_{0,2}$ [183,200] в режиме Т6 к кривой с площадкой текучести после обработки по режиму Т87. Это заключается в появление характерного перегиба на начальной стадии интенсивного упрочнения (вставка Рисунка 5.26). Необходимо отметить, что после интенсивной прокатки сплав демонстрирует только непрерывное упрочнение даже при $\sigma_{0,2}$ >500 МПа (Рисунок 4.12). На кривых σ - ε кривых предрастянутого, но не состаренного сплава так же наблюдается только непрерывное упрочнение с

последующим переходом к пилообразному напряжению течения, которое связано с гетерогенной локализацией пластической деформации в объеме материала. Это явление известно как эффект Портевена-Ле Шателье, а его механизм связан с динамическим старением [160,183,190,200] и сегрегированием примесных атомов на дислокациях во время пластической деформации. Старение, вызывающее почти полный распад ПТР, полностью подавляет ПЛШ-эффект и уменьшает деформационное упрочнение.

Таблица 5.1. Механические свойства исследуемого Al–Cu–Mg сплава (AA2519) после низкотемпературной термомеханической обработки включающей старение при 190°С. Данные для предыдущей версии (AA2219) приведены в целях сравнения.

Сплав	Режим		Время старения,	Твёрдость, HV _{0.2}	σ _{0,2} , МПа	σ _В , МПа	Удлинение %		$\sigma_{0,2}/\sigma_{\rm B}$
			Ч				ε _U	δ	
AA2519	T81	Ι	2,5	152±2	346±2	432±3	12±0,2	17±0,3	0,801
		II	12	150±2	356±3	436±2	8±0,2	12±0,3	0,818
	T851		2	157±2	395±3	460±3	9±0,5	15±1,4	0,859
	T87		1,5	169±3	422±1	471±1	8±0,5	13±0,5	0,896
AA2219	T81/T851		-	-	325	425	-	7	0,765
	T87		-	-	350	430	-	10	0,814

Анализ Рисунка 5.2 и Таблицы 5.2 показывает, что пред-деформация на 1, 3 и 7% без старения обеспечивает прирост в $\sigma_{0,2}$ на 33, 75 и 146%, соответственно, при этом пластичность меняется слабо. Величина этого прирост гораздо больше, чем достигается за счёт преддеформации и последующего старение. Старение на максимум твёрдости обеспечивает прирост в 96% (175 МПа), 65% (159 МПа) и 26% (87 МПа) увеличения $\sigma_{0,2}$ после растяжения на 1, 3 и 7%, соответственно. Следовательно, рост степени пред-деформации с 1 до 7% сокращает в 2 раза прирост в $\sigma_{0,2}$ во время последующего старения. При пред-растяжении \geq 3% эффект старения на $\sigma_{0,2}$ составляет \leq 100 МПа.

Таблица 5.2. Механические свойства сплава Al-Cu-Mg сплава сразу же после деформации растяжением.

%	σ _{0,2} ,	σ _B , ΜΠ2	Удлин %	іение	$\sigma_{0,2}/\sigma_{\mathrm{B}}$
	Ivii ia	Iviiia	ε _U	δ	
1	179±3	353±3	23±1,5	27±1,5	0,507
3	240±2	365±2	21±1,0	24±0,8	0,658
7	336±2	403±2	17±0,5	18±0,4	0,834

5.2 Стадийность фазовых превращений после растяжения и искусственного старения



Рисунок 5.3. Светлополные ПЭМ-снимки и соответствующие картины дифракции электронов сплава Al–Cu–Mg после пред-деформации и недостаривания по режиму 190°C-0,5 часа. (а, б) 1%, (в, г) 3%, (д, е) 7%. Снимки на (а, в, д) получены вдоль оси зоны $\langle 001 \rangle_{\alpha}$, (б, г, е) - $\langle 011 \rangle_{\alpha}$. Красные кругами отмечены рефлексы на позициях 1/3 и 2/3 [220]_α, связанные с Ω-фазы. Голубыми кругами на е) отмечено выделение Ω-фазы на межфазной границе θ'/матрица.
На Рисунке 5.3 представлен фазовый состав сплава AA2519 после прерывания старения на стадии «недостаривания». Пред-растяжение на 1% и старение в течение получаса при 190°С приводит к однородному распределению ГП-зон/ θ'' -фазы, а так же гетерогенно выделяющихся на дислокациях θ' -частиц (Рисунок 5.3а). Сильные прерывистые $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ диффузионные тяжи через матричные {200} и {220} на картинах дифракции указывают на явное выделение θ'' -фазы [19,126], которая является доминирующей в микроструктуре. Присутствие непрерывающихся диффузионных тяжей параллельно направлению $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ через рефлексы {200}_α связано с ГПзонами [19,126]. Показателем выделение θ' -фазы является рефлексы на позициях {110}_α и четырех смежных диффузионных полос (ср. Рисунки 2.1а и 5.3а) [19,126,141]. Очевидно присутствие частиц θ' -фазы на светлопольных снимках полученных вдоль оси зоны $\langle 011 \rangle_{\alpha}$ (Рисунок 5.36). Так же в микроструктуре легко обнаруживается Ω -фаза, выделяющаяся гомогенно вдоль {111}_a. Однако характерные для неё рефлексы обнаружить не удалось, что можно связать с её малой численной плотностью (Рисунок 5.36, Таблица 5.3).

Таблица 5.3. Геометрические размеры, численная плотность и объемная доля Ω-фазы после различных режимов обработки. КФ – коэффициент формы.

	Пред- деформация, %	Время старения, ч	Средний размер пластин, нм		КФ	Численная плотность				
Режим							Объемная			
			Диаметр	Толщина		×10 ²⁰ , #/м ⁻³	%			
T6	0	0,5	26±12	0,8±0,10	33	-	-			
		12	117±68	1,0±0,2	120	1,2±1,8*	0,08±0,07			
Τ8	1	0,5	33±12	0,9±0,20	39	5,6±3,6	0,03±0,01			
		2,5	47±24	0,8±0,2	58	4,1±3,0	0.06±0,04			
		12	141±81	1,2±0,3	119	0,5±0.3	0,08±0,02			
	3	0,5	36±12	0,8±0,2	47	4,8±1,7	0,04±0,01			
		2	44±20	0,95±0,26	46	10,8±4,1	0,14±0,05			
	7	0,5	34±13	0,8±0,2	40	16,1±0,3	0,11±0,04			
		1,5	40±18	1,0±0,3	37	23,3±9,8	0,3±0,12			
		12	48±18	1,2±0,3	40	3,6±1,5	0,1±0,06			
* - неоднородное распределение										



Рисунок 5.4. Светлопольные снимки ПЭМ и картины микродифракции сплава Al–Cu–Mg после обработки T8, включающей деформацию на 1% (a, б), 3% (в, г), 7% (д, е) и старение соответствующее максимальному упрочнению. Снимки на (a, в, д) получены вдоль оси зоны $<001>\alpha$, (б, г, е) вдоль $<011>\alpha$.

Рост степени пред-деформации подавляет формирование ГП-зон (а так же процесс кластеризации), но при этом способствует выделению θ'- и Ω-фаз. После 3%, можно обнаружить прерывистые диффузионные тяжи вдоль <001> через матричные {200} (Рисунок 5.3в), что явно указывает на выделение 0"-фазы. Чёткие точечные рефлексы, связанные с в '-фазой обнаруживаются на картинах дифракции электронов, полученные как вдоль оси зоны <100>_α так и вдоль <011>_α (Рисунки 2.1, 5.3в, г). Выделение дисперсных пластин Ω-фазы приводит к появлению диффузионных полос вдоль <111>_а в дополнение к характерным рефлексам на позициях 1/3 и 2/3 [220]_α. (Рисунки 5.3г, е) [126]. После 7% пред-растяжения, объемная доля в "-фазы становится незначительной и непрерывные диффузионные тяжи через $\{200\}_{\alpha}$ наблюдаются с трудом (Рисунок 5.3д). Как видно из Рисунков 5.3в, д θ' -фаза становится преобладающей. Доля Ω-фазы увеличивается почти в трое (Таблица 5.3), а чёткие диффузионные тяжи вдоль <111>_α присутствуют на картине дифракции электронов, полученных вдоль оси зоны <011>_α (Рисунок 5.3е). Преимущественная доля Ω-фазы выделяется гомогенно в α-Al матрице, хотя некоторые выделяются на широких плоскостях θ'-фазы (бирюзовые круги на Рисунке 5.3е). Такие пластины обладают малым коэффициентом формы, и далее будут обозначены как Ω_{II}-фаза. Так же необходимо отметить, что в микроструктуре были обнаружены частицы S"/S'-фаз.

Таблица 5.4. Размеры, плотность и объемная доля частиц 0'-фазы в исследованном сплаве AA2519.

Режим	Пред- деформация, %	Старение, ч	Средний размер, нм			Численная плотность	Объемная
			Диаметр	Толщина	ΚФ	×10 ²⁰ , #/m ⁻³	доля, %
T6	0	12	132,2±76.6	4,45±1,22	29,7	3,96±0,32	2,37±0,92
Т8	3	2	49,2±23.2	3,04±0,82	16,1	28,33±0,84	1,74±0,20
	7	1,5	34,5±16,5	2,97±0,86	11,6	60,13±0,73	2,09±0,63
		12	34,3±14,4	3,32±1,03	10,3	56,90±0,10	2,04±0,08

Старение на максимум прочности и увеличение промежуточной деформации приводит к растворению ГП-зон и увеличению объемной доли θ'-фазы приблизительно в 3 раза за счёт θ"пластин (Рисунки 5.4а-в, Таблица 5.4). Диаметр θ'-пластин увеличивается с ростом времени старения (Таблица 5.4). В итоге, увеличение численной плотности θ'-фазы после пикового старения относительно низкое по сравнению с «недостаренным» состоянием материала (Таблица 5.4). В состоянии с максимальной прочностью, увеличение степени пред-деформации приводит к замене 0"- на 0'-фазу (Рисунки 5.4а-в, Таблица 5.4). Пластины 0"-фазы, которые выделяются гомогенно в участках свободных от дислокаций, вызывают сильные когерентные упругие напряжения вокруг своих плоских границ (Рисунок 5.4в). Непрерывающихся диффузионных тяжей на картинах дифракции полученных вдоль <100>_а в материале преддеформированном на 1-7% обнаружено не было, поэтому можно предполагать, что ГП-зоны в структуре отсутствуют. *θ*"-фаза проявляется как прерывистые диффузионные тяжи вдоль <001> через матричные {200}, а так же точечные рефлексы {220}_α (Рисунки 5.4а,б) [19]. При чём рефлексы, приписываемые 0"-фазе в экспериментальных картинах дифракции и рефлексы, смоделированные используя модель Герольда [19,126], совпадают. Поэтому, можно предположить что 0"-фаза обладает сверхрешёткой, а её стехиометрия Al₃Cu [19,126]. После пред-растяжения на 1%, 0"-фаза является преобладающей (Рисунок 5.4а). Области, содержащие пластины 0"-фазы, ограничены областями с 0', выделяющихся на дислокациях. После 3% преддеформации, численные плотности θ'' - и θ' -фаз приблизительно одинаковы (Рисунок 5.46). Промежуточная деформация на 7% способствует преобладанию в'-фазы (Рисунок 5.4в). При этом её объемная доля практически не зависит от степени деформации, а численная плотность возрастает приблизительно в 4 раза после обработки Т87 (Таблица 5.4). Стоит отметить что пред-деформация $\geq 3\%$ в значительной степени уменьшает диаметр пластин θ' -фазы, что связано с переходом от почти гомогенного зарождения [126,201,202] после старения на максимум прочности в режиме Т6, к гетерогенному на дислокациях [6,126] (Рисунок 5.4в). А результатом этого перехода является уменьшение коэффициента формы в ~2 и ~3 раза после промежуточного деформирования на 3 и 7%, соответственно. Интересно отметить, что преддеформация имеет схожий эффект на частицы T₁(Al₂CuLi) и δ'(Al₃Li)-фаз [203].

Так же старение на максимум прочности приводит к увеличению объемной доли Ω -фазы в~2-3 раза, по сравнению с «недостаренным» состоянием (Таблица 5.3). В свою очередь, преддеформация увеличивает объемную долю Ω -фазы в ~4 и ~19 раз, соответственно (Рисунок 5.4ге, Таблица 5.3). В результате, после 3 и 7% промежуточной деформации появляются 4 характерные точеные рефлексы, а так же диффузионные тяжи {111}_α, наблюдаемые в оси зоны <011>_a. Интересно отметить, что размеры Ω -фазы в исследуемом Al–Cu–Mg и модифицированном AA2139 (Al–5,6Cu–0,72Mg–0,5Ag–0,32Mn–0,17Sс–0,12Zг–0,1Ge) [59] после старения на максимальную прочность практически равны. После старения на максимальную прочность без использования пред-деформации (режим T6), коэффициент формы Ω_{I} -фазы огромен и составляет ~120 (Таблица 5.3), при этом сама фаза распределена более-менее равномерно в алюминиевой матрице. В условиях «пикового» старения, увеличение степени пред-деформации приводит к резкому уменьшению (в ~4 раза) коэффициента формы пластин Ω -фазы, тем самым обеспечивая их высокую численную плотность (Таблица 5.3). После 1% пред-деформации и старения на «максимальную прочность», происходит выделение Ω -фазы с средним коэффициентом формы (Рисунок 5.4г, Таблица 5.3). Увеличение времени старения до 12 часов приводит к увеличению диаметра Ω -фазы, а коэффициент формы достигает ~120 (Рисунок 5.5а, Таблица 5.3). Очевидно, что при этом остаются только частицы Ω_{I} -фазы с коэффициентом формы >100.



Рисунок 5.5. Микроструктура сплава системы Al–Cu–Mg после деформации 1% (а) 7% (б) и последующего старения в течение 12 часов при 190°C. Очевидна разница в размерах гомогенно выделяющейся Ω_{I} -фазы (красные стрелки) и Ω_{II} -фазы, выделяющейся гетерогенно на межфазной границе θ' -фаза/Al.

Сильный эффект пред-деформации на дисперсию Ω -фазы связан с стимулированием выделения Ω_{Π} -пластин, выделяющихся на межфазной границе θ' -фаза/Al (Рисунок 5.6). Очевидно, что Ω выделяется на широкой границе θ' , а затем происходит совместный рост обеих фаз (Рисунок 5.6). Как уже было отмечено ранее, выделение θ' -пластин на дислокациях становится преобладающим при пред-деформациях $\geq 3\%$, а поэтому гетерогенное выделение Ω_{Π} -фазы так же становится преобладающим механизмом. При 7% пред-растяжении этот механизм обеспечивает высокую объемную долю Ω -фазы после старения на максимальную прочность (Рисунок 5.4, Таблица 5.3). Так же необходимо отметить формирование кластеров наблюдаемых вдоль {111}_{α} (красные стрелки на Рисунке 5.6в) [68]. Таким образом, при степенях пред-деформации $\geq 3\%$ происходит одновременное гомогенное выделение Ω_{I} , а так же гетерогенное выделение Ω_{II} -фазы. «Перестаривание» сплава приводит к растворению θ'' и замене Ω_{II} на θ' (Рисунок 5.5). Как результат, средний диаметр и коэффициент формы немного увеличиваются, но численная плотность и объемная доля уменьшается в ~6 и ~3 раза, соответственно (Рисунок 5.5б, Таблица 5.4). Особенно следует отметить что после 1% преддеформации гетерогенное выделение Ω -пластин на θ' -фазе происходит крайне редко и при этом разница в размерах гетерогенно и гомогенно выделенных пластин практически не заметна (Рисунки 5.46, 5.5а, б). Эта разница появляется при пред-деформациях \geq 3%, при которых θ' фаза выделяется преимущественно на дислокациях и поэтому большая часть Ω -фазы также выделяется на межфазной границе θ' -фаза/Al.



Рисунок 5.6. Формирование цепочки частиц Ω-фазы вдоль малоугловой границы в сплаве Al– Cu–Mg (a, б) после 1% пред-растяжения и старения по режиму 190°C – 0,5 часа. Гетерогенное выделение Ω-фазы на межфазной границе θ'-фаза/Al после 7% растяжения и старения в течение 12 часов при 190°C (в, г). Электронно-микроскопические изображения в и г получены в режиме прямого разрешения. Красные стрелки указывают на {111}_{Al} кластеры.

В ходе исследования было зарегистрировано обогащение Ω-фазы магнием, что согласуется с предыдущими работами [127,204,205]. Численный энергодисперсионный анализ

позволяет утверждать, что в пластинах/окрестностях содержится в ~4 раза больше Mg, чем в матрице (Рисунок 5.7). Поэтому был сделан вывод, что добавление Mg является критическим для зарождения Ω-фазы, которая к тому же проявляет чёткие когерентные поля упругих напряжений.

В дополнение к вышеуказанным фазам во всех состояниях было обнаружено крайне малое количество (приблизительно на 1 микрофотографии из 20) рейко-образных частиц S'фазы [19,134,206,207], выделяющихся с габитусной плоскостью $\{210\}_{\alpha}$ расположенной вдоль $<100>_{\alpha}$. Более того, наблюдались пластины θ_{Π} '-фазы [47,208] с габитусной плоскостью $\{110\}_{\alpha}$ (жёлтая стрелка на Рисунке 5.4г). Так как объемная доля этих фаз очень мала, можно предполагать, что они оказывают слабое влияние на механические свойства Al–Cu–Mg сплава.



Рисунок 5.7. Светлопольное изображение в оси зоны $<011>_{\alpha}$ микроструктуры сплава Al–Cu– Mg после пред-растяжения на 1% и последующего старения в течение 12 часов при 190°C. Результаты локального химического анализа матрицы и Ω -фазы свидетельствуют о наличии Mg в последней. Обратите внимание на присутствие напряжений по краям Ω -пластин.

Предварительная деформация разрушает процесс кластеризации и препятствует осаждению ГП-зон при низких температурах старения, т.к. дислокации являются эффективными местами стока вакансий [2]. Как было показано выше, формирование ГП-зон и θ"-фазы происходит в «недостаренном» состоянии при относительно высокой температуре (190°С). Не так давно было показано [53,126,208,209] что малые добавки магния могут в значительной степени изменять природу частиц, образующихся в алюминиевой матрице и на

дислокациях. Добавление 0,1ат.% магния достаточно для его сегрегирования на почти всех дислокация при плотности ~2×10¹⁴ м⁻² [53]. Поэтому сегрегации Си и Мд появляются на основных участках дислокаций, уже после предварительного растяжения \geq 3%. Как результат, добавки магния не могут способствовать выделению ГП-зон [126]. Атмосферы Коттрелла препятствуют гомогенному выделению ГП-зон и θ"-фазы. При 190°С старении, происходит частичное разрушение Си-Мд атмосфер на дислокациях, зарождение ГП-зон на {001}_α, а Си-Мд-кластеров на {111}_α. Во время развития процесса старения, ГП-зоны растворяются из-за формирования θ"- и θ'-фаз с меньшей энергией [210], в соответствии со схемой свободной энергии Гиббса-Томсона [6]. И наоборот, кластеры {111}_{A1} сохраняются и служат предшественниками для гомогенного выделения Ω_{I} -фазы.

К тому же Cu-Mg атмосферы Коттрелла повышают содержание Cu, приближаясь к стехиометрическому составу Al₂Cu и при этом способствуя зарождению θ' -фазы на решёточных дислокациях, поскольку предварительное деформирование (даже с малыми степенями) вызывает образование плотной и однородной дислокационной структуры. Таким образом, предварительное деформирование способствует переходу от гомогенного зарождения θ' -фазы с высоким коэффициентом формы [126] к гетерогенному зарождению этой фазы с более низким коэффициентом формы на дислокациях (Таблица 5.4). Толщина пластин θ' -фазы, выделяющихся на решёточных дислокациях ниже, чем у тех, которые выделились гомогенно (Таблица 5.4). Энергия образования на каждый растворённый атом Cu так же ниже [202]. Это уменьшение в энергии образования компенсируется уменьшением энергии растворения атомов меди в алюминии [6]. Следует отметить, что изменение механизма зарождения θ' -фазы из-за промежуточной деформации оказывают влияние на численную плотность этой фазы, но при этом не значительно влияет на ее объемную долю. Поэтому пред-деформация способствует выделению θ' -фазы за счет θ'' . В целом эти результаты хорошо согласуются с работами [1,25,59,209,211–213].

Магний обнаруживается составе θ' -фазы [47], но его растворимость довольно мала (приблизительно 1/50 (в вес.%)) и близка к таковой в равновесной θ -фазе [55,214]. В результате происходит обеднение по Mg от пластин θ' -фазы, осажденных на дислокациях, что приводит к значительному сегрегированию атомов Mg вблизи межфазной границы θ' -фазы/Al-матрицы [127,201,208,209]. Эти растворённые сегрегации на границах раздела служат в качестве мест для образования Ω_{II} -фазы аналогичным образом, так как сегрегация Ag способствует образованию $\gamma'(Al_2Ag)$ -фазы [45]. Скопления из θ' - b Ω_{II} -фаз формируются на решёточных дислокация. Таким образом, зарождение θ' -фазы, зарождённой на границе θ' -фазы/Al. Затем эти

80

две фазы зарождаются и растут почти одновременно, приводя к слиянию двух эндотермических пика на ДСК-кривых в сплаве Al–Cu–Mg с низким содержанием кремния [126]. Недавно было показано [116] что свободная энергия Ω-фазы выше чем у θ'. Это заключение подтверждается рассчитанной энтальпией образования этих двух фаз, о которой сообщалось в работах [19,204]. В результате Ω_{II}-фаза, примыкающая к θ'-фазе, имеет тенденцию растворяться с ростом времени старения в соответствии с хорошо известной схемой Гиббса-Томсона [6], что приводит к «перестариванию» сплава. Однако при этом основная часть Ω_I-фазы зарождается гомогенно и не имеет прямого контакта с θ'-пластинами, которые почти сохраняют свои размеры в процессе старения.

Таким образом, можно подытожить, что при использовании предварительной деформации ≥3% в сплаве наблюдается две следующие последовательности выделения:

$$\Pi TP \to \Gamma\Pi\text{-зоны} \to \theta''\text{-} \phiasa \to \theta' - \phiasa + \Omega_{\Pi}\text{-} \phiasa \to \theta' - \phiasa \to \theta - \phiasa$$

$$\Pi TP \to \{111\} \text{ кластеры} \to \Omega_{I}\text{-} \phiasa \to \theta - \phiasa$$
(5.1)

Поэтому, предварительная деформация растяжением на малые степени слегка изменяет последовательность выделения, но сильно влияет на распределение пластин Ω -фазы в сплаве AA2519. Это объясняется тем что при росте плотности дислокаций происходит переход от гомогенного механизма выделения θ' - и Ω_{I} -фаз к гетерогенному выделению θ' - и Ω_{II} -фаз на дислокациях и межфазной границе θ' -фаза/Al, соответственно. Существование параллельных и независимых реакций распада ПТР (Уравнение 5.1) объясняет превосходное сопротивление к огрублению Ω_{I} -фазы при T \leq 250°C[42].

5.3 Механизмы упрочнения после растяжения с небольшими степенями и искусственного старения

Взаимодействие между растворёнными атомами Мg и Си и дислокациями приводит к блокировке решёточных дислокаций благодаря действию специфического упрочняющего твёрдорастворного механизма, связанного с образованием кластеров растворенного вещества на дислокациях. А это в свою очередь требует применения дополнительной силы для обеспечения скольжения дислокаций [13,116,215]. Блокировка решёточных дислокаций требует дополнительного испускания дислокаций во время растяжения, тем самым обеспечивается высокая плотность дислокаций, уже при малых степенях деформации. Несомненно увеличение плотности дислокаций обеспечивает высокое значение дислокационного упрочнения [13,215]. В результате, условный предел текучести сильно возрастает а относительный эффект от дисперсионного твердения при старении на максимальную прочность уменьшается с ростом

81

пред-деформации. Значение величины дислокационного упрочнения описывается известным уравнением [13,215]:

$$\sigma_{\rm DS} = \alpha {\rm MGb} \rho^{1/2}, \tag{5.2}$$

где α~0,28 численный коэффициент, представляющий силу взаимодействия типа дислокациядислокация, М представляет собой фактор Тейлора из диапазона 2,98 to 3,08 (подсчитан из EBSD-карт), G - модуль сдвига алюминия, b – модуль вектора Бюргерса, а ρ – плотность дислокаций. Можно посчитать, что прирост (Δσ_{DS}) 120 МПа после 7% пред-растяжения без применения старения. Эта величина значительно ниже, чем наблюдаемая экспериментально (200 МПа). Принимая во внимание, что анализ микроструктуры не выявил изменений в размере зёрен или формирования деформационных полос (Рисунок 4.1), эффективность твёрдорастворного упрочнения связанного с образованием Си-Мg атмосфер на дислокациях, а так же упрочнения от кластеров, составляет ~80 МПа. Очевидно, что увеличение степени преддеформации приводит к росту этого вклада в общее значение величины $\sigma_{0.2}$.



Рисунок 5.8. Влияние времени старения на эволюцию микротвердости Al–Cu–Mg сплава при различных режимах HTMO, включающие прокатку со степенями обжатия 10, 40 и 80%.

Обработка Т87 приводит к высокой численной плотности пластино-образных θ' -частиц, формирующихся на плоскостях {001}_α и частиц Ω -фазы, выделяющейся на {111}_α. Смесь, состоящая из не перерезаемых широких θ' -пластин и тонких дисперсных частиц Ω -фазы, устойчивых к перерезанию, обеспечивают превосходные механические свойства Al–Cu–Mg сплава, обработанного по режиму Т87. Дислокационный механизм упрочнения в значительной степени обеспечивает увеличение $\sigma_{0,2}$ при деформации $\geq 3\%$, а роль возрастающей численной плотности θ' - и Ω -фаз не является ключевой. 7% промежуточной деформации увеличивают численную плотность θ' - и Ω -фазы в ~15 и ~4 раза, соответственно. Однако, эти изменения в распределении устойчивых к перерезанию частиц, оказывают малое влияние на вклад дисперсионного упрочнения в общий уровень прочности. Это связано с уменьшением коэффициента формы частиц из-за перехода от гомогенного выделения к гетерогенному и не очень значительному эффекту пред-деформации на объемную долю θ' -фазы. При «недостаривании» пред-деформация $\geq 3\%$ обеспечивает почти полную замену перерезаемых θ'' -фаз на огибаемые пластины θ' - и Ω -фаз. В результате этого величина дисперсионного упрочнения остается практически неизменной.

Анализ механического поведения сплава обработанного по режимам T6 и T87 явно показывает что разницу в условном пределе текучести (130 МПа) можно связать с увеличением плотности дислокаций в 12 раз. При этом увеличение $\sigma_{0,2}$ за счёт дислокационного упрочнения 120 МПа. Так же необходимо подчеркнуть что не возможно адекватно оценить величину плотности дислокаций после старения на максимум прочности т.к. в структуре сплава, обработанного по режимам T8, присутствуют частично-когерентные пластины θ' и Ω -фазы, которые выделяются исключительно вдоль плоскостей $\{001\}_{\alpha}$ и $\{111\}_{\alpha}$, соответственно. Поэтому эти частицы вызывают уширение рентгеновских пиков [216]. Малое падение в плотности решёточных дислокаций может происходить во время искусственного старения [16], однако это приводит к незначительному уменьшению величины дислокационного упрочнения (≤ 25 МПа). Поэтому, величины дисперсионного упрочнения вызванная θ'' - и θ' -фазами после T87 почти равны, несмотря на явные различия морфологических особенностях пластин.

5.4 Механическое поведение после прокатки с большими обжатиями и последующего искусственного старения

На Рисунках 5.8 и 5.9 представлено влияние возрастающей промежуточной пластической деформации методом прокатки на эволюцию твердости и механических свойств на растяжение («кривые старения») исследуемого сплава в процессе старения при 190°С. Как и в случае промежуточной деформации методом растяжения (Рисунок 5.1), на всех зависимостях твердости от времени выдержки выделяются три характерные области – недостаривание, старение на максимум прочности и перестаривание. При обработках типа Т8XX с увеличением степени деформации наблюдается постепенное возрастание пиковых значений твердости и прочности, достижение которых в ходе старения наблюдается при меньших временах выдержки, что свидетельствует об ускорении кинетики процесса старения. На «кривых

83

старения» при обработках T8XX со степенями деформации 10, 40 и 80% пиковые значения механических свойств наблюдаются после старения в течение 2, 0,5 и 0,5 ч, соответственно. С увеличением степени деформации, протяженность стадии, на которой наблюдается увеличение твердости, а также разница между твердостью после прокатки и максимальной прочностью после старения, уменьшаются. Хорошо известно [16], что промежуточная холодная деформация ускоряет процессы распада пересыщенного твердого раствора при старении в результате увеличения вклада диффузии вдоль линии дислокаций [67].



Рисунок 5.9. Эволюция прочности и пластичности в процессе старения, после режимов НТМО, включающих холодную прокату с обжатием 10% (Т810), 40% (Т840) и Т80%(Т880).

Механические свойства на растяжение коррелируют с изменениями твердости АІ-Си-Мд сплава в процессе старения. С ростом степени деформации происходит повышение значений однако наблюдается значительное снижение δ. Увеличение σ_{0.2} И σ_B, продолжительности старения так же оказывает отрицательный эффект на пластичность сплава. Такое влияние термомеханической обработки на свойства объясняется выделением фаз с полукогерентными межфазными границами [217]. На Рисунке 5.10 приведены типичные σ-ε кривые сплава после старения на максимальную твердость при различных режимах НТМО. Так, после обработки T840 значения σ_{0.2} и σ_в достигают ~500 и 540 МПа, соответственно, но при этом δ ожидаемо уменьшается до ~10%. Таким образом, отношение $\sigma_{0.2}/\sigma_B \ge 0.9$ является характерным для всех состояний сплава после промежуточной деформации и старения на максимальную прочность, тогда как данный параметр после обработки Т6 равен ~0,7. Из анализа кривых на Рисунках 3.9, 5.2 и 5.10 можно сделать вывод, что промежуточная деформация приводит к появлению характерного перегиба на начальной стадии интенсивного упрочнения. Это согласуется с работами [124,142] и связано с различным деформационным упрочнением Al-Cu сплавов. Стоит отметить, что σ_{0.2} исследуемого и более дорогостоящего Al-Cu-Mg-Ag сплавов после 40% прокатки и старения на максимум твёрдости почти равны [59].



Рисунок 5.10. Зависимость инженерного напряжения от деформации при растяжении сплава после различных режимов HTMO, включающих старение на максимальную прочность.

Необходимо отметить, что старение после прокатки с максимальной степенью обжатия ведёт к деградации прочности и лишь небольшому увеличению пластичности. Причины такого поведения связанны с изменениями в микроструктуре, которые будут рассмотрены ниже.

5.5 Механические свойства после РКУП и последующего искусственного старения

Эволюция микротвёрдости Al-Cu-Mg сплава после обработки на твёрдый раствор, РКУ прессования и искусственного старения представлена на Рисунке 5.11. Зависимость



Рисунок 5.11. Кривая старения сплава Al–Cu–Mg подвергнутого HTMO, включающее РКУП и последующее искусственное старение при 190°С.

микротвёрдости от времени старения представляет собой типичную куполообразную кривую с максимум при $186\pm 2 \text{ HV}_{0.2}$ после 4 минут. После этого микротвёрдость постепенно уменьшается и достигает $155\pm 2 \text{ HV}_{0.2}$ после 24 часового старения. Необходимо заметить, что после 24 часов старения исследуемый сплав, обработанный по режиму T87, демонстрирует $153\pm 2 \text{ HV}_{0.2}$ (Рисунок 5.1). Это свидетельствует о крайне высокой плотности дислокаций, которые ускоряют диффузионные процессы перераспределения легирующих элементов между основными упрочняющими фазами в образцах подвергнутых РКУП.



Рисунок 5.12. Эволюция механических свойств Al-Cu-Mg сплава после РКУ прессования и искусственного старения.

Механическое поведение сплава после РКУ прессования и старения представлено на Рисунке 5.12. В общем виде изменение твердости коррелирует с изменением в микротвёрдости. Как видно из Рисунка 5.12 максимальную величину $\sigma_{0,2}$ =468±4МПа сплав достигает после 45 минутного старения, а δ остаётся приблизительной постоянным во всём исследованном диапазоне. После обработки Т860 (т.е. прокатки с ε ~0,91 и старения) максимальную значения прочности, $\sigma_{0,2}$ и σ_B , составляют 505 и 540 МПа, соответственно, но при этом δ уменьшается до 6% [218]. Это позволяет сделать предположение о том, что прокатка эффективнее в упрочнение Al–Cu–Mg сплава, чем РКУ прессование.

5.6 Стадийность фазовых превращений в процессе старения после деформация

с большими степенями

Серия светлопольных и темнопольных ПЭМ-снимков сплава АА2519, полученных вдоль



Рисунок 5.13. Микроструктура сплава после обработок Т810 (а, б), Т840 (в, г) и Т880 (д, е). Светлопольные и соответствующие им темнопольные изображения в рефлексе θ'-фазы (см. Рисунок 2.1). Ось зоны <001>_α.

оси зоны <001>_α, после обработок Т810, Т840 и Т880 (включающих старение на максимальную прочность), представлена на Рисунке 5.13. Соответствующие картины дифракции электронов приведены на Рисунке 5.14. Очевидно, что во всех состояния в сплаве присутствуют вытянутые вдоль {001}_α пластино-образные частицы. Анализ микрофотографий и картин дифракции

позволяет утверждать, что это частицы θ'' - и θ' -фаз. При этом сопоставление светлопольных и темнопольных изображений позволяет однозначно отделять одну фазу от другой. После прокатки с 10% обжатием и последующего старения на максимум прочности в сплаве присутствуют θ'' -частицы, однако их количество крайне ограничено (Рисунки 5.13а, б). При увеличении степени промежуточной деформации когерентных выделений обнаружено не было, но дифракционный эффект от θ' -фазы усиливается, что может свидетельствовать об повышении дисперсности фазы: уменьшении размера частиц и увеличении их численной плотности. Это можно связать с тем что: 1) выделение θ' происходит на равномерно распределённых дислокациях; 2) медь, доступная для выделения упрочняющих фаз, распределяется между большим количеством θ' -частиц, что приводит к замедлению их роста.



Рисунок 5.14. Типичные дифракционные картины от выбранных областей исследуемого сплава после обработок Т810 (а), Т840 (б) и Т880 (в).

Рисунок 5.15 представляет собой серию ПЭМ-снимков и соответствующих им картин дифракции электронов, полученных вдоль оси зоны $\langle 011 \rangle_{\alpha}$. Их анализ показал, что в дополнение к θ'' и θ' , происходит выделение пластин вдоль плоскостей $\{111\}_{\alpha}$, которые как и в случае правки растяжением были идентифицированы как Ω -фаза. Об этом свидетельствуют характерные точечные рефлексы на позициях $1/3 \langle 022 \rangle_{\alpha}$ и $2/3 \langle 022 \rangle_{\alpha}$ (красные круги), а так же диффузионные тяжи вдоль $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ (красные стрелки). Грубо говоря, интенсивность дифракционных эффектов (рефлексов и диффузионных тяжей) отражают объемную долю частиц. Поэтому очевидно увеличение численной плотности Ω -частиц с увеличением степени пред-деформации. Оба фактора свидетельствуют о положительном влиянии деформации на выделение Ω -фазы. При этом так же как и в случае θ' -пластин, происходит уменьшение диаметра частиц Ω -фазы. Этот эффект был ранее обнаружен для Al–Cu–Mg–Ag сплава в работе [25]. Известно что увеличение диаметра Ω -пластин должно включать дальнодействующую диффузией меди и перераспределением атомов Ag и Mg вокруг мигрирующей ступеньки [42]. Возможно увеличение плотности дислокаций предотвращают диффузию Mg и в результате

появляется множество мелких пластин Ω -фазы, но это предположение требует отдельного изучения. Стоит так же отметить, что возле Ω -частиц присутствуют поля упругих искажений, отчётливо видных на снимках ПЭМ (Рисунок 5.7).



Рисунок 5.15. Светлопольные изображения и картины микродифракции сплава обработанного по режимам Т810 (а), Т840 (б) и Т880 (в). Ось зоны $<011>_{\alpha}$. Гетерогенное выделением Ω -пластин на межфазной границе θ' -фаза/матрица очевидно.

В микроструктуре Al–Cu–Mg сплава (Рисунок 5.14), подвергнутому РКУП в качестве промежуточной деформации, обнаруживаются частицы двух упрочняющих фаз: θ' и Ω, которые легко могут быть различимы морфологически (по габитусной плоскости). Стоить отметить особенность матричных рефлексов - асимметричность, вызванную присутствием сильных напряжений в алюминиевой матрице (сравните Рисунок 3.4в и 5.14в), даже после искусственного старения.



Рисунок 5.16. Микроструктура сплава после НТОМ, включающей РКУП со степенью деформации ~1 и старения на максимальную прочность. Микрофотографии ПЭМ и соответствующие картины дифракции электронов. а) ось зоны <100>_α, б) ось зоны <011>_α.

Таким образом, можно заключить, что стадийность распада ПТР меди Al–Cu–Mg сплава деформированного с є≤1 происходит в такой же последовательности, как и в случае деформации методом растяжения – Уравнении 5.1.



Рисунок 5.17. Выделение стабильной θ-фазы вдоль деформационных полос в сплава AA2519 после обработки T880 и старения на максимум прочности. Участок снят в светлом (а) и тёмном поле (б) с использованием рефлекса (011)_θ.

В ходе микроструктурных исследований, была определена причина падения условного передела текучести слава после прокатки с обжатием 80% и искусственного старения (обработка Т880). Она заключается в выделении стабильной θ-фазы вдоль деформационных полос (Рисунок 5.17), что ведёт к значительному снижению количества твёрдого раствора меди доступного для выделения упрочняющих частиц θ'- и Ω-фаз. Это заключение полностью согласуются с работами [64,67,70,168].

5.7 Выводы по главе

В этой главе было рассмотрено влияние пластической деформации на структуру и свойства Al– Cu–Mg сплава. Как результат, можно сделать следующие выводы:

- Предварительная деформация на 7% увеличивает условный предел текучести с 136 до 336 МПа, а временное сопротивление разрушению с 328 до 403 МПа, но при этом пластичность уменьшается с 27 до 18%. Увеличение плотности дислокаций обеспечивает только половину прироста σ_{0,2}, наблюдаемого экспериментально.
- 2. Промежуточная деформация нарушает процесс кластеризации и приводит с формированию атмосфер Коттрелла, что препятствует образованию ГП-зон и θ"-фазы. Деформация сильно способствует осаждению θ'-частиц на дислокациях. Увеличение степени пред-деформации изменяет механизм выделения как θ'- так и Ω-фазы, от гомогенного к гетерогенному на дислокациях и межфазной границе θ'-фаза/Al, соответственно. Скопления частиц с плоскостью габитуса {001}_α и {111}_α зарождаются и растут одновременно в режиме «недостаривания».
- При ε≥3%, Ω_I-фаза выделяется гомогенно с коэффициентом формы ~120. А Ω_{II}-фаза, выделяющаяся на межфазной границе θ'-фаза/Al обладает коэффициентом формы ~35. Растворение θ"- и Ω_{II}-пластин приводит к «перестариванию» сплава.
- По сравнению с Т6, обработка Т87 обеспечивает увеличение условного предела текучести с 295 до 422 МПа, а временного сопротивления с 409 to 471 МПа. Удлинение до разрушения уменьшается не значительно. Увеличение σ_{0,2} преимущественно обеспечивается за счёт дислокационного упрочнения.
- 5. Не смотря на повышение дисперсности θ'-фазы, и увеличения численной плотности Ωфазы, эффект дисперсионного упрочнения уменьшается с ростом промежуточной деформации. Старение после прокатки с максимальным обжатием приводит к разупрочнению сплава за счёт выделения стабильной фазы по границам деформационных полос. Старение после РКУ прессования лишь незначительно увеличивает прочность сплава. Оптимальным режимом обработки является Т840.

92

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1) Длительное естественное старение (\geq 1000 часов) сплава AA2519 с соотношением Cu/Mg~10 и низким Si приводит к феномену отложенного упрочнения, которое заключается в повышении твердости с 96 HV_{0.2} до 128 HV_{0.2} за счет повышения плотности зон Гинье-Престона и выделения зон Гинье-Престона-Багаряцкого. По сравнению с искусственным, естественное старение обеспечивает более высокие механические свойства ($\sigma_{0,2}$ =305 МПа, $\sigma_{B,2}$ =450 МПа, δ =20%).

2) Искусственное старение на максимальную прочность ($\sigma_{0,2}$ =292 МПа, σ_B ,=409 МПа, δ =16%) обеспечивается за счёт смеси гомогенно выделенной θ'' -фазы и небольшого количества θ' -пластин. Перестаривание связано с растворением θ'' и гетерогенным выделением θ' -фазы. Ω_{I} фаза с коэффициентом формы пластин >100 гомогенно выделяется по всему объему сплава. Однако её объем и численная плотность незначительны.

3) Прокатка закалённого на пересыщенный твердый раствор Al-Cu-Mg сплава с соотношением Cu/Mg~10 приводит к повышению плотности дислокаций до р~10¹⁵ м⁻². При степенях обжатия <40% формируется ячеистая структура, а при последующем деформировании сплава образуются микрополосы сдвига в зернах с ориентацией Госса. При степени обжатия 60% формируются проходящие через несколько зерен полосы сдвига. Условный предел текучести, $\sigma_{0.2}$, увеличивается со 136 МПа после закалки до 336 МПа, 453 МПа и 567 МПа после деформации на 7%, 40% и 80%, соответственно, при этом δ уменьшается с 28% до 18%, 9% и 5%. Основной вклад в повышение прочности вносит дислокационный механизм упрочнения. Роль зернограничного механизма упрочнения по закону Холла-Петча становится значимым при степенях обжатия >40%, что связано с образованием микрополос сдвига. Пересыщенный обеспечивает формирование высокоэнергетических твердый раствор дислокационных структур. Формирование ячеистых и полосовых структур не приводит к разупрочнению.

4) Промежуточная деформация при НТМО приводит к гетерогенному выделению на дислокациях θ' -фазы, а также гетерогенному зарождению Ω_{II} -фазы с коэффициентом формы пластин <30 на межфазной границе θ' -фаза/матрица. Это обеспечивает микротвердость 170 HV_{0.2}, $\sigma_{0,2}$ =420 МПа, $\sigma_{B,}$ =470 МПа, δ =13% после 7% растяжения. Прирост прочности при обработке T87 по сравнению с обработкой T6 обеспечивается дислокационным упрочнением. С повышением степени промежуточной деформации эффективность дисперсионного упрочнения

при старении на максимальную прочность снижается. После прокатки с обжатиями >40% старение может приводить лишь к ограниченному повышению прочности и только при условии выделения зон Гинье-Престона и/или θ"-фазы. При холодной прокатке со степенями обжатия ≥40% вклад дислокационного упрочнения становится выше, чем вклад от упрочнения частицами, которые не перерезаются дислокациями. Высокотемпературное старение после больших степеней деформации либо не приводит к повышению прочности, либо приводит к разупрочнению материала. Последнее обстоятельство связано с выделением стабильной θ-фазы по деформационным границам.

5) Промежуточная деформация методом РКУП с ε ~1 обработанного на твёрдый раствор сплава приводит к образованию полос деформации, направленных под углом 26,6° к направлению прессования. Такая структура позволяет демонстрировать сплаву: $\sigma_{0,2}$ =467 МПа, $\sigma_{B,2}$ =495 МПа, δ =4%. При ε ~2 в местах пересечения деформационных полос из различных наборов обнаруживаются цепочки из новых субзерен\зёрен с неправильной формой и размером порядка 2 µм. Как и в случае интенсивной деформации методом прокатки, старение при 190°С после РКУП не приводит к увеличению прочности.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК:

- I. Zuiko. Effect of plastic deformation on the ageing behaviour of an Al–Cu–Mg alloy with a high Cu/Mg ratio / I. Zuiko, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering: A. – 2018. – Vol. xxx. – P. xxx-xxx. doi: doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.017.
- I. Zuiko. Effect of pre-straining method on mechanical properties of thermo-mechanically processed Al–Cu–Mg alloy / I. Zuiko, V. Kulitskii, R. Kaibyshev // Defect and Diffusion Forum. – 2018. – Vol. 385. – P. 364-369.
- I. Zuiko. Effect of ECAP prior to aging on microstructure, precipitation behaviour and mechanical properties of an Al–Cu–Mg alloy / I. Zuiko, M. Gazizov, R. Kaibyshev // Defect and Diffusion Forum. – 2018. – Vol. 385. – P. 290-295.
- 4. **I. Zuiko**. Aging behavior of an Al–Cu–Mg alloy / I. Zuiko, R. Kaibyshev // Journal of Alloys and Compounds. 2018. Vol. 759. –P. 108-159.
- I. Zuiko. Deformation structures and strengthening mechanisms in an Al–Cu alloy subjected to extensive cold rolling / I. Zuiko, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering: A. – 2017. – Vol. 702. – P. 53-64.
- I. Zuiko. Superplasticity of an AA2519 Aluminum Alloy / I. Zuiko, M. Gazizov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. 2016. Vols. 838-839. P. 278-284.
- И.С. Зуйко. Влияние термомеханической обработки на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства алюминиевого сплава AA2519 / И.С. Зуйко, М.Р. Газизов, Р.О. Кайбышев // Физика металлов и металловедение. 2016. Т. 117. № 9. С. 938-951.
- I. Zuiko. Effect of cold plastic deformation on mechanical properties of aluminum alloy 2519 after ageing / I. Zuiko, M. Gazizov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2014. – Vols. 794-796. – P. 888-893.

В других изданиях:

1. Кайбышев Р.О. Влияние термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства термоупрочняемого сплава системы Al–Cu–Mg–Mn / Кайбышев Р.О., Зуйко И.С., Газизов М.Р. // Технология Легких Сплавов. – 2015. – № 2. – С. 63-74.

Патенты:

Патент на изобретение RU №2618593 от 19 ноября 2015 «Способ термомеханической обработки полуфабрикатов из алюминиевых сплавов систем Al–Cu, Al–Cu–Mg и Al–Cu–Mn– Мg для получения изделий с повышенной прочностью и приемлемой пластичностью».

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1] I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, M. Qian, The Light Metals, 5th ed., Butterworth-Heinemann, 2017.
- [2] И.М. Новиков, В.С. Золоторевский, К.К. Портной, Н.А. Белов, Д.В. Ливанов, С.В. Медведева, А.А. Аксенов, Ю.В. Евсеев, Металловедение. Учебник в 2т. Том II. Термическая обработка. Сплавы, Издательский Дом МИСиС, Москва, 2009.
- [3] В.С. Золоторевский, Н.А. Белов, Металловедение литейных алюминиевых сплавов, Издательский дом МИСиС, Москва, 2005.
- [4] D.E. Laughlin, K. Hono, Physical metallurgy, 5th ed., Elsevier B.V., 2014.
- [5] Г. Готтштайн, Физико-химические основы материаловедения, Издателство Бином.
 Лаборатория знаний, Москва, 2012.
- [6] D.A. Porter, K.E. Easterling, M. Sherif, Phase Transformations in Metals and Alloys, 3^{ed}., CRC press, 2009.
- [7] Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов, Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: Учебник для вузов, 4-е изд., Издательский дом МИСиС, Москва, 2005.
- [8] Л.Ф. Мондольфо, Структура и свойства алюминиевых сплавов, Металлургия, Москва, 1979.
- [9] J.H. Adams, M. Ammons, H.S. Avery, ASM Handbook Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International, 1990.
- [10] R.K. Wyss, R.E. Sanders, Microstructure-Property Relationship in a 2XXX Aluminum Alloy with Mg Addition, Metallurgical Transactions A. 19 (1988) 2523–2530.
- [11] Х. Нильсен, В. Хуфнагель, Г. Ганулис, Алюминиевые сплавы (свойства, обработка, применение). Справочник. Пер. с нем. М., 13-е изд., Металлургия, Москва, 1979.
- [12] N.A. Belov, A.N. Alabin, I.A. Matveeva, Optimization of phase composition of Al–Cu–Mn–Zr– Sc alloys for rolled products without requirement for solution treatment and quenching, Journal of Alloys and Compounds. 583 (2014) 206–213.
- [13] I. Zuiko, R. Kaibyshev, Deformation structures and strengthening mechanisms in an Al–Cu alloy subjected to extensive cold rolling, Materials Science and Engineering A. 702 (2017).
- [14] V.S. Zolotorevsky, N.A. Belov, M. V. Glazoff, Casting Aluminum Alloys, 2015.
- [15] L. Bourgeois, Z. Zhang, J. Li, N. V. Medhekar, The bulk and interfacial structures of the η (Al₂Au) precipitate phase, Acta Materialia. 105 (2016) 284–293.
- [16] И.И. Новиков, Теория термической обработки металлов, Зе изд., Металлургия, Москва, 1978.

- [17] F. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (2nd Ed.), 2004.
- [18] Е.Ф. Чирков, Темп разупрочнения при нагревах критерий оценки жаропрочности конструкционных сплавов систем Al–Cu–Mg и Al–Cu, Труды ВИАМ. 2 (2013).
- [19] S.C. Wang, M.J. Starink, Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al Cu – Mg –(Li) based alloys, Journal International Materials Reviews. 50 (2005) 193–215.
- [20] Л.Б. Бер, Диаграммы температура-время-превращение (ТВП) и температура-времясвойство (ТВС) старения термически упрочняемых алюминиевых сплавов. Их использование для разработки ступенчатых режимов старения, Новости Материаловедения. Наука и Техника. 3 (2016) 46–61.
- [21] Л.Б. Бер, О стадиях старения алюминиевых сплавов, Технология Легких Сплавов. 4 (2013) 66–76.
- [22] L. Reich, M. Murayama, K. Hono, Evolution of Ω phase in an Al–Cu–Mg–Ag alloy—a threedimensional atom probe study, Acta Materialia. 46 (1998) 6053–6062.
- [23] E. Matsubara, J.B. Cohen, Local atomic arrangements in the solid solution Al-1.7 at.% Cu, at 793 K, Acta Metallurgica. 31 (1983) 2129–2135.
- [24] H. Fujita, C. Lu, An Electron Microscope Study of G. P. Zones and θ'-Phase in Al–1.6 at%Cu Crystals, Materials Transactions, JIM. 10 (1992) 892–896.
- [25] N. Ünlü, B.M. Gable, G.J. Shiflet, E.A. Starke, The Effect of Cold Work on the Precipitation of Ω and θ' in a Ternary Al-Cu-Mg Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A. 34 (2003) 24–27.
- [26] T. Sato, S. Hirosawa, K. Hirose, T. Maeguchi, Roles of microalloying elements on the cluster formation in the initial stage of phase decomposition of Al-based alloys, Metallurgical and Materials Transactions A. 34 (2003) 2745–2755.
- [27] S.P. Ringer, B.C. Muddle, I.J. Polmear, Effects of cold work on precipitation in Al-Cu-Mg-(Ag) and Al-Cu-Li-(Mg-Ag) alloys, Metallurgical and Materials Transactions A. 26 (1995) 1659– 1671.
- [28] S. Hirosawa, T. Sato, A. Kamio, H.M. Flower, Classification of the role of microalloying elements in phase decomposition of Al based alloys, 48 (2000).
- [29] A. Garg, J.M. Howe, Nucleation and growth of Ω phase in Al-4.0 Cu-0.5 Mg-0.5 Ag alloy An in situ hot-stage TEM study, Acta Metallurgica et Materialia. 39 (1991) 1925–1937.
- [30] K. Hono, T. Sakurai, I.J. Polmear, Pre-precipitate clustering in an Al–Cu–Mg–Ag alloy, Scripta Metallurgica et Materialia. 30 (1994) 695–700.
- [31] S.P. Ringer, K. Hono, I. J. Polmear, T. Sakurai, Nucleation of precipitates in aged Al–Cu–Mg– (Ag) alloys with high Cu:Mg ratios, Acta Materialia. 44 (1996) 1883–1898.

- [32] S.P. Ringer, S.K. Caraher, I.J. Polmear, Response to Comments on Cluster Hardening in an Aged Al–Cu–Mg Alloy, 39 (1998) 1559–1567.
- [33] S.P. Ringer, K. Hono, T. Saksai, I.J. Polmear, Cluster hardening in an aged Al–Cu–Mg alloy, Scripta Materialia. 36 (1997) 517–521.
- [34] R. Ivanov, A. Deschamps, F. De Geuser, Clustering kinetics during natural ageing of Al–Cu based alloys with (Mg, Li) additions, Acta Materialia. 157 (2018) 186–195.
- [35] C. Wolverton, Solute–vacancy binding in aluminum, Acta Materialia. 55 (2007) 5867–5872.
- [36] A. Somoza, A. Dupasquier, I.J. Polmear, P. Folegati, R. Ferragut, Positron-annihilation study of the aging kinetics of AlCu-based alloys. I. Al–Cu–Mg, Physical Review B. 61 (2000) 14454.
- [37] J.H. Auld, J.T. Vietz, I.J. Polmear, T-phase Precipitation induced by the Addition of Silver to an Aluminum-Copper-Magnesium Alloy, Nature. 209 (1966) 703–704.
- [38] Accomodation of the misfit strain surrounding {III} precipitates (Ω) in Al-Cu-Mg-(Ag), Acta Metallurgica et Materialia. 40 (1992) 2539–2546.
- [39] K. Hono, Atom probe microanalysis and nanoscale microsctructures in metallic materials, Acta Materialia. 47 (1999) 3127–3145.
- [40] K.S. Kumar, S.A. Brown, J.R. Pickens, Microstructural evolution during aging of an Al-Cu-Li-Ag-Mg-Zr alloy, Acta Materialia. 44 (1996) 1899–1915.
- [41] L.M. Wang, H.M. Flower, T.C. Lindley, Precipitation of the Ω phase in 2024 and 2124 aluminium alloys, Scripta Materialia. 41 (1999) 391–396.
- [42] C.R. Hutchinson, X. Fan, S.J. Pennycook, G.J. Shiflet, On the origin of the high coarsening resistance of Ω plates in Al–Cu–Mg–Ag Alloys, Acta Materialia. 49 (2001) 2827–2841.
- [43] V. Fallah, B. Langelier, N. Ofori-Opoku, B. Raeisinia, N. Provatas, S. Esmaeili, Cluster evolution mechanisms during aging in Al–Mg–Si alloys, Acta Materialia. 103 (2016) 290–300.
- [44] C.R. Hutchinson, S.P. Ringer, Precipitation Processes in Al-Cu-Mg Alloys Microalloyed with Si, Metallurgical and Materials Transactions A. 31 (2000) 2721-2733.
- [45] J.M. Rosalie, L. Bourgeois, Silver segregation to θ' (Al₂Cu)–Al interfaces in Al–Cu–Ag alloys, Acta Materialia. 60 (2012) 6033–6041.
- [46] Л.Б. Бер, В.В. Телешов, О.Г. Уколова, Фазовый состав и механические свойства деформируемых алюминиевых сплавов системы Al–Cu–Mg–Ag–Xi, Металловедение и Термическая Обработка Металлов. 5 (2008) 15–22.
- [47] S.P. Ringer, K.S. Prasad, G.C. Quan, Internal co-precipitation in aged Al–1.7Cu–0.3Mg–0.1Ge
 (at.%) alloy, Acta Materialia. 56 (2008) 1933–1941.
- [48] N. Sano, K. Hono, T. Sakurai, K. Hirano, Atom-probe analysis of Ω and θ' phases in an AlCuMgAg alloy, Scripta Metallurgica et Materiala. 25 (1991) 491–496.
- [49] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-Sesin, Z. Horita, Influence

of dislocation-solute atom interactions and stacking fault energy on grain size of single-phase alloys after severe plastic deformation using high-pressure torsion, Acta Materialia. 69 (2014) 68–77.

- [50] P. Ying, Z. Liu, S. Bai, J. Wang, J. Li, M. Liu, L. Xia, Effect of artificial aging on the Cu-Mg co-clustering and mechanical behavior in a pre-strained Al–Cu–Mg alloy, Materials Science and Engineering: A. (2017).
- [51] V.D. Scott, S. Kerry, R.L. Trumper, Nucleation and growth of precipitates in Al–Cu–Mg–Ag alloys, Materials Science and Technology. 3 (1987) 827–835.
- [52] E. Hornbogen, Starke Jr. E.A., Overview no. 102 Theory assisted design of high strength low alloy aluminum, Acta Metallurgica et Materialia. 41 (1993) 1–16.
- [53] E. Gumbmann, W. Lefebvre, F. De Geuser, C. Sigli, A. Deschamps, The effect of minor solute additions on the precipitation path of an Al-Cu-Li alloy, Acta Materialia. 115 (2016) 104–114.
- [54] S. Bai, X. Zhou, Z. Liu, P. Ying, M. Liu, S. Zeng, Atom probe tomography study of Mgdependent precipitation of Ω phase in initial aged Al–Cu–Mg–Ag alloys, Materials Science and Engineering A. 637 (2015) 183–188.
- [55] S. Mondol, T. Alam, R. Banerjee, S. Kumar, K. Chattopadhyay, Development of a high temperature high strength Al alloy by addition of small amounts of Sc and Mg to 2219 alloy, Materials Science and Engineering: A. 687 (2017) 221-231.
- [56] S.P. Ringer, W. Yeung, B.C. Muddle, I.J. Polmear, Precipitate stability in Al-Cu-Mg-Ag alloys aged at high temperatures, Acta Metallurgica et Materialia. 42 (1994) 1715–1725.
- [57] K.M. Knowles, W.M. Stobbs, The structure of {111} age-hardening precipitates in Al–Cu–Mg– Ag alloys, Acta Crystallographica Section B. 44 (1988) 207–227.
- [58] B. R., Disorientation between any two lattices, Acta Crystallographica. A36 (1980) 116–122.
- [59] M. Gazizov, R. Kaibyshev, Effect of pre-straining on the aging behavior and mechanical properties of an Al–Cu–Mg–Ag alloy, Materials Science and Engineering: A. 625 (2015) 119– 130.
- [60] J.F. Nie, B.C. Muddle, Strengthening of an Al–Cu–Sn alloy by deformation-resistant precipitate plates, Acta Materialia. 56 (2008) 3490–3501.
- [61] D. Bakavos, P.B. Prangnell, B. Bes, F. Eberl, The effect of silver on microstructural evolution in two 2xxx series Al-alloys with a high Cu:Mg ratio during ageing to a T8 temper, Materials Science and Engineering: A. 491 (2008) 214–223.
- [62] С.С. Горелик, С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина, Рекристаллизация металлов и сплавов, 3-е изд., Издательский дом МИСиС, 2005.
- [63] S. Dobatkin, On the Increase of Thermal Stability of Ultrafine Grained Materials Obtained by Severe Plastic Deformation, Materials Science Forum. 426–432 (2003) 2699–2704.

- [64] M. Murayama, Z. Horita, K. Hono, Microstructure of two-phase Al–1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing, Acta Materialia. 49 (2001) 21–29.
- [65] Z. Liu, S. Bai, X. Zhou, Y. Gu, On strain-induced dissolution of θ' and θ particles in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing, Materials Science & Engineering: A. 528 (2011) 2217–2222.
- [66] L. Kurmanaeva, T.D. Topping, H. Wen, H. Sugahara, H. Yang, D. Zhang, J.M. Schoenung, E.J. Lavernia, Strengthening mechanisms and deformation behavior of cryomilled Al–Cu–Mg–Ag alloy, Journal of Alloys and Compounds. 632 (2015) 591–603.
- [67] Y. Nasedkina, X. Sauvage, E.V. Bobruk, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, N.A. Enikeev, Mechanisms of precipitation induced by large strains in the Al–Cu system, Journal of Alloys and Compounds. 710 (2017) 736–747.
- [68] I.S. Zuiko, M.R. Gazizov, R.O. Kaibyshev, Effect of thermomechanical treatment on the microstructure, phase composition, and mechanical properties of Al–Cu–Mn–Mg–Zr alloy, The Physics of Metals and Metallography. 117 (2016) 906–919.
- [69] Валиев Р.З., Александров И.В., Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва, 2000.
- [70] X. Sauvage, N. Enikeev, R. Valiev, Y. Nasedkina, M. Murashkin, Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy, Acta Materialia. 72 (2014) 125–136.
- [71] А.М. Глезер, О природе сверхвысокой пластической (мегапластической) деформации,
 Известия РАН Серия Физическая. 71 (2007) 1764–1772.
- [72] А.М. Глезер, Новый подход к описанию структурно-фазовых превращений при очень больших пластических деформациях, Известия высших учебных заведений. Физика. 51 (2008) 36–46.
- [73] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, Progress in Materials Science. 60 (2014) 130–207.
- [74] Э.В. Козлов, А.М. Глезер, Н.А. Конева, Н.А. Попова, И.А. Курзина, Основы пластической деформации наноструктурных материалов, ФИЗМАТЛИТ, Москва, 2016.
- [75] G.J. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe, Y.T. Zhu, Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform, Materials Science and Engineering: A. 382 (2004) 30–34.
- [76] K. Edalati, Y. Hashiguchi, H. Iwaoka, H. Matsunaga, R.Z. Valiev, Z. Horita, Long-time stability of metals after severe plastic deformation: Softening and hardening by self-annealing versus thermal stability, Materials Science and Engineering: A. 729 (2018) 340–348.
- [77] P. Kusakin, A. Belyakov, D.A. Molodov, R. Kaibyshev, On the effect of chemical composition

on yield strength of TWIP steels, Materials Science and Engineering: A. 687 (2017) 82-84.

- [78] R. Labusch, Statistical theories of solid solution hardening, Acta Metallurgica. 20 (1972) 917– 927.
- [79] U.F. Kocks, A.S. Argon, M.F. Ashby, Thermodynamics and kinetics of slip, Progress in Materials Science. 19 (1975) 6–67.
- [80] Ø. Ryen, B. Holmedal, O. Nijs, E. Nes, E. Sjölander, H.-E. Ekström, Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys, Metallurgical and Materials Transactions A. 37 (2006) 1999– 2006.
- [81] S.C. Wang, Z. Zhu, M.J. Starink, Estimation of dislocation densities in cold rolled Al-Mg-Cu-Mn alloys by combination of yield strength data, EBSD and strength models, Journal of Microscopy. 217 (2005) 174–178.
- [82] I.N. Khan, M.J. Starink, J.L. Yan, A model for precipitation kinetics and strengthening in Al-Cu–Mg alloys, Materials Science and Engineering: A. 472 (2008) 66–74.
- [83] M. Cabibbo, E. Santecchia, Microstructure and Intermetallic Strengthening in an Equal Channel Angular Pressed AA2219 . Part II : Strengthening Model, Metallography, Microstructure, and Analysis. 3 (2014) 203–212.
- [84] T. Mukai, K. Higashi, S. Tanimura, Influence of the magnesium concentration on the relationship between fracture mechanism and strain rate in high purity AlMg alloys, Materials Science and Engineering: A. 176 (1994) 181–189.
- [85] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung, Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitationstrengthened aluminum alloy, Acta Materialia. 62 (2014) 141–155.
- [86] H. Li, W. Xu, Z. Wang, B. Fang, R. Song, Z. Zheng, Effects of re-ageing treatment on microstructure and tensile properties of solution treated and cold-rolled Al–Cu–Mg alloys, Materials Science and Engineering: A. 650 (2016) 254–263.
- [87] O.R. Myhr, O. Grong, S.J. Andersen, Modelling of the age hardening behaviour of Al–Mg–Si alloys, Acta Materialia. 49 (2001) 65–75.
- [88] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink, Strengthening of an Al–Cu–Mg alloy processed by high-pressure torsion due to clusters, defects and defect–cluster complexes, Materials Science and Engineering: A. 627 (2015) 10–20.
- [89] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink, Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al–Cu–Mg alloy, Acta Materialia. 109 (2016) 202– 212.
- [90] T. Shanmugasundaram, M. Heilmaier, B.S. Murty, V. Subramanya Sarma, Microstructure and Mechanical Properties of Nanostructured Al–4Cu Alloy Produced by Mechanical Alloying and

Vacuum Hot Pressing, Metallurgical and Materials Transactions A. 40 (2009) 2798–2801.

- [91] N.Y. Zolotorevsky, A.N. Solonin, A.Y. Churyumov, V.S. Zolotorevsky, Study of work hardening of quenched and naturally aged Al–Mg and Al–Cu alloys, Materials Science and Engineering A. 502 (2009) 111–117.
- [92] Y. Chen, M. Weyland, C.R. Hutchinson, The effect of interrupted aging on the yield strength and uniform elongation of precipitation-hardened Al alloys, Acta Materialia. 61 (2013) 5877– 5894.
- [93] Р.З. Валиев, Н.А. Еникеев, М.Ю. Мурашкин, С.Е. Александров, Р.В. Гольдштейн, Сверхпрочность ультрамелкозернистых алюминиевых сплавов, полученных интенсивной пластической деформацией, Доклады Аадемии Наук. 432 (2010) 757–760.
- [94] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер, Прочность наноструктур, Успехи Физических Наук. 179 (2009) 337–358.
- [95] T. Shanmugasundaram, M. Heilmaier, B.S. Murty, V.S. Sarma, On the Hall–Petch relationship in a nanostructured Al–Cu alloy, Materials Science and Engineering: A. 527 (2010) 7821–7825.
- [96] V.A. Phillips, Lattice resolution measurement of strain fields at Guinier-Preston zones in Al-3.0% Cu, Acta Metallurgica. 21 (1973) 219–228.
- [97] A. Suzuki, Nucleation of θ' precipitates in an Al–4% Cu alloy, Materials Science and Engineering: A. 6 (1970) 384–390.
- [98] K. Osamura, Y. Murakami, T. Sato, T. Takahashi, T. Abe, K. Hirano, Structure of G.P. Zones in an Al-1.7at.%Cu alloy aged for 14 years at room temperature, Acta Metallurgica. 31 (1983) 1669–1673.
- [99] J.W. Martin, Precipitation hardening, 2nd ed., Butterworth-Heinemann, Oxford; Boston, 1998.
- [100] J.L. H. Aaronson, M. Enomoto, Mechanism of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys, 2010.
- [101] A.W. Zhu, E.A.S. Jr, Strengthening effect of unshearable particles of finite size: a computer experimental study, Acta Materialia. 47 (1999) 3263–3269.
- [102] A.W. Zhu, A. Csontos, Starke Jr. E.A., Computer experiment on superposition of strengthening effects of different particles, Acta Materialia. 47 (1999) 1713–1721.
- [103] J. da Costa Teixeira, D.G. Cram, L. Bourgeois, T.J. Bastow, A.J. Hill, C.R. Hutchinson, On the strengthening response of aluminum alloys containing shear-resistant plate-shaped precipitates, Acta Materialia. 56 (2008) 6109–6122.
- [104] L. Liu, J.H. Chen, S.B. Wang, C.H. Liu, S.S. Yang, C.L. Wu, The effect of Si on precipitation in Al–Cu–Mg alloy with a high Cu/Mg ratio, Materials Science and Engineering: A. 606 (2014) 187–195.
- [105] L. Ye, G. Gu, J. Liu, H. Jiang, X. Zhang, Influence of Ce addition on impact properties and

microstructures of 2519A aluminum alloy, Materials Science and Engineering: A. 582 (2013) 84–90.

- [106] X. Liang, H. Li, Z. Li, T. Hong, B. Ma, S. Liu, Y. Liu, Study on the microstructure in a friction stir welded 2519-T87 Al alloy, Materials and Design. 35 (2012) 603–608.
- [107] J. Fisher, L.S. Kramer, J.R. Pickens, Aluminum alloy 2519 in military vehicles, Advanced Materials and Processes. 160 (2002) 43–46.
- [108] J.T. Staley, History of Wrought-Aluminum-Alloy Development, in: H. Herman (Ed.), Treatise on Materials Science & Technology, Vol. 31, Academic Press, 1989: p. 3–31.
- [109] I. Crouch, The Science of Armour Materials, Woodhead Publishing, 2016.
- [110] W. Wang, X. Zhang, Z. Gao, Y. Jia, L. Ye, D. Zheng, L. Liu, Influences of Ce addition on the microstructures and mechanical properties of 2519A aluminum alloy plate, 491 (2010) 366– 371.
- [111] Г.Г. Клочков, Ю.Ю. Клочкова, В.А. Романенко, Новый сплав системы Al–Cu–Mn для изделий космической техники, Труды Виам. #4 (2015).
- [112] О.А. Сетюков, Алюминиевый сплав 1201 в конструкции космического корабля "Буран," Авиационные материалы и технологии. S1 (2013) 15–18.
- [113] М.А. Зайков, В.П. Полухин, А.М. Зайков, Л.Н. Смирнов, Процесс прокатки, Издательский дом МИСиС, Москва, 2004.
- [114] A.P. Zhilyaev, I. Shakhova, A. Belyakov, R. Kaibyshev, T.G. Langdon, Wear resistance and electroconductivity in copper processed by severe plastic deformation, Wear. 305 (2013) 89–99.
- [115] A.P. Zhilyaev, I. Shakhova, A. Morozova, A. Belyakov, R. Kaibyshev, Grain refinement kinetics and strengthening mechanisms in Cu–0.3Cr–0.5Zr alloy subjected to intense plastic deformation, Materials Science and Engineering: A. 654 (2016) 131–142.
- [116] M. Gazizov, R. Kaibyshev, Precipitation structure and strengthening mechanisms in an Al-Cu-Mg-Ag alloy, Materials Science & Engineering: A. 702 (2017) 29–40.
- [117] D.B. Williams, C.B. Carter, Transmission electron microscopy: a textbook for materials science, 2nd ed., Springer, New York, 2008.
- [118] J. Kang, Z.-C. Feng, G.S. Frankel, I.W. Huang, G.-Q. Wang, A.-P. Wu, Friction Stir Welding of Al Alloy 2219-T8: Part I-Evolution of Precipitates and Formation of Abnormal Al₂Cu Agglomerates, Metallurgical and Materials Transactions A. 47 (2016) 4553–4565.
- [119] J.L. Murray, The aluminium-copper system, International Metals Reviews. 30 (1985) 211–234.
- [120] T.J. Konno, K. Hiraga, M. Kawasaki, Guinier-preston (GP) zone revisited: atomic level observation by HAADF-TEM technique, Scripta Materialia. 44 (2001) 2303–2307.
- [121] R.J. Rioja, D.E. LAughlin, The early stages of GP zone formation in naturally aged Ai-4 wt pct cu alloys, Metallurgical Transactions A. 8 (1977) 1257–1261.

- [122] R.B. Nicholson, J. Nutting, Direct observation of the strain field produced by coherent precipitated particles in an age-hardened alloy, Philosophical Magazine. 3 (1958) 531–535.
- [123] B.C. Muddle, S.P. Ringer, I.J. Polmear, HIGH STRENGTH MICROALLOYED ALUMINIUM ALLOYS, in: Superconductors, Surfaces and Superlattices, Elsevier, 1994: p. 999–1023.
- [124] H. Sehitoglu, T. Foglesong, H.J. Maier, Precipitate Effects on the Mechanical Behavior of Aluminum Copper Alloys : Part I . Experiments, Metallurgical and Materials Transactions A. 36 (2005) 749–761.
- [125] D. Mitlin, V. Radmilovic, J.W. Morris, U. Dahmen, On the influence of Si-Ge additions on the aging response of Al-Cu, Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science. 34 (2003) 735–742.
- [126] I. Zuiko, R. Kaibyshev, Aging behavior of an Al-Cu-Mg alloy, Journal of Alloys and Compounds. 759 (2018) 108–119.
- [127] L. Kovarik, S.A. Court, H.L. Fraser, M.J. Mills, GPB zones and composite GPB/GPBII zones in Al-Cu-Mg alloys, Acta Materialia. 56 (2008) 4804–4815.
- [128] Z. Chen, S. Li, Reinterpretation of precipitation behavior in an aged AlMgCu alloy, Journal of Materials Science. 49 (2014) 7659–7668.
- [129] M. Mihara, C.D. Marioara, S.J. Andersen, R. Holmestad, E. Kobayashi, T. Sato, Precipitation in an Al-Mg-Cu alloy and the effect of a low amount of Ag, Materials Science and Engineering: A. 658 (2016) 91–98.
- [130] L. Kovarik, M.J. Mills, Ab initio analysis of Guinier-Preston-Bagaryatsky zone nucleation in Al-Cu-Mg alloys, Acta Materialia. 60 (2012) 3861–3872.
- [131] L. Kovarik, P.I. Gouma, C. Kisielowski, S. a. Court, M.J. Mills, A HRTEM study of metastable phase formation in Al–Mg–Cu alloys during artificial aging, Acta Materialia. 52 (2004) 2509– 2520.
- [132] Y.L. Zhao, Z.Q. Yang, Z. Zhang, G.Y. Su, X.L. Ma, Double-peak age strengthening of coldworked 2024 aluminum alloy, 61 (2013) 1624–1638.
- [133] A. Deschamps, T.J. Bastow, F. De Geuser, A.J. Hill, C.R. Hutchinson, In situ evaluation of the microstructure evolution during rapid hardening of an Al-2.5Cu-1.5Mg (wt.%) alloy, Acta Materialia. 59 (2011) 2918–2927.
- [134] S.C. Wang, M.J. Starink, Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys, Acta Materialia. 55 (2007) 933–941.
- [135] A. Tolley, R. Ferragut, A. Somoza, Microstructural characterisation of a commercial Al–Cu– Mg alloy combining transmission electron microscopy and positron annihilation spectroscopy, Philosophical Magazine. 89 (2009) 1095–1110.
- [136] M. Karlík, B. Jouffrey, High resolution electron microscopy study of Guinier-Preston (GP1)

zones in Al-Cu based alloys, Acta Materialia. 45 (1997) 3251-3263.

- [137] R.W. Fonda, J.F. Bingert, Microstructural Evolution in the Heat-Affected Zone of a Friction Stir Weld, Metallurgical and Materials Transactions A. 35 (2004) 1487–1499.
- [138] L. Ye, G. Gu, X. Zhang, D. Sun, H. Jiang, P. Zhang, Materials Science & Engineering A Dynamic properties evaluation of 2519A aluminum alloy processed by interrupted aging, Materials Science & Engineering A. 590 (2014) 97–100.
- [139] I. Zuiko, V. Kulitckii, R. Kaibyshev, Effect of Pre-Straining Method on Mechanical Properties of Thermo-Mechanically Processed Al–Cu–Mg Alloy, Defect and Diffusion Forum. 385 (2018) 364–369.
- [140] V.A. Phillips, High resolution electron microscope observations on precipitation in Al–3.0% Cu alloy, Acta Metallurgica. 23 (1975) 751–76.
- [141] J.M. Papazian, A calorimetric study of precipitation in aluminum alloy 2219, Metallurgical Transactions A. 12 (1981) 269–280.
- [142] P.P. Ma, C.H. Liu, C.L. Wu, L.M. Liu, J.H. Chen, Mechanical properties enhanced by deformation-modified precipitation of θ'-phase approximants in an Al-Cu alloy, Materials Science and Engineering: A. 676 (2016) 138–145.
- [143] B.T. Sofyan, K. Raviprasad, S.P. Ringer, Effects of microalloying with Cd and Ag on the precipitation process of Al–4Cu–0.3 Mg (wt%) alloy at 200° C, Micron. 32 (2001) 851–856.
- [144] H. Wang, Y. Yi, S. Huang, Influence of pre-deformation and subsequent ageing on the hardening behavior and microstructure of 2219 aluminum alloy forgings, Journal of Alloys and Compounds. 685 (2016) 941–948.
- [145] V.M.J. Sharma, K.S. Kumar, B.N. Rao, S.D. Pathak, Studies on the Work-Hardening Behavior of AA2219 under Different Aging Treatments, (n.d.).
- [146] L. Del Castillo, E.J. Lavernia, Microstructure and mechanical behavior of spray-deposited Al-Cu-Mg(-Ag-Mn) alloys, Metallurgical and Materials Transactions A. 31 (2000) 2287–2298.
- [147] X.Y. Liu, Q.L. Pan, C.G. Lu, Y. Bin He, W. Bin Li, W.J. Liang, Microstructure and mechanical properties of Al–Cu–Mg–Mn–Zr alloy with trace amounts of Ag, Materials Science and Engineering: A. 525 (2009) 128–132.
- [148] K. Hirano, H. Iwasaki, Calori- and Resistometric Analyses of Ageing and Precipitation in Aluminum-Copper Alloys, Transactions of the Japan Institute of Metals. 5 (1964) 162–170.
- [149] S.P. Ringer, Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys, Acta Materialia. 45 (1997) 3731–3744.
- [150] H. Jia, R. Bjørge, K. Marthinsen, Y. Li, The deformation and work hardening behaviour of a SPD processed Al–5Cu alloy, Journal of Alloys and Compounds. 697 (2017) 239–248.
- [151] Q. Liu, D. Juul Jensen, N. Hansen, Effect of grain orientation on deformation structure in cold-

rolled polycrystalline aluminium, Acta Materialia. 46 (1998) 5819–5838.

- [152] P.J. Hurley, F.J. Humphreys, The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy, Acta Materialia. 51 (2003) 1087– 1102.
- [153] X. Huang, G. Winther, Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence, Philosophical Magazine. 87 (2007) 5189–5214.
- [154] S. V. Harren, H.E. Dève, R.J. Asaro, Shear band formation in plane strain compression, Acta Metallurgica. 36 (1988) 2435–2480.
- [155] C. Haase, M. Küh, L.A. Barrales-Mora, S.L. Wong, F. Roters, D.A. Molodov, G. Gottstein, Recrystallization behavior of a high-manganese steel: Experiments and simulations, Acta Materialia. 100 (2015) 155–168.
- [156] P.J. Hurley, P.S. Bate, F.J. Humphreys, An objective study of substructural boundary alignment in aluminium, Acta Materialia. 51 (2003) 4737–4750.
- [157] A. Korbel, J.D. Embury, M. Hatherly, P.L. Martin, H.W. Erbsloh, Microstructural aspects of strain localization in AlMg alloys, Acta Metallurgica. 34 (1986) 1999–2009.
- [158] A. Mogucheva, E. Babich, B. Ovsyannikov, R. Kaibyshev, Microstructural evolution in a 5024 aluminum alloy processed by ECAP with and without back pressure, Materials Science and Engineering: A. 560 (2013) 178–192.
- [159] S. Malopheyev, V. Kulitskiy, M. Gazizov, R. Kaibyshev, Mechanism of grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al-Mg-Sc alloy, Reviews on Advanced Materials Science. 47 (2016) 26–41.
- [160] A. Mogucheva, D. Yuzbekova, R. Kaibyshev, T. Lebedkina, M. Lebyodkin, Effect of Grain Refinement on Jerky Flow in an Al–Mg–Sc Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A. 47 (2016) 2093–2106.
- [161] L.S. Toth, C.F. Gu, B. Beausir, J.J. Fundenberger, M. Hoffman, Geometrically necessary dislocations favor the Taylor uniform deformation mode in ultra-fine-grained polycrystals, Acta Materialia. 117 (2016) 35–42.
- [162] D.A. Hughes, N. Hansen, D.J. Bammann, Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations, Scripta Materialia. 48 (2003) 147–153.
- [163] Y. Takayama, J.A. Szpunar, Stored energy and Taylor factor relation in an Al–Mg–Mn alloy sheet worked by continuous cyclic bending, Materials Transactions. 45 (2004) 2316–2325.
- [164] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed, Acta Materialia. 57 (2009) 4198– 4208.

- [165] S. Malopheyev, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev, Deformation structures and strengthening mechanisms in an Al-Mg-Sc-Zr alloy, Journal of Alloys and Compounds. 698 (2017) 957–966.
- [166] K.E. Knipling, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Precipitation evolution in Al–Zr and Al–Zr–Ti alloys during isothermal aging at 375–425°C, Acta Materialia. 56 (2008) 114–127.
- [167] M. Zha, Y. Li, R.H. Mathiesen, H.J. Roven, Microstructure evolution and mechanical behavior of a binary Al–7Mg alloy processed by equal-channel angular pressing, Acta Materialia. 84 (2015) 42–54.
- [168] Y. Huang, J.D. Robson, P.B. Prangnell, The formation of nanograin structures and accelerated room-temperature theta precipitation in a severely deformed Al–4wt.% Cu alloy, Acta Materialia. 58 (2010) 1643–1657.
- [169] N. El, F.A. Shehata, M. Abd, E. Hameed, M. Ibrahim, A. El, Effect of Cu content and number of passes on evolution of microstructure and mechanical properties of ECAPed Al/Cu alloys, Materials Science and Engineering: A. 517 (2009) 46–50.
- [170] E.F. Prados, V.L. Sordi, M. Ferrante, The effect of Al2Cu precipitates on the microstructural evolution, tensile strength, ductility and work-hardening behaviour of a Al–4wt.% Cu alloy processed by equal-channel angular pressing, Acta Materialia. 61 (2012) 115–125.
- [171] Q. Liu, X. Huang, D.J. Lloyd, N. Hansen, Microstructure and strength of commercial purity aluminium (AA 1200) cold-rolled to large strains, Acta Materialia. 50 (2002) 3789–3802.
- [172] S. Nourbakhsh, J. Nutting, The high strain deformation of an aluminium–4% copper alloy in the supersaturated and aged conditions, Acta Metallurgica. 28 (1980) 357–365.
- [173] T.C. Schulthess, P.E.A. Turchi, A. Gonis, T.-G. Nieh, Systematic Study of Stacking Fault Energies of Random Al-based Alloys, Acta Materialia. 46 (1998) 2215–2221.
- [174] R. Kaibyshev, O. Sitdikov, I. Mazurina, D.R. Lesuer, Deformation behavior of a 2219 Al alloy, Materials Science and Engineering A. 334 (2002) 104–113.
- [175] G. Winther, X. Huang, Dislocation structures. Part II. Slip system dependence, Philosophical Magazine. 87 (2007) 5215–5235.
- [176] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, Materials Science & Engineering A Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development, Materials Science & Engineering: A. 560 (2013) 1–24.
- [177] B. Bay, N. Hansen, D.A. Hughes, D. Kuhlmann-Wilsdorf, Overview no. 96 evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip, Acta Metallurgica et Materialia. 40 (1992) 205–219.
- [178] R. Lumley, Fundamentals of Aluminium Metallurgy.Production, Processing and Applications, Woodhead Publishing, 2010.
- [179] M. Gazizov, S. Malopheyev, R. Kaibyshev, The effect of second-phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al-Cu-Mg-Ag alloy, Journal of

Materials Science. 50 (2015) 990–1005.

- [180] I. Zuiko, M. Gazizov, R. Kaibyshev, Effect of ECAP Prior to Aging on Microstructure, Precipitation Behaviour and Mechanical Properties of an Al-Cu-Mg Alloy, Defect and Diffusion Forum. 385 (2018) 290–295.
- [181] H. Halim, D.S. Wilkinson, M. Niewczas, The Portevin-Le Chatelier (PLC) effect and shear band formation in an AA5754 alloy, Acta Materialia. 55 (2007) 4151–4160.
- [182] R. Schwab, V. Ruff, On the nature of the yield point phenomenon, Acta Materialia. 61 (2013) 1798–1808.
- [183] S.D. Antolovich, R.W. Armstrong, Plastic strain localization in metals: Origins and consequences, Progress in Materials Science. 59 (2014) 1–160.
- [184] A.A. Gazder, W. Cao, C.H.J. Davies, E. V Pereloma, An EBSD investigation of interstitial-free steel subjected to equal channel angular extrusion, 497 (2008) 341–352.
- [185] N. Hansen, Hall–Petch relation and boundary strengthening, Scripta Materialia. 51 (2004) 801– 806.
- [186] P. Kusakin, A. Belyakov, C. Haase, R. Kaibyshev, D.A. Molodov, Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel during cold rolling, Materials Science and Engineering: A. 617 (2014) 52–60.
- [187] K.L. Kendig, D.B. Miracle, Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy, Acta Materialia. 50 (2002) 4165–4175.
- [188] C. Varvenne, G.P.M. Leyson, M. Ghazisaeidi, W.A. Curtin, Solute strengthening in random alloys, Acta Materialia. 124 (2017) 660–683.
- [189] E.L. Huskins, B. Cao, K.T. Ramesh, Strengthening mechanisms in an Al–Mg alloy, Materials Science and Engineering: A. 527 (2010) 1292–1298.
- [190] M. Jobba, R.K. Mishra, M. Niewczas, Flow stress and work-hardening behaviour of Al-Mg binary alloys, International Journal of Plasticity. 65 (2015) 43–60.
- [191] K.E. Knipling, R.A. Karnesky, C.P. Lee, D.C. Dunand, D.N. Seidman, Precipitation evolution in Al–0.1Sc, Al–0.1Zr and Al–0.1Sc-0.1Zr (at.%) alloys during isochronal aging, Acta Materialia. 58 (2010) 5184–5195.
- [192] M.R. Ahmadi, E. Povoden-karadeniz, K.I. Öksüz, A. Falahati, E. Kozeschnik, A model for precipitation strengthening in multi-particle systems, Computational Materials Science. 91 (2014) 173–186.
- [193] M. Kato, Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals, Materials Transactions. 55 (2014) 19–24.
- [194] V. Bata, E. V Pereloma, An alternative physical explanation of the Hall Petch relation, Acta Materialia. 52 (2004) 657–665.
- [195] N. Hansen, X. Huang, Microstructure and flow stress of polycrystals and single crystals, Acta Materialia. 46 (1998) 1827–1836.
- [196] X. Zhang, A. Godfrey, X. Huang, N. Hansen, Q. Liu, Microstructure and strengthening mechanisms in cold-drawn pearlitic steel wire, Acta Materialia. 59 (2011) 3422–3430.
- [197] J.Z. Liu, S.S. Yang, S.B. Wang, J.H. Chen, C.L. Wu, The influence of Cu/Mg atomic ratios on precipitation scenarios and mechanical properties of Al–Cu–Mg alloys, Journal of Alloys and Compounds. 613 (2014) 139–142.
- [198] M. Handbook, MIL-HDBK-5H: metallic materials and elements for aerospace vehicle structures, US Department of Defense. (1998) 3–244.
- [199] Р.К. Гупта, Р. Панда, А. К. Мукхопадья, В.А. Кумар, П. Санкаравельютам, К.М. Георге, Исследование алюминиевого сплава AA2219 после термомеханической обработки, Металловедение и Мермическая Обработка Металлов. 6 (2015) 41–44.
- [200] D. Yuzbekova, A. Mogucheva, D. Zhemchuzhnikova, T. Lebedkina, M. Lebyodkin, R. Kaibyshev, Effect of microstructure on continuous propagation of the Portevin-Le Chatelier deformation bands, International Journal of Plasticity. 96 (2017) 210–226.
- [201] Z.Q. Zheng, W.Q. Liu, Z.Q. Liao, S.P. Ringer, G. Sha, Solute clustering and solute nanostructures in an Al–3.5Cu–0.4Mg–0.2Ge alloy, Acta Materialia. 61 (2013) 3724–3734.
- [202] L. Bourgeois, C. Dwyer, M. Weyland, J.F. Nie, B.C. Muddle, Structure and energetics of the coherent interface between the θ' precipitate phase and aluminium in Al–Cu, Acta Materialia. 59 (2011) 7043–7050.
- [203] С.Я. Бецофен, А.А. Ашмарин, М.И. Князев, М.И. Долгова, Исследование влияния предварительной деформации на упрочняющий эффект старения сплавов системы Al– Cu–Li, Металлы. 5 (2016) 81–88.
- [204] S.J. Kang, Y.-W. Kim, M. Kim, J.-M. Zuo, Determination of interfacial atomic structure, misfits and energetics of Ω phase in Al–Cu–Mg–Ag alloy, Acta Materialia. 81 (2014) 501–511.
- [205] S. Wenner, C. Daniel, S. Jarle, M. Ervik, R. Holmestad, Materials Characterization A hybrid aluminium alloy and its zoo of interacting nano-precipitates, Materials Characterization. 106 (2015) 226–231.
- [206] A. Biswas, D.J. Siegel, C. Wolverton, D.N. Seidman, Precipitates in Al Cu alloys revisited : Atom-probe tomographic experiments and first-principles calculations of compositional evolution and interfacial segregation, Acta Materialia. 59 (2011) 6187–6204.
- [207] А.Н. Петрова, Х. Радзишевска, Л. Качмарек, М. Клих, И.Г. Бродова, М. Стеглински, Влияние мегапластической деформации на структуру и твердость Al–Cu–Mg сплава после старения, Физика Металлов и Металловедение. 12 (2016) 1288–1295.
- [208] S.P. Ringer, B.T. Sofyan, K.S. Prasad, G.C. Quan, Precipitation reactions in Al-4.0Cu-0.3Mg

(wt.%) alloy, Acta Materialia. 56 (2008) 2147–2160.

- [209] R.K.W. Marceau, G. Sha, R.N. Lumley, S.P. Ringer, Evolution of solute clustering in Al-Cu-Mg alloys during secondary ageing, Acta Materialia. 58 (2010) 1795–1805.
- [210] Y. Chen, Z. Zhang, Z. Chen, A. Tsalanidis, M. Weyland, S. Findlay, L.J. Allen, J. Li, N. V. Medhekar, L. Bourgeois, The enhanced theta-prime (θ') precipitation in an Al-Cu alloy with trace Au additions, Acta Materialia. 125 (2017) 340–350.
- [211] A.K. Mukhopadhyay, Coprecipitation of Ω and σ phases in Al-Cu-Mg-Mn alloys containing Ag and Si, Metallurgical and Materials Transactions A. 33 (2002) 3635–3648.
- [212] X.Q. Zhao, M.J. Shi, J.H. Chen, S.B. Wang, C.H. Liu, C.L. Wu, A facile electron microscopy method for measuring precipitate volume fractions in AlCuMg alloys, Materials Characterization. 69 (2012) 31–36.
- [213] В.В. Телешов, А.Е. Дементьев, В.И. Кузгинов, Низкотемпературная термомеханическая обработка полуфабрикатов из сплава 1201 с регламентацией напряжения деформирования при растяжении, Авиационные Материалы и Технологии. 2 (2000) 38– 44.
- [214] M. Gazizov, V. Teleshov, V. Zakharov, R. Kaibyshev, Solidification behaviour and the effects of homogenisation on the structure of an Al–Cu–Mg–Ag–Sc alloy, Journal of Alloys and Compounds. 509 (2011) 9497–9507.
- [215] S. Malopheyev, R. Kaibyshev, Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains, Materials Science and Engineering: A. 620 (2015) 246–252.
- [216] B.I. Rodgers, P.B. Prangnell, Quantification of the influence of increased pre-stretching on microstructure-strength relationships in the Al-Cu-Li alloy AA2195, Acta Materialia. 108 (2016) 55-67.
- [217] И.С. Зуйко, М.Р. Газизов, Р.О. Кайбышев, Влияние термомеханической обработки на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства сплава системы Al–Cu–Mn– Mg–Zr, Физика Металлов и Металловедение. 117 (2016) 938–951.
- [218] Р.О. Кайбышев, И.С. Зуйко, М.Р. Газизов, Влияние термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства термоупрочняемого сплава системы Al–Cu– Mg–Mn, Технология Легких Сплавов. 2 (2015) 63–74.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. Свидетельство о регистрации патента

