

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

Зуйко Иван Сергеевич

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

Специальность 01.04.07

Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

д.ф.-м.н. Кайбышев Рустам Оскарович

БЕЛГОРОД – 2018

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. 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 препятствует созданию новых сплавов этой системы с повышенными свойствами.

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 $\sim 0,3\text{вес.}\% \text{Mg}$ и уменьшения содержания Cu. Наилучшее сочетание прочности и пластичности этот сплав демонстрирует после НТМО T87, которая включает в себя закалку, $\sim 7\%$ деформацию и последующее искусственное старение на максимальную прочность. По сравнению с предшественником (AA2219), предел текучести AA2519 увеличился на 20%, а пластичность в 1,5 раза. На момент постановки данной работы физическая природа одновременного повышения и прочности и пластичности сплава AA2519 за счет легирования Mg 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 причину 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.

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, необходимы 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 дальнейшее повышение механических свойств.

Целью работы являлось изучение влияния легирующих элементов, а также НТМО 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 НТМО 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 зёрен. 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 $\rho_d > 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ при степенях обжатия $\geq 40\%$. Вторым по значимости механизмом упрочнения является зернограницный, 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 фаза-упрочнитель. При НТМО происходит замена гомогенно выделяющихся θ'' -частиц на θ' ,

которые зарождаются гетерогенно на дислокациях. Искусственное старение обеспечивает твердость $\sim 170 \text{ HV}_{0,2}$, $\sigma_{0,2}=420 \text{ МПа}$, $\sigma_B=470 \text{ МПа}$ и $\delta=13\%$ 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_1 -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_2 -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 (ТО) и ТМО (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 ТО и ТМО.
2. Влияние степени холодной деформации и старения на механизмы упрочнения.
3. Комплекс механических свойств после различных режимов ТО и ТМО.

Вклад автора состоял в непосредственной 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 научно-практических 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 научно-техническая 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 научно-техническая конференция «Нанотехнологии функциональных материалов» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2016); VIII Евразийская научно-практическая

конференция «Прочность неоднородных структур» (Россия, г. Москва, 2016), XVII Уральская школа-семинар металлосведов-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 в реферируемых научных изданиях опубликовано 9 научных работ, из них 8 входят в перечень ВАК РФ. Получен 1 патент РФ.

Структура и объем работы. 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.

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. Беякову А.Н., к.т.н. Газизову М.Р. и к.т.н. Малофееву С.С за плодотворное обсуждение полученных результатов и научные консультации.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, обоснованы научная новизна и практическая значимость результатов работы, а также представлены основные положения, выносимые на защиту.

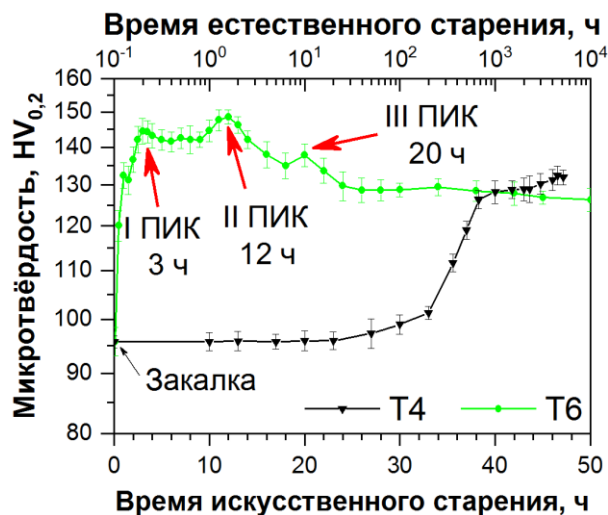


Рисунок 1 – Эволюция микротвердости сплава как функция времени старения.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ представлен анализ литературных данных по тематике диссертационной работы. Рассмотрено влияние легирующих элементов, таких как Mg, Mn, Si, Zr/Ti/V на свойства Al–Cu сплавов. Проанализированы данные о структуре и морфологии Ω -фазы. Уделено внимание влиянию пластической деформации (в том числе и интенсивной) на микроструктуру и свойства алюминиевых сплавов. Описаны возможные механизмы упрочнения алюминиевых сплавов после ТМО. На основании проведенного анализа литературных данных была определена цель и

сформированы соответствующие задачи диссертационного исследования.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ описан материал и методики исследования. Сплав AA2519 со следующим химическим составом (в вес.%): Al–5,64Cu–0,33Mn–0,23Mg–0,2Zr–0,11Ti–0,1V–0,08Fe–0,08Zn–0,08Fe–0,04Sn–0,02Ni–0,01Si был получен методом полунепрерывного литья с высокой скоростью кристаллизации и последующей гомогенизацией при температуре 510°C в течение 24 часов. Для изучения закономерностей старения без промежуточной

деформации заготовки сплава ($55 \times 120 \times 155 \text{ мм}^3$) осаживали в изотермических условиях ($T \sim 400^\circ\text{C}$), а затем прокатывали при $T \sim 425^\circ\text{C}$ до суммарной степени деформации $\varepsilon \sim 1,3$. Для изучения НТМО заготовки с размерами $100 \times 120 \times 200 \text{ мм}$ осаждали изотермически ($T \sim 400^\circ\text{C}$) до степени деформации $\varepsilon \sim 1,0$ вдоль главной оси образцов и поворотом на 90° между проходами. Далее из полученных плит были вырезаны пластины, прутки сечением $20 \times 20 \text{ мм}$, стандартные образцы на растяжение и образцы для измерения микротвёрдости.

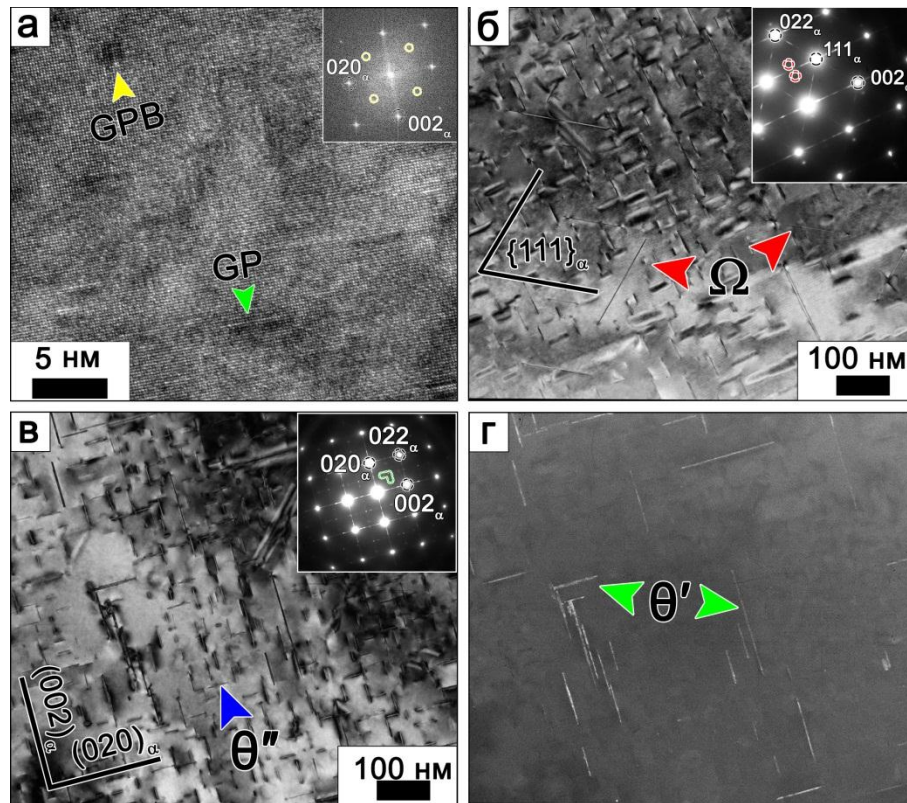


Рисунок 2 – Фазовый состав сплава после старения на максимальную твёрдость.

а) естественное старение $>1000 \text{ ч}$, б) - г) искусственное в течение 12 ч.

Исходная толщина пластин диктовалась степенью обжатия при холодной прокатке, конечная же была одинаковой для всех - 3 мм. Все заготовки были закалены в холодной воде

Режим	Время старения ч	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	Удлинение, %	
				ε_U	δ
Закалка	<1	136 ± 1	349 ± 2	22 ± 1	28 ± 1
T4	>1000	305 ± 1	455 ± 1	18 ± 1	20 ± 1
T6	3	289 ± 1	426 ± 1	18 ± 1	21 ± 1
	12	292 ± 1	409 ± 2	15 ± 1	16 ± 1

после выдержки при 525°C в течение 1 часа. Для определения температуры обработки на твёрдый раствор и гомогенизации использовали дифференциальный сканирующий анализ с использованием установки SDT Q600 фирмы «TA Instruments». Для обработок по режимам T4 и T6 образцы подвергались старению при комнатной и повышенной (190°C)

температурах, соответственно. Для исследования малых степеней деформации образцы растянули до фиксированных степеней деформации: 1, 3 и 7% ($\varepsilon \sim 0,01$, 0,03 и 0,07): эти обработки обозначены как T81, T83 и T87, соответственно. Для исследования влияния больших степеней пластической деформации на старение – обработок типа T8X (где X – величина относительного обжатия), закалённые пластины различной толщины и прутки подвергали прокатке при комнатной температуре с обжатиями 10-80%, либо

равноканальному угловому прессованию (РКУП) со степенями деформации $\varepsilon \sim 1$ и $\varepsilon \sim 2$. При прокатке использовали двухвалковый стан фирмы «Hankook M-Tech Industries» с

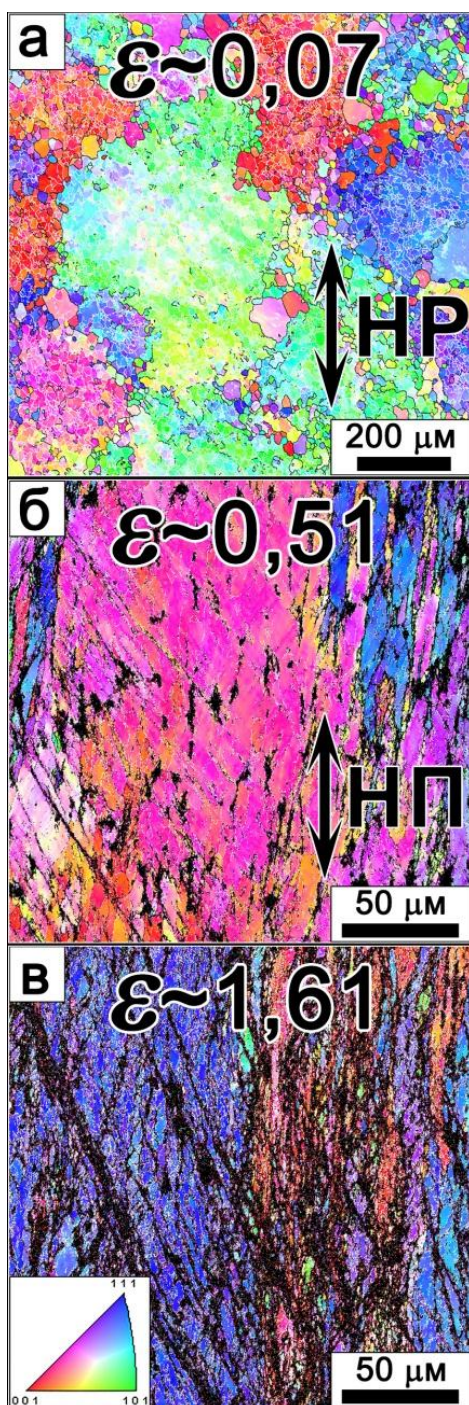


Рисунок 3 – Микроструктура сплава после закалки и деформации растяжением (а) и прокатки (б, в).

валками диаметром 300 мм. Шаг деформации составлял 10% за проход, скорость прокатки 10 м/мин. Для РКУП использовали матрицу с каналами квадратного сечения, L-образной формы и внешним углом скругления $\sim 1^\circ$. Истинная степень деформации, достигаемая при такой конфигурации матрицы, составляет ~ 1 . Финальной операцией для всех обработок типа Т8Х было старение при 190°C . Часть пластин прокатанных на 60% и 80%, подвергли старению при 140°C и 120°C , соответственно.

Механическое поведение сплава определяли путем измерения микротвёрдости и свойств на статическое растяжение. Микротвёрдость измеряли в соответствии с ГОСТ 9450-76 с использованием микротвердомера Wolpert 402-MVD, оснащенного четырехгранной алмазной пирамидой. Время выдержки образца под нагрузкой 0,2 Н составляло 10 секунд. Испытания на растяжение, а также промежуточную деформацию в режимах Т81, Т83 и Т87 плоских образцов проводили согласно ГОСТ 1497-84 на универсальной электромеханической испытательной машине Instron 5882, оборудованной высокоразрешающим контактным экстензометром MFХ 500. Размер рабочей области образцов – $3 \times 7 \times 25$ мм, а начальная скорость деформации составляла $1,3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В процессе растяжения осуществлялись запись и анализ диаграммы растяжения с помощью программного обеспечения, которое позволяет автоматически определять условный предел текучести ($\sigma_{0,2}$), временное сопротивление разрушению (σ_B) и относительное удлинение до разрушения (δ).

Анализ структуры и фазового состава сплава проводился с использованием просвечивающих электронных микроскопов (ПЭМ) JEOL JEM-2100 и FEI Tecnai G² F20 при ускоряющем напряжении

200 кВ, а также растровых электронных микроскопов FEI Nova NanoSEM 450 и Quanta 600 3D, оснащенных системами микроанализа и анализа разориентировок методом обратно рассеянных электронов (EBSD), с помощью программного пакета TSL OIM Analysis. Карты разориентировок, полученные методом EBSD, 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. Высокоугловые (ВУГ) границы с разориентировкой $\theta > 15^\circ$ показаны на картах разориентировок красным цветом, а малоугловые (МУГ) с $2^\circ > \theta > 15^\circ$ белым. Средний размер структурных элементов оценивали методом секущих с выборкой не менее 300 измерений для каждого состояния. Средний угол разориентировки, функции распределения ориентировок (ФРО) также определили из EBSD-данных. Для идентификации фаз методом ПЭМ применялся метод дифракции от выбранной области. Из полученных светлопольных и темнопольных ПЭМ-снимков определяли диаметр (D) и толщину (W) пластин частиц вторых фаз. Под коэффициентом формы (КФ) пластинообразных частиц подразумевалось отношение D/W . Для улучшения контраста снимков электронный пучок ориентировали строго вдоль осей зоны с низкими индексами: $\langle 100 \rangle_\alpha$ и $\langle 011 \rangle_\alpha$.

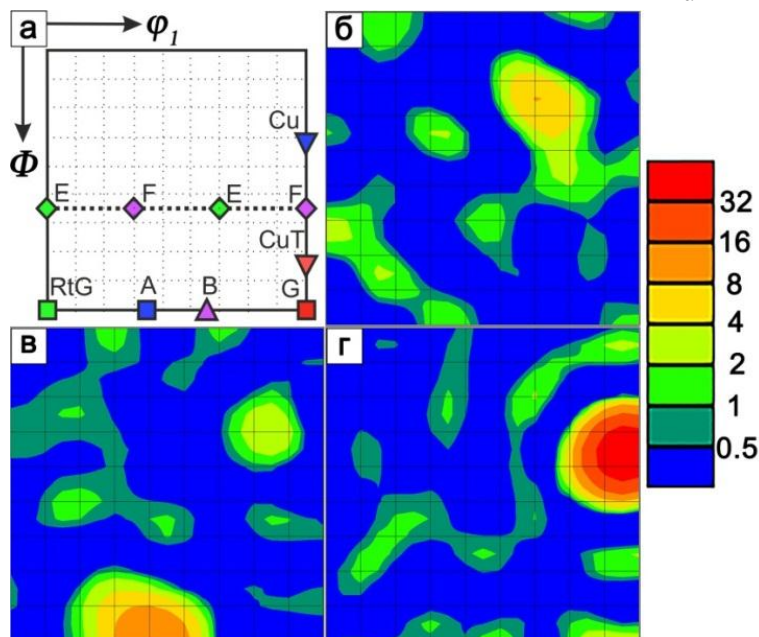


Рисунок 4 – Схема (а) и экспериментальные секции ФРО при $\varphi_2=45^\circ$ холоднокатанного сплава. Обжигание: 10% (б), 40% (в) и 80% (г).

Плотность дислокаций оценивалась посредством: 1) измерения внутренних напряжений по методу Уильмсона-Холла из анализа уширения линий рентгеновских спектров, полученных на дифрактометре Smart Lab Rigaku; 2) EBSD-анализа; 3) по микрофотографиям ПЭМ, с учётом толщины фольги, которая оценивалась с помощью дифракции в сходящемся пучке.

Таблица 2. Влияние времени искусственного старения на характеристики пластин, с габитусной плоскостью $\{001\}_\alpha$ после обработки Т6.						
Время старения, ч		Размер, нм		КФ	N_D , $\#/\text{м}^{-3}$	f_v , %
		D	W			
3	θ''	21 ± 8	$1,2 \pm 0,4$	18	$1,5 \pm 0,2 \times 10^{22}$	$0,7 \pm 0,2$
12	θ'	132 ± 77	$4,5 \pm 1,2$	29	$4,0 \pm 0,3 \times 10^{20}$	$2,4 \pm 0,9$

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние термической обработки без промежуточной деформации на фазовый состав и механические свойства сплава. После закалки средний размер зёрен составил $\sim 13 \mu\text{м}$, плотность дислокаций $\sim 6,02 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$, а микротвёрдость $\sim 96 \pm 1 \text{ HV}_{0.2}$. При естественном старении чуть более суток

микротвёрдость сплава остаётся неизменной, а после 100 часов наблюдается её постепенный рост до достижения величины ($128 \pm 2 \text{ HV}_{0.2}$) после 5000 часов (рис. 1). При искусственном

старении наблюдаются 2 пика микротвердости $\sim 146 \pm 3 \text{ HV}_{0.2}$ (на 3-х и 12ти часах старения) и один слабовыраженный (на 20 часах) (рис.1, таблица 1). После ~ 1000 часов естественного и 42 часов искусственного старения твёрдость сплава одинакова.

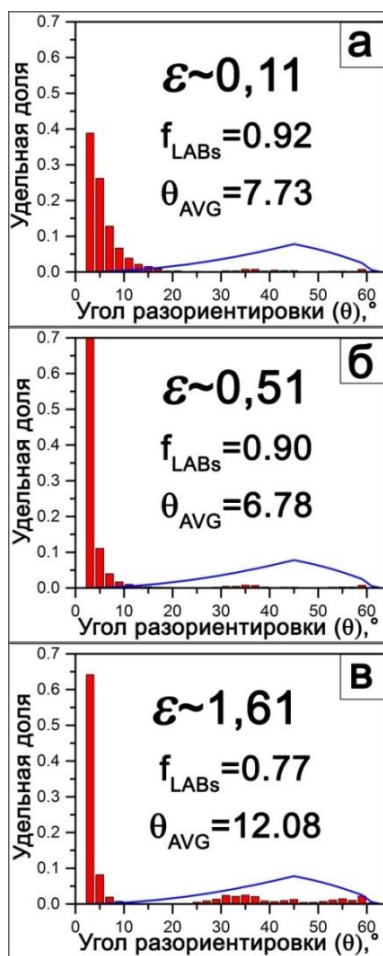
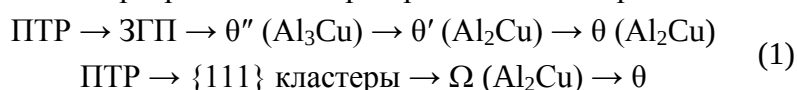


Рисунок 5 – Распределения границ по углам разориентировки холоднокатаного сплава со степенями обжатия 10% (а), 40% (б), и 80% (в).

ЗГП были обнаружены в сплаве, обработанном на ПТР, после 100 часов естественного старения. После 1000 часов их плотность многократно возрастает. Кроме того, методами высокоразрешающей ПЭМ были обнаружены зоны ГПБ, которые в предшествующих работах были зарегистрированы только в сплавах типа дуралюмин с $\text{Cu/Mg} \sim 2,7$ и после искусственного старения. Стадийность распада ПТР в процессе старения сплава при 190°C представлена двумя одновременными, независимыми фазовыми превращениями при преобладании первого:



Появление первого пика старения (3 ч) обусловлено выделением огромного количества θ'' -фазы в сочетании с небольшим числом однородно распределенных θ' -частиц. Второй пик (12 ч) характеризуется увеличением плотности и объемной доли пластин θ' -фазы (рис. 2б, в, г, таблица 2). При этом только небольшая часть этих частиц зарождается гетерогенно на дислокациях. Перестаривание сплава связана с заменой частиц θ'' -фазы частицами θ' -фазы по механизму смены стадий старения независимым зарождением. Пластины Ω -фазы с габитусной плоскостью $\{111\}_\alpha$ были обнаружены после всех режимов искусственного старения. Их отличительной чертой является крайне высокий (>100) КФ (рис. 2б) и низкая численная плотность.

ЧЕТВЁРТАЯ ГЛАВА посвящена анализу влияния холодной деформации методами одноосного растяжения, прокатки и РКУП на структуру и механические свойства. Это позволило смоделировать вклад различных механизмов упрочнения в условный предел текучести.

Деформация растяжением на 7% слабо влияет на размер и форму зёрен (рис. 3а). При этом пред-деформация постепенно увеличивает величину плотности дислокаций до $\sim 6,6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ после 7% растяжения. Холодная прокатка с малыми обжатиями ($\leq 20\%$) приводит к формированию ячеистой структуры. Кристаллографическая текстура характеризуется слабыми максимумами на нестабильных ориентировках (рис. 4б). Количество МУГ с разориентировками $2^\circ < \theta < 6^\circ$ и плотность дислокаций увеличивается (рис. 5, 6). При увеличении степени обжатия до $\geq 40\%$ в структуре появляются микрополосы сдвига (МС), при этом они преимущественно располагаются вдоль плоскостей $\{111\}_\alpha$ или же под небольшим углом ($8-14^\circ$) к ним (рис. 7). Полосы вдоль $\{001\}_\alpha$ также были обнаружены. Постепенный рост величины обжатия приводит к переходу зёрненной к ламельной структуре, состоящей из полос деформации. Этот процесс завершается после прокатки до $\varepsilon \sim 0,92$ (60%

обжатия), а дальнейшая деформация приводит к увеличению количества высокоугловых ламельных границ (рис. 5в). При средних степенях обжатия текстура деформации

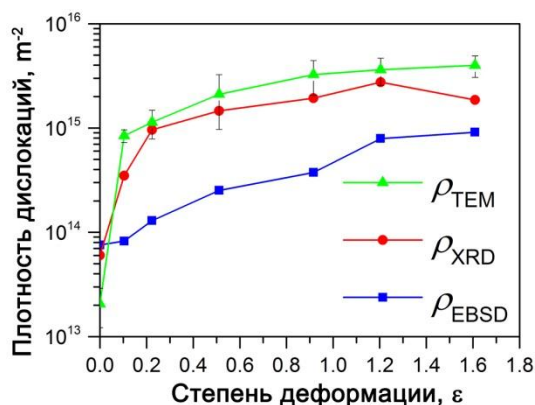


Рисунок 6 – Зависимость плотности дислокаций от величины деформации при холодной прокатке сплава.

представлена компонентами Cu ($\{112\} \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle$) и Госсса ($\{110\} \langle 100 \rangle$) (рис. 4). При $\epsilon \sim 1,61$ (80% обжатия), деформационные полосы выстраиваются в направлении прокатки (рис. 7), что коррелирует с формированием сильной текстуры Меди (рис. 4). При $\epsilon \geq 1,20$ (70% обжатия) большинство деформационных полос ориентировано вдоль плоскостей $\{111\}_\alpha$.

Как известно, величины ρ_{TEM} , ρ_{XRD} и ρ_{EBSD} связаны с числом решёточных дислокаций, внутренними упругими напряжениями и плотностью геометрически необходимых дислокаций, соответственно. ρ_{EBSD} также отражает

накопленную энергию деформации. При холодной прокатке сплава, значения ρ_{TEM} и ρ_{XRD} значительно растут до 20% обжатия, в то время как ρ_{EBSD} остаётся практически неизменной

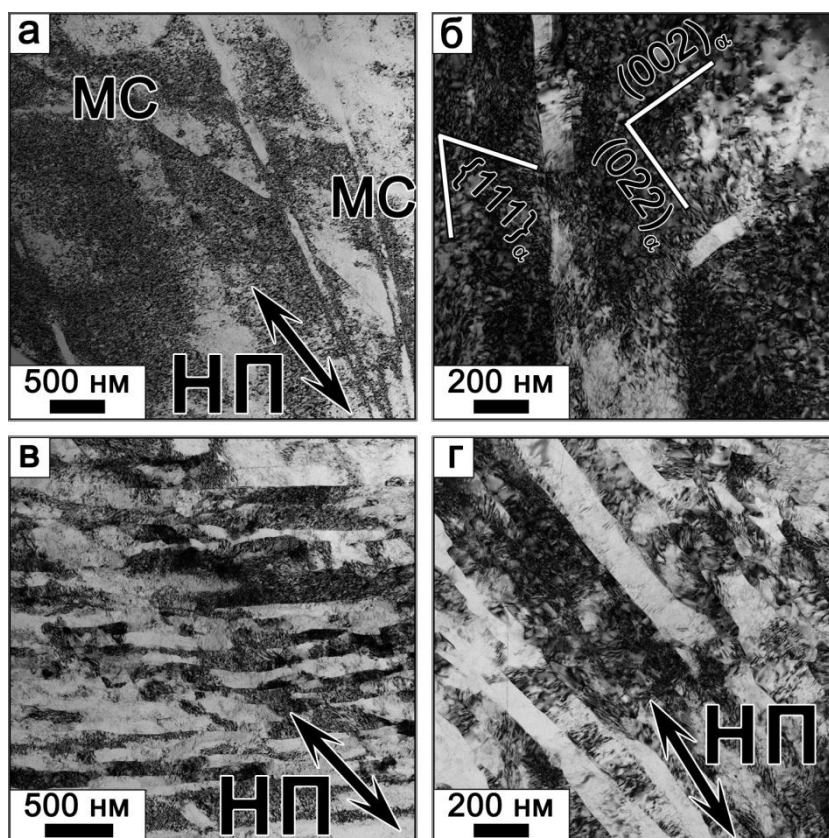


Рисунок 7 – Микроструктура сплава после холодной прокатки со степенями обжатия: а) 20%, б) 40%, в) 60%, г) 70%.

(рис. 6). Следовательно, увеличение плотности случайных дислокаций, которые являются статистическими (не существенно влияют на угол разориентировки), приводит к значительному увеличению далекодействующих полей напряжений, исходящих от этих дислокаций, и формированию ячеистой структуры. Во время дальнейшей прокатки рост плотности дислокаций обусловлен возрастанием плотности геометрически необходимых дислокаций, т.к. ρ_{EBSD} постепенно увеличивается при $\epsilon > 0,22$, что совпадает с увеличением

внутренних упругих напряжений. Анализ эволюции дислокационной плотности показывает, что увеличение плотности решёточных дислокаций на единицу степени деформации (т.е. ρ/ε) практически не зависит от последней при $\varepsilon > 0,11$. Однако при $\varepsilon \geq 0,51$ часть решёточных дислокаций располагается в геометрически необходимых границах МС. Поэтому суммарная плотность дислокаций (ρ_{Σ}), накопленных внутри зёрен и МУГ (ρ_{LABs}), может быть представлена в виде суммы:

$$\rho_{\Sigma} = \rho_{ТЕМ} + \rho_{LABs} \quad (2)$$

Анализ литературных данных позволяет определить ρ_{LABs} как:

$$\rho_{LABs} = \frac{f\theta_{LABs}}{bd_{LABs}} \quad (3)$$

где θ_{LABs} – значение среднего угла разориентировки границы МС, d_{LABs} – среднее расстояние между этими границами, f – численный коэффициент, равный 1,5 для ламельной структуры и 3 для равноосных зёрен. Значение ρ_{LABs} может быть подсчитано как сумма двух слагаемых. Первое из которых отвечает за МУГ с разориентировкой $\geq 2^\circ$ и определяется из EBSD-анализа. Второе, ρ_{LABs} , рассчитано, используя значения d_{LABs} и θ_{LABs} , полученные из EBSD-анализа (рис. 3, 5, таблица 3). Также второе слагаемое – малоугловые границы с разориентировкой $\leq 2^\circ$ может быть определено из микрофотографий ПЭМ (рис. 7). Для учёта вклада дислокационного механизма упрочнения, среднее расстояние между малоугловыми

Таблица 3. Влияние холодной прокатки на параметры микроструктуры сплава АА2519. Здесь d_{LABs} – расстояние между МУГ, определённое из EBSD-карт, d_{HAB} – расстояние между ВУГ, определённое из EBSD-карт; величина $d_{ТЕМ}$, посчитанная из микрофотографий ПЭМ; θ_{LABs} – средний угол разориентировки и соответствующая ей плотность дислокаций ρ_{LABs} , величина d_{HABs} – расстояние между ВУГ, определенное из EBSD-карт ⁽¹⁾						
Обжатие, %/ деформация ε	$\rho_{ТЕМ}, \times 10^{14}$ м ⁻²	d_{LABs} , µм	d_{HABs} , µм	$d_{ТЕМ}$, нм	θ_{LABs} , °	$\rho_{LABs}, \times 10^{14}$ м ⁻²
0/0	0,2	7,7	9,7	-	6,5	-
10/0,11	8,4	5	9,6	-	5,1	-
40/0,51	21	1,5	2,7	-	3,4	0,8
80/1,61	40	0,20	0,30	77 ¹	3,1	4,9

границами было определено по микрофотографиям-ПЭМ, а средний угол разориентировки был принят $\sim 1^\circ$. Малоугловые границы с разориентировкой $\geq 2^\circ$ не учитывались в расчётах второго слагаемого. Число же решёточных дислокаций, расположенных в МУГ с разориентировкой $\leq 2^\circ$ и $> 2^\circ$, приблизительно одинаково. Величина ρ_{LABs} меньше $\rho_{ТЕМ}$ приблизительно на один порядок (таблица 3). Поэтому преимущественная часть дислокаций, образующихся в результате прокатки, накапливается внутри зёрен. При $\varepsilon \geq 0,51$ только 10% дислокаций, образующихся во время прокатки, может быть накоплено в границах МС, что обеспечивает увеличение их разориентировки с ростом степени деформации. Только малая часть решёточных дислокаций используется для формирования МУГ, имеющих деформационную природу образования. Несмотря на это, большая часть появившихся ламельных границ обладают высокоугловой разориентировкой (рис. 7).

Главными особенностями деформационной структуры, формирующейся при прокатке, являются МС и аномально высокая накопленная плотность дислокаций внутри зерен. Присутствие твёрдого раствора сдвигает формирование ячеистой структуры и

деформационных полос к более высоким степеням деформации. Схематично эволюция микроструктуры при холодной прокатке сплава представлена на рис. 8. По всей видимости, полосы сдвига и ячеистая структура при прокатке с обжатиями $>40\%$ не оказывают существенного влияния на механические свойства. А высокая прочность исследованного сплава обеспечивается ламельной структурой, содержащей высокую плотность дислокаций.

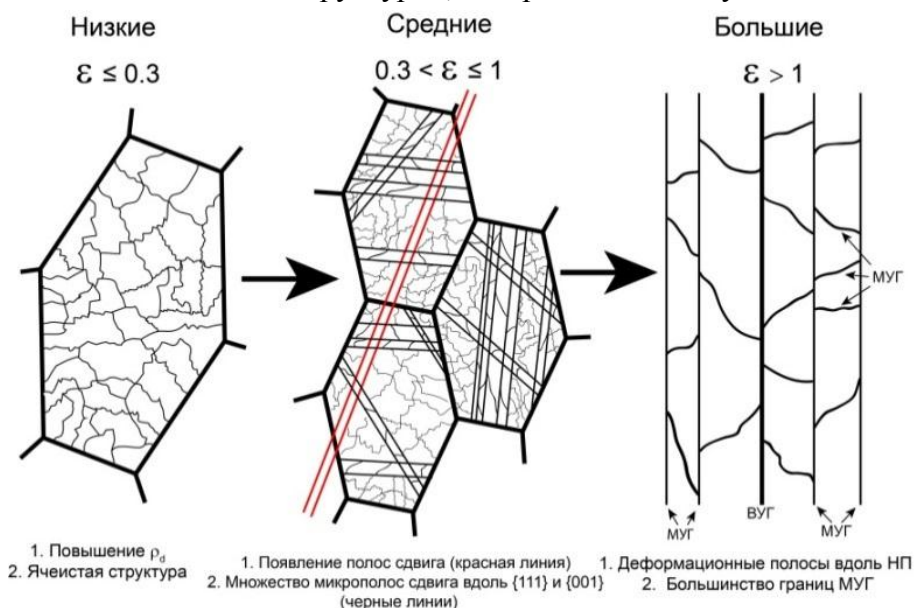


Рисунок 8 – Схема эволюции микроструктуры сплава AA2519 в процессе прокатки.

В работе было исследовано влияние холодной прокатки на механические свойства сплава AA2519; результаты испытаний представлены в Таблице 4. Уже 10% обжатие приводит к значительному росту прочности и микротвёрдости. По сравнению с свежезакалённым состоянием, общая скорость деформационного упрочнения, представляемая величиной $\sigma_{0,2}/\sigma_B$, значительно уменьшается, что приводит к началу неустойчивости пластического течения уже при малых деформациях. В результате этого пластичность сплава снижается более чем в 2 раза, однако при этом постепенно увеличивается прочность. Прокатка с максимальной степенью деформации обеспечивает увеличение $\sigma_{0,2}$ на 317%, σ_B на 69%, а микротвёрдости на 105%. При этом важно отметить, что удлинение до разрушения сохраняется на уровне $\geq 5\%$. Деформация методом РКУП приводит к $\sigma_{0,2}=467\pm 4$ МПа, $\sigma_B=495\pm 4$ МПа и $\delta=4,1\pm 0,1$. Эти данные позволили утверждать, что интенсивная прокатка при комнатной температуре очень эффективна в упрочнение Al–Cu–Mg сплавов, обработанных на ПТР.

Таблица 4. Влияние прокатки на механические свойства и фактор Тейлора (M), определённого из EBSD-данных.						
Обжатие, / ε	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	ε_U , %	δ , %	Твёрдость HV _{0.2}	M
0/закалка	136 $\pm$ 1	349 $\pm$ 2	23 $\pm$ 1	28 $\pm$ 1	87 $\pm$ 2	2,8
10/0,11	347 $\pm$ 4	427 $\pm$ 5	10 $\pm$ 1	12 $\pm$ 1	130 $\pm$ 2	2,5
40/0,51	453 $\pm$ 3	503 $\pm$ 1	4 $\pm$ 1	9 $\pm$ 1	164 $\pm$ 1	3,1
80/1,61	567 $\pm$ 2	589 $\pm$ 4	3 $\pm$ 1	5 $\pm$ 1	179 $\pm$ 2	3,4

Механизмы упрочнения. Для изучения связи между структурой и прочностью сплава были рассмотрены действующие механизмы упрочнения. Анализ вклада различных

механизмов упрочнения в предел текучести $\sigma_{0,2}$ был выполнен по «составному» уравнению Холла-Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0^{\text{AlCuMgMn}} + \alpha M G b \rho^{1/2} + k_y d_{\text{GB}}^{-1/2} \quad (4)$$

где, d_{GB} – расстояние между границами, k_y – коэффициент Холла-Петча, плотность дислокаций, G – модуль сдвига (25,4 ГПа), M – фактор Тейлора (таблица 4), и α – постоянная силы взаимодействия между дислокациями. Первое слагаемое $\sigma_0^{\text{AlCuMgMn}}$, определяемое как сопротивление трения для скольжения дислокаций в кристаллите размера d , складывается из напряжения трения со стороны решетки алюминия (сила Пайерлса-Набарро), $\sigma_0^{\text{Al}} \sim 10$ МПа, напряжения возникающего из-за твёрдорастворного упрочнения σ_{SS} , и дисперсионного σ_{P} :

$$\sigma_0^{\text{AlCuMgMn}} = \sigma_0^{\text{Al}} + \sigma_{\text{SS}} + \sigma_{\text{P}} \quad (5)$$

Твёрдорастворное упрочнение рассчитывалось следующим образом:

$$\sigma_{\text{SS}} = \sigma_{\text{trace}} + \sum H_{\text{SSi}} C_i^n \quad (6)$$

Из анализа литературных данных $\sigma_{\text{trace}} \sim 24$ МПа, поэтому уравнение (4) может быть записано:

$$\sigma_{\text{SS}} = \sigma_{\text{trace}} + H_{\text{Cu}} C_{\text{Cu}}^m + H_{\text{Mg}} C_{\text{Mg}}^n \quad (7)$$

Методами ПЭМ было выявлено, что во время высокотемпературных обработок (гомогенизации, горячейковки и прокатки, закалки) происходило выделение/рост частиц Т-фазы ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$), поэтому сплав в твёрдом растворе содержит $\sim 5,2$ вес.%Cu (а не 5,64). Принимая значения $H_{\text{Cu}}=H_{\text{Mg}}=13,8$ МПа/(вес.%) и $m=n=1$ и тот факт, что локальный химический анализ в ПЭМ не зафиксировал обеднение матрицы по Cu, величина σ_{SS} может быть подсчитана как ~ 76 МПа. Дисперсионное упрочнение (σ_{P}) в алюминиевых сплавах с добавками Zr, Ti и V обусловлено когерентными и/или некогерентными частицами $\text{Al}_3(\text{Zr}_{1-x}\text{TM}_x)$ с L_{12} и D_{023} структурой. Однако в исследованном сплаве распределение частиц не однородно в матрице, что приводит к тому, что дислокации имеют возможность свободно скользить через широко разнесенные препятствия. Поэтому приростом прочности от действия механизма Орована можно пренебречь ($\sigma_{\text{P}}=0$). Более того, в ходе исследования

Таблица 5. Вклады механизмов упрочнения в общий $\sigma_{0,2}$, действующих в холоднокатанном сплаве AA2519, обработанном на твёрдый раствор.				
Обжатие/ ε	Вклад упрочнения			Вычисленный $\sigma_{0,2}$, МПа
	σ_{SS} , МПа	σ_{DS} , МПа	σ_{BS} , МПа	
0/0	76	26	26	162
10/0,11	76	148	26	284
40/0,51	76	290	65	465
80/1,61	76	390	126	626

было выявлено что структура, форма, средний размер и распределение дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Zr}_{1-x}\text{TM}_x)$ -фазы не зависит от степени холодной деформации.

До степеней обжатия $\leq 40\%$, вклад дислокационного упрочнения было подсчитан только с учетом величины $\rho_{\text{ТЕМ}}$ (таблица 3). В работе также было предположено, что границы МС с очень малой разориентировкой ($\leq 2^\circ$) вносят

вклад в дислокационное упрочнение. Поскольку эти границы сохраняют свою низкую разориентировку, перестройки дислокаций внутри МУГ не происходит. Однако эти границы служат источниками дальнедействующих полей напряжений. Исходя из этого, второе слагаемое в Уравнении 4 может быть представлено в «расширенном» виде:

$$\sigma_{\text{DS}} = \alpha M G b \rho_{\Sigma}^{1/2} \quad (8)$$

где ρ_{Σ} – плотность дислокаций, определённая из Уравнения 2 для МУГ с разориентировкой $\leq 2^\circ$, сквозь которые способны проникать скользящие дислокации, поэтому они могут вносить вклад в упрочнение как дислокаций леса. Для деформаций с обжатием $\geq 60\%$, значение ρ_{LABs} для вышеуказанных границ было рассчитано с использованием Уравнения 3. Литературные данные определяют параметр силы дислокационного взаимодействия, α , выше для однородного распределения решёточных дислокаций ($\sim 0,28$), чем для полосовой структуры ($\sim 0,2$). Первое и второе значения были использованы для расчёта дислокационного упрочнения в Al–Cu–Mg сплаве, прокатанном с обжатием 40% и выше, соответственно.

Таблица 6. Механические свойства сплавов после НТМО, включающих старение при 190°С.								
Сплав	Режим		Твёрдость, HV _{0.2}	σ _{0,2} , МПа	σ _B , МПа	Удлинение %		σ _{0,2} /σ _B
						ε _U	δ	
Al–Cu–Mg (AA2519)	T81	0	99±2	179±3	353±3	23±2	27±2	0,507
		2,5	152±2	346±2	432±3	12±1	17±1	0,801
		12	150±2	356±3	436±2	8±1	12±1	0,818
	T83	0	110±2	240±2	365±2	21±1	24±1	0,658
		2	157±2	395±3	460±3	9±1	15±1	0,859
	T87	0	128±2	336±2	403±2	17±1	18±1	0,834
		1,5	169±3	422±1	471±1	8±1	13±1	0,896
Al–Cu (AA2219)	T81/T3		-	325	425	-	7	0,765
	T87		-	350	430	-	10	0,814

Границы с средне-высокой разориентировкой действуют как эффективные препятствия для движения дислокаций, тем самым упрочняя материал. Предполагая, что МУГ могут действовать как обычные ВУГ, вклад упрочнения таких границ в общий предел текучести может быть посчитан из уравнения:

$$\sigma_{BS} = k_y d_{GB}^{-1/2} \quad (9)$$

здесь d_{GB} – среднее расстояние между границами с разориентировкой $\geq 2^\circ$. В этих границах произошла перестройка внутренних дислокаций так, чтобы они могли накапливать (принимать) скользящие дислокации и увеличивать свою разориентировку с ростом деформации. Для полосовой структуры, образующейся после прокатки с обжатиями $\geq 60\%$,

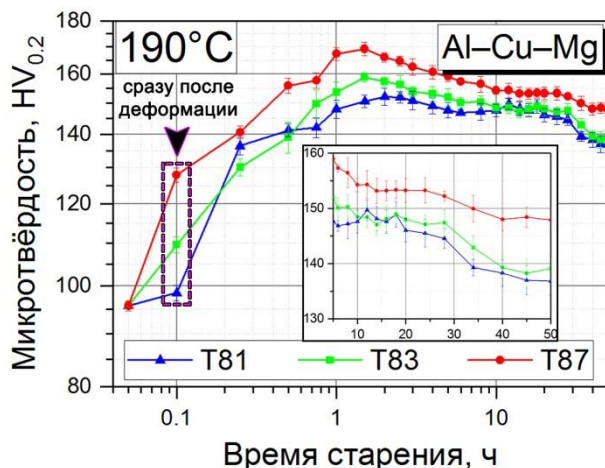


Рисунок 9 – Эволюция микротвёрдости сплава AA2519 при НТМО.

эффективный размер зёрен, d_{GB} , был посчитан как двойное расстояние между вытянутыми (ламельными) границами. Для расчёта вклада σ_{BS} в работе использовалась постоянная Холла-Петча, $k_y=0,08 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$.

Вклады различных механизмов упрочнения в общее значение величины $\sigma_{0,2}$, подсчитанные согласно вышеизложенной модели, представлены в Таблице 5. Разница между теоретическими и экспериментальными данными во всех состояниях не превышает 15%. Анализ $\sigma_{0,2}$ в терминах аддитивного суммирования

дислокационного и зернограницного упрочнений демонстрирует в явном виде, что накопление крайне высокой плотности дислокаций является главной причиной высокой прочности после холодной прокатки. Разделение исходных зёрен на деформационные полосы позволяет увеличить почти в 4 раза предельную плотность дислокаций, при достижении которой материал теряет способность к пластической деформации и начинается зарождение и распространение трещины.

Таблица 7. Размеры, плотность и объемная доля частиц θ' -фазы в сплаве AA2519.						
Режим		Средний размер, нм		КФ	$N_D \times 10^{20}$, $\#/M^{-3}$	f_v , %
		D	W			
T6	12	132±77	4,5±1,2	29,3	4,0±0,3	2,37±0,92
T83	2	49±23	3,0±0,8	16,3	28,2±0,8	1,74±0,20
T87	1,5	35±17	3,0±0,9	11,7	60,1±0,7	2,09±0,63
T87	12	34±14	3,3±1,0	10,3	57,0±0,1	2,04±0,08

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние параметров промежуточной деформации (метода, степени) и продолжительности искусственного старения на фазовый состав и механические свойства сплава AA2519.

Механическое поведение сплава. «Кривые старения» сплава после растяжения на 1% (T81), 3% (T83) и 7% (T87) представлены на рис. 9. Эволюция микротвёрдости сплава после T81 почти полностью повторяет режим обработки T6 (рис. 1). Максимальные значения величины микротвёрдости сплава увеличиваются, а время до их достижения сокращается. Сравнение полученных экспериментальных данных с литературными позволило однозначно утверждать, что исследованный сплав AA2519 демонстрирует более высокие показатели твёрдости/прочности, чем другие плавки, но с более высоким содержанием Si.

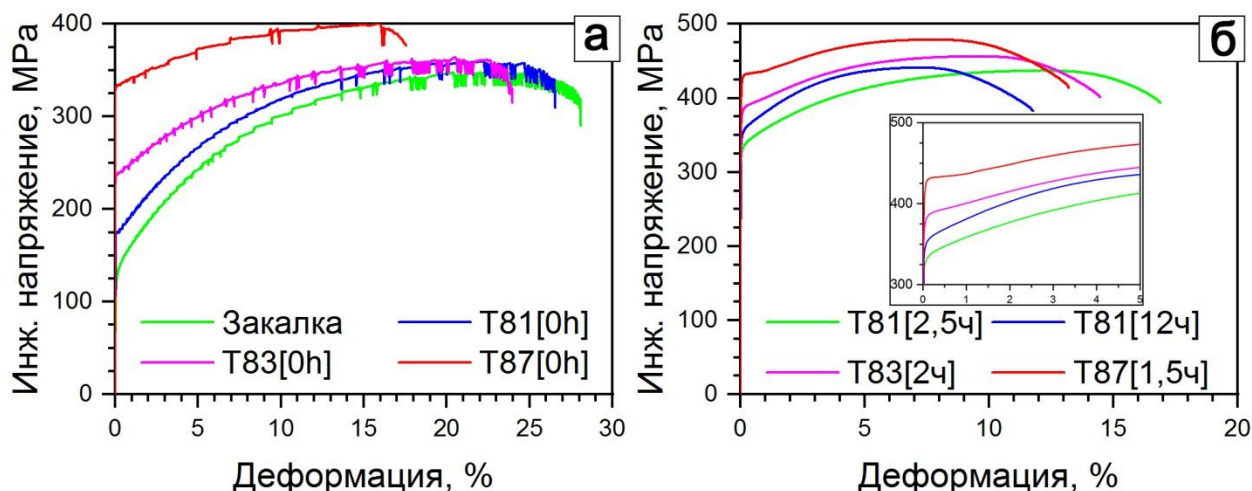


Рисунок 10 – Кривые растяжения сплава AA2519 после малых степеней промежуточной деформации. Числа в скобках указывают на длительность искусственного старения.

Типичные кривые инженерное напряжение – деформация после предрастяжения и старения на максимальную прочность представлены на Рисунке 10. Величины микротвёрдости, прочности и пластичности представлены в Таблице 6. Также в целях оценки роли Mg в таблице приведены свойства предыдущей версии сплава (AA2219). Анализ данных показывает, что обработка T87, по сравнению с T6 (таблица 1), обеспечивает 44% прирост $\sigma_{0,2}$, 15% прирост σ_B , при этом пластичность ожидаемо уменьшается. По сравнению

со сплавом AA2219, исследованный сплав демонстрирует на 20% выше $\sigma_{0,2}$, на 10% выше σ_B , а пластичность выше почти на четверть.

Деформационное упрочнение, представляемое отношением $\sigma_{0,2}/\sigma_B$ и наклоном на кривых истинная деформация – напряжение, уменьшается при увеличении процента промежуточной деформации, что отрицательно сказывается на однородном удлинении (таблица 6). При этом удлинение до разрушения остаётся практически неизменным. Появление характерного перегиба на начальной стадии интенсивного упрочнения свидетельствует о переходе от кривой с непрерывным упрочнением (после достижения $\sigma_{0,2}$) в режиме Т6 к кривой с площадкой текучести, после обработки Т87 (вставка на рис. 10б). Применение только предрастяжения также приводит к непрерывному упрочнению, с последующим переходом к пилообразному напряжению течения, которое связано с гетерогенной локализацией пластической деформации в объеме материала (рис. 10а). Это явление известно как эффект Портевена-Ле Шателье, а его механизм связан с динамическим старением и сегрегацией примесных атомов на дислокациях во время пластической деформации. Обнаружено, что искусственное старение, вызывающее почти полный распад ПТР (≥ 12 часов), полностью подавляет эффект Портевена-Ле Шателье и уменьшает деформационное упрочнение. Промежуточная деформация растяжением на 1, 3 и 7% обеспечивает прирост в $\sigma_{0,2}$ на 33, 75 и 146%, соответственно, при этом пластичность меняется слабо (рис. 10а). Старение на максимальную прочность обеспечивает прирост в 96% (175 МПа), 65% (159 МПа) и 26% (87 МПа) величины $\sigma_{0,2}$ после растяжения на 1, 3 и 7%, соответственно. Следовательно, увеличение степени промежуточной деформации с 1 до 7% сокращает в 2 раза прирост $\sigma_{0,2}$ при последующем старении, а при $\epsilon \geq 3\%$ эффект старения на $\sigma_{0,2}$ составляет ≤ 100 МПа.

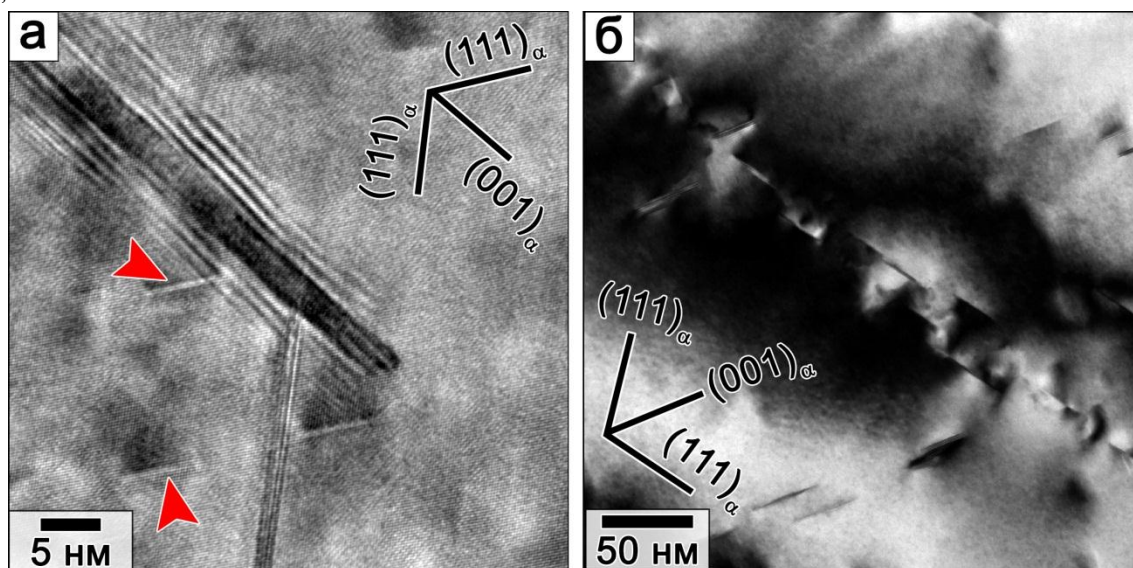


Рисунок 11 – Гетерогенное выделение Ω -пластин в сплаве AA2519: а) на границе θ' -фаза/матрица и б) вдоль МУГ. Красными стрелками отмечены $\{111\}_\alpha$ кластеры.

Фазовый состав сплава после старения. Для сопоставления механического поведения и микроструктуры, методами ПЭМ был исследован фазовый состав. После обработок типа Т8Х и «недостаривания» (прерывание старения на стадии когерентных фаз) микроструктура сплава представлена смесью ГП-зон/ θ'' -фазы, частицами θ' - и Ω -фаз. Рост промежуточной деформации приводит к преобладанию последних двух фаз и почти полному исчезновению когерентных выделений θ'' -фазы. Это было связано с двумя факторами: 1) дислокации

являются эффективными местами стока вакансий; 2) скольжение дислокаций приводит к растворению кластеров и ЗГП. Данные ДСК-анализа подтвердили этот факт: после 7% преддеформации на зависимости теплового потока от температуры отсутствует низкотемпературный ($T=86^{\circ}\text{C}$) экзотермический пик, связанный с образованием ЗГП.

Таблица 8. Геометрические размеры, численная плотность и объемная доля Ω -фазы после различных режимов обработки.						
Режим		Средний размер, нм		КФ	$N_D \times 10^{20}, \text{ \#}/\text{м}^{-3}$	$f_V, \%$
		D	W			
Т6	0,5	26 ± 12	$0,8 \pm 0,1$	33	-	-
	12	117 ± 68	$1,0 \pm 0,2$	120	$1,2 \pm 1,8$	$0,08 \pm 0,07$
Т81	0,5	33 ± 12	$0,9 \pm 0,2$	39	$5,6 \pm 3,6$	$0,03 \pm 0,01$
	2,5	47 ± 24	$0,8 \pm 0,2$	58	$4,1 \pm 3,0$	$0,06 \pm 0,04$
	12	141 ± 81	$1,2 \pm 0,3$	119	$0,5 \pm 0,3$	$0,08 \pm 0,02$
Т83	0,5	36 ± 12	$0,8 \pm 0,2$	47	$4,8 \pm 1,7$	$0,04 \pm 0,01$
	2	44 ± 20	$1,0 \pm 0,3$	46	$10,8 \pm 4,1$	$0,14 \pm 0,05$
Т87	0,5	34 ± 13	$0,8 \pm 0,2$	40	$16,1 \pm 0,3$	$0,11 \pm 0,04$
	1,5	40 ± 18	$1,0 \pm 0,3$	37	$23,3 \pm 9,8$	$0,3 \pm 0,12$
	12	48 ± 18	$1,2 \pm 0,3$	40	$3,6 \pm 1,5$	$0,1 \pm 0,06$

Ω -фаза с плоскостью габитуса пластин $\{111\}_\alpha$ выделяется гомогенно в α -Al матрице с большим (>100) КФ. Однако с ростом степени промежуточной деформации на широких межфазных границах θ' -фазы были обнаружены Ω -пластины с значительно меньшим КФ (рис. 11а). Также были обнаружены цепочки Ω -частиц с низким КФ, выделяющиеся вдоль МУГ (рис. 11б). Благодаря дисперсности пластин Ω -фазы, на картинах дифракции электронов в дополнение к характерным для неё точечным рефлексам на позициях $1/3$ и $2/3$ $[220]_\alpha$ наблюдались диффузионные тяжи вдоль $\langle 111 \rangle_\alpha$.

Таблица 9. Механические свойства сплава AA2519 после НТМО, включающей деформацию прокаткой или РКУП и старение при 190°C .						
Режим		Твёрдость, $\text{HV}_{0,2}$	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$
Т810	2	161 ± 2	424 ± 4	479 ± 3	11 ± 1	0,885
Т840	1	178 ± 2	496 ± 3	536 ± 4	10 ± 1	0,925
Т880	0,5	189 ± 1	509 ± 4	548 ± 5	6 ± 1	0,929
Т8РКУП	0,75	186 ± 2	468 ± 4	502 ± 3	8 ± 1	0,932

Увеличение степени промежуточной деформации и искусственное старение до состояния с максимальной прочностью (стадия частично-когерентных выделений) приводит к полному исчезновению ГП-зон и увеличению объемной доли θ' -фазы за счёт θ'' -частиц. То есть, после обработки Т81 в микроструктуре преобладает θ'' -фаза, однако после 7% промежуточной деформации большинство частиц представляют собой θ . Численный анализ снимков ПЭМ выявил что объемная доля θ' -пластин практически не зависит от степени деформации, а их численная плотность возрастает в 4 раза после обработки Т87 (таблица 7).

Было обнаружено, что промежуточная деформация $\geq 3\%$ значительно уменьшает диаметр θ' -пластин (а следовательно увеличивает их КФ), что связано с переходом от их почти гомогенного зарождения после обработки по режиму Т6 к гетерогенному на дислокациях после Т87 (рис. 12в).

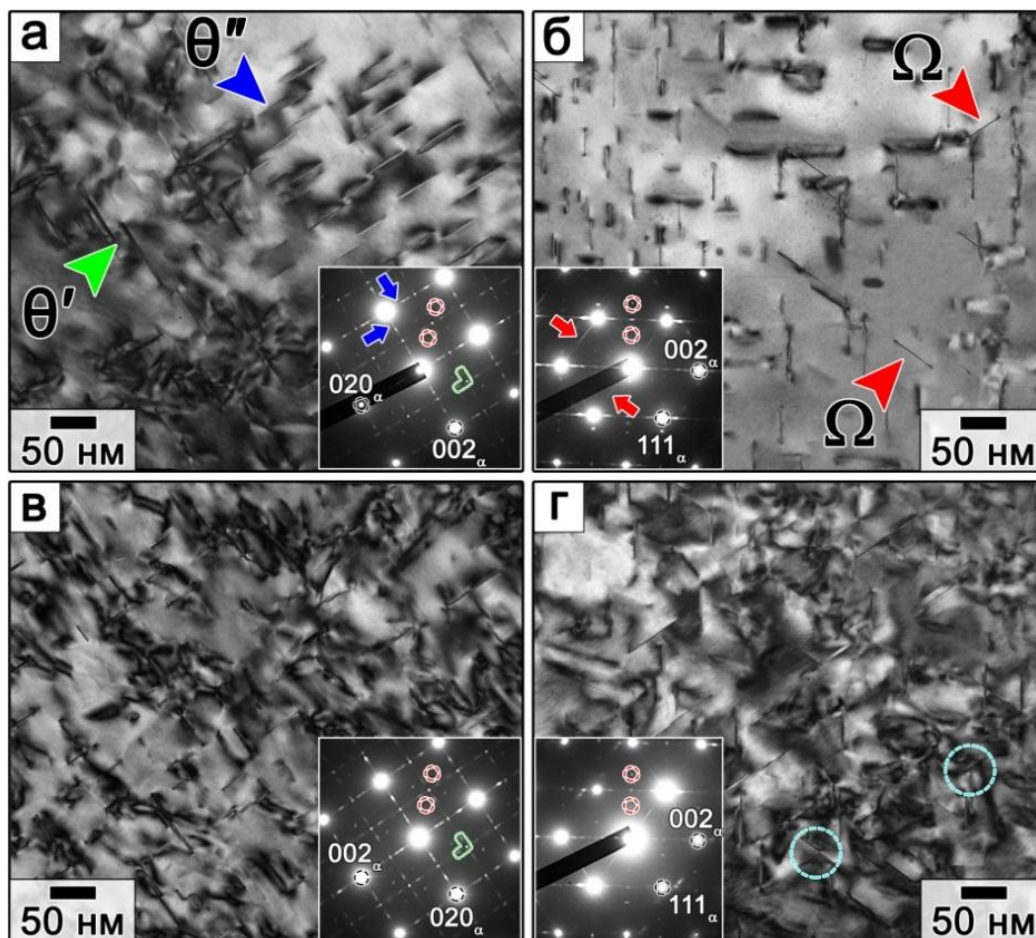
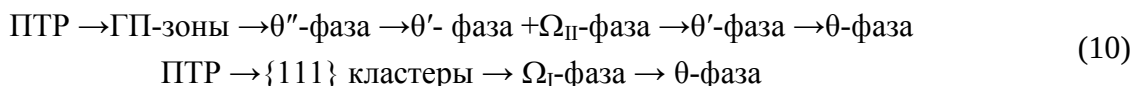


Рисунок 12 – Фазовый состав AA2519 после старения на максимальную прочность: а) и б) режим Т81, в) и г) режим Т87. Красными кругами отмечены рефлексы на позициях $1/3$ и $2/3 [220]_{\alpha}$, связанные с Ω -фазой. Голубыми кругами отмечено гетерогенное выделение Ω -фазы на межфазной границе θ' /матрица.

В условиях старения на максимальную прочность, увеличение степени предрастяжения инициирует резкое уменьшение (в ~ 4 раза) коэффициента формы пластин с габитусной плоскостью $\{111\}_{\alpha}$, но при этом обеспечивается их высокая численная плотность (таблица 7, рис. 12). Это влияние промежуточной деформации на распределение частиц Ω -фазы связано со стимулированием выделения Ω_{II} -пластин, образующихся на межфазной границе θ' -фаза/Al (рис. 11а, 12г). Было показано, что уже при $\varepsilon \geq 0,03$ выделение θ' -пластин на дислокациях становится доминирующим, а следовательно, и гетерогенное выделение Ω_{II} -фазы так же становится преобладающим. Таким образом, после растяжения $\geq 3\%$ происходит одновременное гомогенное выделение Ω_I - и гетерогенное выделение Ω_{II} -фаз. При 7% предрастяжении этот механизм обеспечивает высокую объемную долю и численную плотность Ω -фазы.

Дальнейшее развитие процесса старения в сплаве приводит к: 1) растворению θ'' -фазы; 2) замене Ω_{II} на θ' . Последнее связано с фактом того, что свободная энергия Ω -фазы выше, чем у θ' . Поэтому при «перестаривании» Ω_{II} -фаза, примыкающая к θ' -фазе,

растворятся в соответствии с хорошо известной схемой Гиббса-Томсона. Также было определено, что после обработки Т81 выделение Ω -пластин на границе раздела θ' -фазы и матрицы происходит крайне редко, а разница в размерах гетерогенно и гомогенно выделенных $\{111\}_\alpha$ пластин практически не заметна. Значительной эта разница становится при пред-деформациях $\geq 3\%$, при которых θ' -фаза выделяется преимущественно на дислокациях, а поэтому и большая часть Ω -фазы выделяется также гетерогенно. Таким образом, было заключено что, при использовании промежуточной деформации $\geq 3\%$ и искусственного старения в сплаве наблюдается две независимые последовательности выделений:



Численный энергодисперсионный анализ показал, что в пластинах Ω -фазы содержится в ~ 4 раза больше магния, чем в матрице. Поэтому был сделан вывод, что добавление Mg является критическим для выделения пластин Ω -фазы, у которых к тому же были зафиксированы чёткие когерентные поля упругих напряжений. В дополнение к вышеуказанным основным фазам-упрочнителям во всех состояниях было обнаружено крайне малое количество рейко-образных частиц S' -фазы, выделяющихся с габитусной плоскостью $\{210\}_\alpha$, расположенной вдоль $\langle 100 \rangle_\alpha$. Также наблюдались пластины θ_{II}' -фазы с габитусной плоскостью $\{110\}_\alpha$. Но в связи с тем, что количество этих фаз очень мало, можно предполагать, что они не оказывают существенного влияния на механические свойства сплава AA2519.

Анализ дислокационного упрочнения в достижении высокого значения $\sigma_{0,2}$ при деформации был выполнен по Уравнению 8 с использованием $\rho_d \sim 6,6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (после 7% растяжения), $\alpha \sim 0,28$ и $M = 3,08$. Вклад σ_{DS} в общий $\sigma_{0,2}$ составил 120 МПа. Эта величина значительно ниже, чем наблюдаемая экспериментально 200 МПа. Принимая во внимание, что анализ микроструктуры не выявил изменений в размере зёрен или формирования

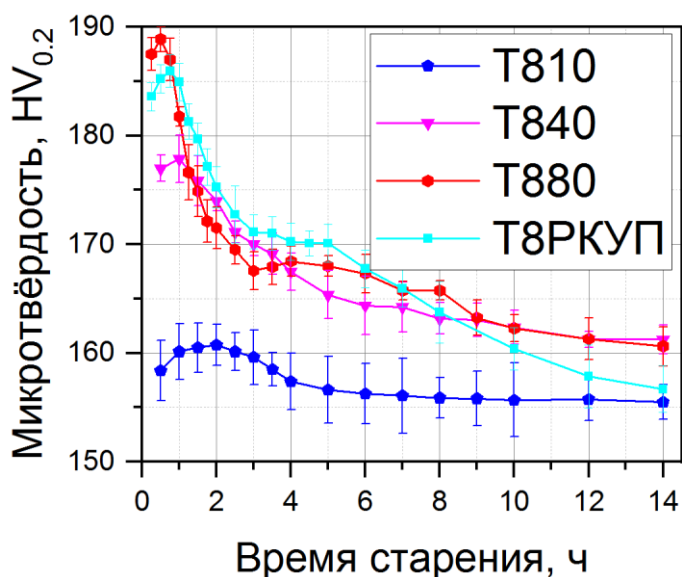


Рисунок 13 – Эволюция микротвёрдости во время искусственного старения сплава AA2519, подвергнутого НТМО.

деформационных полос (рис. 3а), можно заключить, что эффективность твёрдорастворного упрочнения, связанного с образованием Cu-Mg атмосфер на дислокациях, а также упрочнения от кластеров, составляет ~ 80 МПа. Очевидно, что увеличение степени промежуточной деформации приводит к росту этого вклада в общее значение величины $\sigma_{0,2}$.

НТМО Т87 обеспечивает высокую плотность как частиц θ' -фазы, так и частиц Ω -фазы. Увеличение степени промежуточной деформации 1% до 7% увеличивает плотность обеих и удельный объем Ω -фазы. Анализ прочности сплава, обработанного по

режимам Т6 и Т87, показал, что разница в условном пределе текучести (~ 130 МПа)

напрямую связана с увеличением плотности дислокаций в 12 раз. Однако адекватно оценить изменение плотности дислокаций в ПЭМ после старения не представляется возможным, так как контраст от частиц вторых фаз перекрывает контраст от дислокаций. Более того, невозможно и использование методики уширения линий дифрактограмм, поскольку в сплаве содержатся частицы вторых фаз, которые выделяются исключительно на дислокациях вдоль определенных плоскостей. При этом незначительное уменьшение плотности дислокаций не на значительно снижает величину дислокационного упрочнения (≤ 25 МПа). Поэтому величины вкладов от дисперсионного механизма, связанного с присутствием θ'' - и θ' -фаз (после обработки Т6) и за счёт смеси θ' - и Ω -фаз (после обработки Т87) почти равны, несмотря на принципиальную разницу в морфологических характеристиках этих фаз.

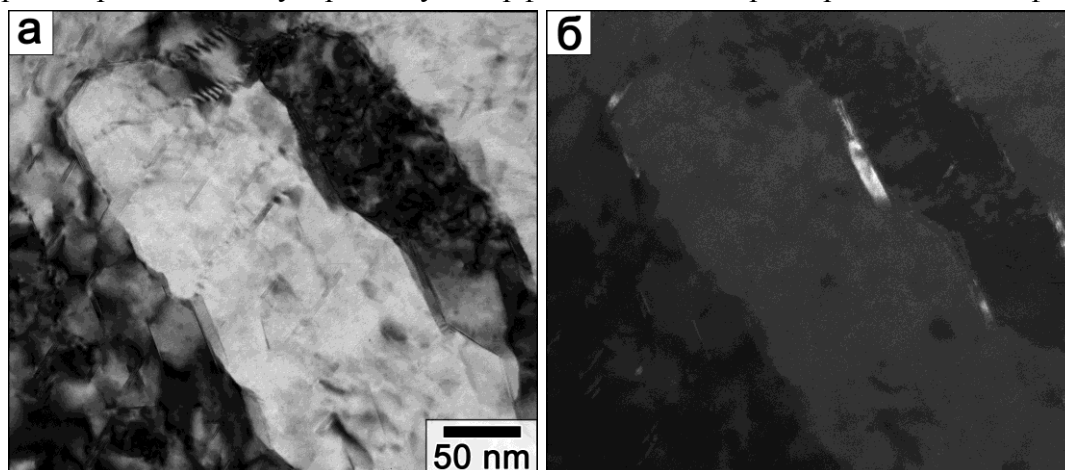


Рисунок 14 – Выделение стабильной фазы по границам AA2519 после прокатки с обжатием 80% и получасового старения. Участок снят в светлом (а) и тёмном (б) поле с использованием рефлекса $(011)_\theta$.

Влияние пластической деформации методом прокатки и РКУП на механические свойства. На рис. 13 представлено влияние увеличения степени промежуточной пластической деформации методом прокатки и РКУП на эволюцию микротвердости сплава в процессе дисперсионного твердения. Ключевые значения параметров прочности и пластичности представлены в Таблице 8. С увеличением степени промежуточной деформации наблюдается возрастание пиковых значений величины твердости и прочности, для достижения которых требуются меньшие времена старения, что свидетельствует об ускорении кинетики распада ПТР. Сравнение прочности сплава после деформации с одинаковыми степенями позволило сделать вывод о том, что микроструктура, формирующаяся в результате старения после прокатки, обеспечивает более высокую прочность, чем после РКУ прессования.

Обнаруженное падение прочности\микротвёрдости в результате прокатки с максимальным обжатием и искусственного старения (Таблицы 5 и 9) связано с выделением стабильной θ -фазы по границам, о чем свидетельствует микрофотографии ПЭМ, представленные на рис. 14. Интенсивного перестаривания сплава можно избежать, если уменьшить температуру старения до 140°C и 120°C после прокатки с обжатиями 60% и 80%. При таких режимах старения максимальная микротвердость лишь на 5-7% превосходит микротвердость после деформации, что достигается за счет выделения преимущественно θ'' -фазы. Таким образом, использование интенсивной пластической деформации при НТМО термически упрочняемых сплавов приводит к повышению прочности, только если стадийность распада ПТР при старении позволяет получить фазы с когерентными

границами. Причем эти фазы должны быть эффективными упрочнителями.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ:

- 1) Длительное естественное старение (≥ 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, $\sigma_B=450$ МПа, $\delta=20\%$).
- 2) Искусственное старение на максимальную прочность ($\sigma_{0,2}=292$ МПа, $\sigma_B=409$ МПа, $\delta=16\%$) обеспечивается за счёт смеси гомогенно выделенной θ'' -фазы и небольшого количества θ' -пластин. Перестаривание связано с растворением θ'' и гетерогенным выделением θ' -фазы. Ω_1 -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 $\rho_d \sim 10^{15} \text{ м}^{-2}$. При степенях обжатия $<40\%$ формируется ячеистая структура, а при последующем деформировании сплава образуются микрополосы сдвига в зернах с ориентацией Госсса. При степени обжатия 60% формируются проходящие через несколько зерен полосы сдвига. Предел текучести $\sigma_{0,2}$ увеличивается с 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 зернограницного механизма упрочнения по закону Холла-Петча становится значимым при степенях обжатия $>40\%$, что связано с образованием микрополос сдвига. Пересыщенный твердый раствор обеспечивает формирование высокоэнергетических 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, $\delta=13\%$ 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 $\geq 40\%$ 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 $\varepsilon \sim 1$ обработанного на твёрдый раствор сплава приводит к образованию полос деформации, направленных под углом $26,6^\circ$ к направлению прессования. Такая структура позволяет демонстрировать сплаву: $\sigma_{0,2}=467$ МПа, $\sigma_B=495$ МПа, $\delta=4\%$. При $\varepsilon \sim 2$ в местах пересечения деформационных полос из различных наборов обнаруживаются цепочки из новых субзерен\зёрен с неправильной формой и размером порядка $2 \mu\text{м}$. Как и в случае интенсивной деформации методом прокатки, старение при 190°C после РКУП не приводит к увеличению прочности.

Основное содержание диссертации представлено в следующих работах, опубликованных в научных журналах, входящих в перечень ВАК:

1. **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.
2. **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.
3. **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.
5. **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.
6. **I. Zuiko.** Superplasticity of an AA2519 Aluminum Alloy / I. Zuiko, M. Gazizov, R. Kaibyshev // *Materials Science Forum*. – 2016. – Vols. 838-839. – P. 278-284.
7. **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.
8. **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:

1. 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–Mg для получения изделий с повышенной прочностью и приемлемой пластичностью».