

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

На правах рукописи

Газизов Марат Разифович

ВЛИЯНИЕ ЛИТЬЯ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Al-Cu-Mg-Ag

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель

доктор физико-математических наук,
Кайбышев Рустам Оскарович.

Белгород – 2015

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	11
1.1 Алюминий и его сплавы.....	11
1.2 Классификация алюминиевых сплавов.....	11
1.3 Классификация режимов обработки термоупрочняемых сплавов.....	14
1.4 Механизмы упрочнения.....	15
1.5 Природа Al-Cu-Mg-Ag сплавов.....	19
1.5.1 Структура и морфология Ω -фазы.....	19
1.5.2 Механизм зарождения и роста Ω -фазы.....	21
1.5.3 Последовательность выделения фаз при старении.....	23
1.5.4 Влияние пластической деформации при комнатной температуры на фазовый состав Al-Cu-Mg-Ag сплавов.....	23
1.6 Большая пластическая деформация Al-Cu-Mg-Ag сплавов.....	25
1.6.1 РКУ прессование как метод больших пластических деформаций.....	25
1.6.2 Эволюция микроструктуры термоупрочняемых алюминиевых сплавов в процессе деформации.....	28
1.6.3 Эволюция фазового состава термоупрочняемых алюминиевых сплавов в процессе ИПД.....	29
1.7 Постановка задач исследования.....	31
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	33
2.1 Материал исследования.....	33
2.2 Термомеханическая обработка.....	34
2.2.1 Методика РКУ прессования при повышенных температурах ($T \leq 0,5 T_{пл}$).....	34
2.2.2 Методика ТМО, включающая холодную пластическую деформацию.....	36
2.3 Механические испытания.....	37
2.3.1 Определение микротвердости по Виккерсу.....	37
2.3.2 Испытания на растяжение.....	37
2.3.3 Испытания на сопротивление ползучести при повышенных температурах.....	38
2.4 Методы исследования микроструктуры.....	39
2.4.1 Оптическая металлография.....	39
2.4.2 Электронная микроскопия.....	39
2.4.3 Рентгенографический анализ.....	42
2.4.4 Термический анализ – дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).....	43

ГЛАВА 3. МИКРОСТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ СПЛАВА	
СИСТЕМЫ Al-Cu-Mg-Ag ПОСЛЕ ЛИТЬЯ И ГОМГЕНИЗАЦИИ..... 44	
3.1	Микроструктура сплава после литья 44
3.2	Микроструктура сплава после двухступенчатой гомогенизации 48
3.3	Анализ ДСК..... 54
3.4	Рентгенофазовый анализ 55
3.5	Обобщение полученных результатов 56
3.5	Выводы по главе 60
ГЛАВА 4. ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА	
Al-Cu-Mg-Ag СПЛАВА С МИКРОДОБАВКАМИ СКАНДИЯ,	
ЦИРКОНИЯ И ГЕРМАНИЯ ПОСЛЕ ТМО 61	
4.1	Промежуточная пластическая деформация и последующее старение 61
4.1.1	Влияние степени деформации на микроструктуру 61
4.1.2	Влияние степени деформации на фазовый состав 63
4.1.3	Влияние степени деформации и последующего искусственного старения на фазовый состав 65
4.1.4	Обобщение полученных результатов 73
4.2	Интенсивная пластическая деформация при повышенных температурах..... 74
4.2.1	Исходная микроструктура 74
4.2.2	Деформация при 300°C 77
4.2.3	Деформация при 250°C 95
4.3	Стабильность рекристаллизованной структуры при нагреве до температур закалки 130
4.4	Выводы по главе 131
ГЛАВА 5. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА AL-CU-MG-AG СПЛАВОВ	
ПОСЛЕ ТМО, ВКЛЮЧАЮЩЕЙ БОЛЬШИЕ ПЛАСТИЧЕСКИЕ ДЕФОРМАЦИИ 134	
5.1	Влияние холодной пластической деформации и последующего старения на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплавов..... 134
5.1.1	Эволюция микротвёрдости..... 134
5.1.2	Эволюция параметров прочности и пластичности в ходе статических испытаний на растяжение при комнатной температуре 136
5.2	Влияние деформации при повышенных температурах на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплавов..... 142
5.2.1	Механические свойства при комнатной температуре 142
5.2.2	Эволюция морфологии частиц в процессе РКУ прессования..... 143

5.2.3	Параметры эволюции микроструктуры в процессе РКУ прессования	145
5.2.4	Перерезание пластин Ω -фазы в процессе пластического деформирования состояния №2 сплава при комнатной температуре	145
5.2.5	Расчет вкладов различных механизмов упрочнения сплава после РКУ прессования	146
5.3	Обобщение полученных результатов	155
5.4	Выводы по главе	158
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ.....		159
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ		161
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		163

ВВЕДЕНИЕ

Развитие научно-технического прогресса в авиастроении приводит к ужесточению требований к технологическим и эксплуатационным свойствам термоупрочняемых алюминиевых сплавов [1,2,4,5]. Алюминиевые сплавы системы Al-Cu-Mg-Ag являются перспективными авиационными материалами благодаря сочетанию высоких значений удельной статической прочности и жаропрочности [2,3,4,5]. Эти сплавы после старения на максимальную прочность характеристики жаропрочности существенно превышают аналогичные характеристики сплава AA2618 (AK4-1). Высокая жаропрочность Al-Cu-Mg-Ag сплавов, позволяющая рассматривать возможность их эксплуатации при температурах до 150-175°C [3,4], обусловлена тем, что легирование сплавов системы Al-Cu небольшим количеством магния и серебра (<0,6 масс. %) приводит к выделению при искусственном старении дисперсных пластин Ω -фазы (Al_2Cu , $Fmmm$) [2,3,4], которая является метастабильной модификацией θ -фазы. Гексагональные пластинчатые частицы Ω -фазы имеют когерентные границы, вдоль плоскостей габитуса $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$, и, в зависимости от толщины пластины, когерентные либо полукogerентные межфазные границы по торцам пластин [6]. Когерентность плоских межфазных границ $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$ обеспечивается упорядоченными сегрегациями атомов магния и серебра на второй и первой кристаллографических плоскостях, примыкающих к решетке алюминия, соответственно [6]. Данные структурные особенности обеспечивают высокую термическую стабильность пластин Ω -фазы, что и обуславливает высокую жаропрочность Al-Cu-Mg-Ag сплавов по сравнению со сплавами Al-Cu, где после старения на максимальную жаропрочность происходит преимущественное выделение пластин θ' -фазы (Al_2Cu , $I4/mcm$).

Известно, что повысить механические свойства сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag получают после термомеханической обработки (ТМО) T8XX [1,2,4], где XX – степени холодной деформации, которая проводится между закалкой и старением. ТМО с промежуточной деформацией методом прокатки при комнатной температуре используется при производстве листов обшивки планера. В то же самое время, высокая жаропрочность Al-Cu-Mg-Ag сплавов позволяет рассматривать их применение для производства массивных деталей из полуфабрикатов, получаемых после экструзии и/или горячей штамповки. В открытой литературе на момент постановки данной работы сведения о режимах термомеханической обработки таких полуфабрикатов отсутствовали. Кроме того, в настоящее время разработаны методы пластической деформации, такие как равноканальное угловое (РКУ) прессование, которые позволяют подвергать массивные

заготовки алюминиевых сплавов большим пластическим деформациям без изменений формы и получать в них как нагартованную, так и ультрамелкозернистую структуру. Однако для использования этого метода для повышения свойств термически упрочняемых алюминиевых сплавов необходимо подавления развития процессов возврата и рекристаллизации при нагреве под закалку. Это может быть реализовано за счет дополнительного микролегирования алюминиевых сплавов такими элементами как Sc и Zr, что приводит к выделению в алюминиевой матрице при гомогенизационном отжиге дисперсных когерентных частиц β' -фазы ($\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$) [7,8,9,10,11], которые являются эффективными антирекристаллизаторами, в том случае, если кристаллизация слитка осуществлялась с высокой скоростью. Присутствие в сплаве частиц-антирекристаллизаторов, позволяет проводить деформацию при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$), что способствует более равномерному формированию мелкозернистой структуры, а также подавляют развитие рекристаллизационных процессов при нагреве под закалку. Кроме того, микролегирование Ge может уменьшить размер упрочняющих фаз [17], выделяющихся при старении на максимальную прочность. На момент постановки данной работы, систематические сведения о структуре, фазовом составе и свойствах сплавов Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками скандия, циркония и германия в литературе практически отсутствовали. Информация о структуре и фазовом составе такого сплава после литья, гомогенизации и последующей ТМО, а также их влияние на механические свойства необходима для практического использования данного материала.

Актуальность работы обусловлена тем, что будут получены систематические данные о структуре Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия после литья и влияние на нее гомогенизационного отжига. Результаты по эволюции микроструктуры в процессе пластической деформации с большими степенями и последующего термического воздействия позволят как разработать способ повышения технологической пластичности полуфабрикатов из данного материала, так и установить механизмы, ответственные как за измельчение структуры, так и за последовательность фазовых превращений при больших пластических деформациях и последующем старении. Изучение влияния режимов ТМО на механические свойства материала, структуру и последовательность выделения фаз при старении позволит не только установить режимы этой обработки, которая обеспечит высокую кратковременную прочность в сочетании с удовлетворительной пластичностью, либо высокую долговременную прочность и высокий предел ползучести, но и установит последовательность фазовых превращений при

старении сильнодеформированного сплава системы Al-Cu-Mg-Ag. Также будет обосновано влияние пластической деформации на процессы старения.

Результаты данной работы позволят создать целостную картину изменений в микроструктуре и фазовом составе Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия и циркония как после кристаллизации и последующем гомогенизационном отжиге, так и в процессе пластической деформации методами РКУ прессования при промежуточных температурах, а также холодной прокатки, и последующем старении. Эти данные позволяют управлять структурой и механическими свойствами сплавов данной системы. Фактически в процессе выполнения работы будет получена комплексная картина влияния микролегирования, режимов ТМО на механические свойства материала, что обуславливает актуальность работы с точки зрения промышленного использования Al-Cu-Mg-Ag сплавов в авиастроении.

Цель работы:

установить влияние литья, гомогенизационного отжига и термомеханической обработки с использованием больших пластических деформаций на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия.

Научная новизна:

Установлено, что при литье Al-Cu-Mg-Ag сплава с микролегирующими добавками скандия, циркония и германия при кристаллизации происходит выделение содержащей скандий θ -фазы по границам ячеек; около 60% скандия и весь циркония фиксируются в пересыщенном твердом растворе (ПТР). При гомогенизационном отжиге сплава образуются крупные частицы W-фазы ($Al_{8-x}Cu_{4+x}Sc$) по границам, которые растут за счет растворения содержащей скандий θ -фазы и обеднения по скандию областей твердого раствора, прилегающих к частицам W-фазы. Германий при кристаллизации выделяется в виде частиц фазы Mg_2Ge , которая не растворяется при последующей термообработке.

Показано, что в процессе больших пластических деформаций Al-Cu-Mg-Ag сплаве методом РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) процесс непрерывной динамической рекристаллизации начинается благодаря формированию геометрически необходимых границ (ГНГ). С этим процессом связано формирование α - и β -волокон, тогда как быстрое увеличение среднего угла разориентировки границ, объемной доли рекристаллизованных зерен, плотности ВУГ коррелирует с появлением

неустойчивых ориентаций между устойчивыми компонентами $V_{\theta}/\bar{V}_{\theta}$, что обеспечивает образование γ -волокна.

Установлено, что пластическая деформация методом РКУ прессования Al-Cu-Mg-Ag сплава при повышенных температурах приводит к ускорению распада пересыщенного твердого раствора (ПТР) и к трансформации Ω в θ -фазу по механизму *in situ* превращения. В процессе деформации РКУ прессованием при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) последовательность фазовых превращений имеет вид: ПТР $\rightarrow \Omega \rightarrow \theta + S + \beta(\text{MgAg}) + U(\text{AlMgAg}) + (\text{Ag})$. Такое изменение фазового состава сопровождается уменьшением общей прочности Al-Cu-Mg-Ag сплава в результате снижения вклада дисперсионного механизма упрочнения, несмотря на увеличение вклада зернограничного и деформационного механизмов упрочнений.

Установлено, что высокие механические свойства сплава после обработок Т8ХХ связаны с тем, что деформация при комнатной температуре приводит к растворению кластеров Mg-Ag, что делает невозможным последующее гетерогенное зарождение на них частиц Ω -фазы, и облегчает выделение θ' - и S' (Type I/S1)-фаз на дислокациях. При этом последовательность выделения фаз в процессе старения имеет вид при комнатной температуре: ПТР \rightarrow зоны ГПБ, а при 190°C: ПТР $\rightarrow \Omega + S'' \rightarrow \Omega + S'$ (Type I/S1) + θ' . Обработка Т840 обеспечивает максимальную прочность за счет увеличения дисперсности пластин Ω -фазы, которые выделяются исключительно гомогенно. Образование деформационных полос при прокатке с обжатиями $>40\%$ инициирует формирование зернограничных утолщенных пластин Ω -фазы, что ведет к появлению анизотропии механических свойств.

Показано, что промежуточная пластическая деформация методом прокатки при комнатной температуре приводит к снижению сопротивления ползучести Al-Cu-Mg-Ag сплава при температуре 150°C. Падение пределов ползучести и длительной прочности при данной температуре на базах испытания 100 и 1000 часов достигает 30-35%. Это связано с диспергированием пластин Ω -фазы, что облегчает трансформацию $\Omega \rightarrow \theta$ в процессе ползучести/или продолжительного старения. Наивысшая долговременная прочность и предел ползучести достигаются при обработке Т6 без промежуточной деформации.

Практическая значимость

На основе проведенных исследований микроструктуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия в литом и гомогенизированном состояниях обоснована целесообразность введения Zr в сплавы данной системы и показано, что введение Sc и Ge в эти сплавы нецелесообразно.

Установлены режимы ТМО Al-Cu-Mg-Ag сплава для достижения максимальной прочности на растяжение (обработка T840) или получения максимальных характеристик жаропрочности (обработка T6).

Разработан способ термомеханической обработки, обеспечивающий повышение технологической пластичности объемных полуфабрикатов из Al-Cu-Mg-Ag сплавов, который защищен патентом RU 2534909.

Результаты анализа закономерностей эволюции микроструктуры, фазового состава и механических свойств после ТМО, включающей большие пластические деформации методом холодной прокатки, использованы при выполнении совместного проекта ОАО «УМПО» и ФГБОУ ВПО УГАТУ «Разработка и промышленное освоение координируемых технологий высокоточного формообразования и поверхностного упрочнения ответственных деталей из Al-сплавов с повышенной конструкционной энергоэффективностью», реализуемого по Договору №40/10-30976/НЧ-НЧ-01-13-ХГ при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (договор №02.G25.31.0010 между ОАО «УМПО» и Министерством образования и науки РФ).

Положения, выносимые на защиту

1. Особенности структуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия после литья и гомогенизации.
2. Влияние термомеханических обработок, включающих деформацию методом прокатки с обжатиями до 80% при комнатной температуре, на структуру, фазовый состав и механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава.
3. Закономерности эволюции зеренной структуры, кристаллографической структуры, последовательность фазовых превращений и изменение прочности и пластичности в сплаве системы Al-Cu-Mg-Ag в процессе РКУП при повышенных температурах $T \sim 0,4...0,5T_{пл}$, а также влияние на них предыдущей термической обработки.

Вклад автора

Соискатель активно участвовал в постановке экспериментов, лично проводил эксперименты, микроструктурные исследования, обработку и анализ полученных результатов исследований; принимал активное участие в подготовке и написании научных публикаций. Соавторы публикаций по теме диссертации принимали участие в пробоподготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы были представлены на международной конференции ICAA'12 (г. Йокохама, Япония, 2010 г.); NanoSPD5 (г. Нанкин, Китай, 2011 г.); международной конференции Thermec'2011 (г. Квебек, Канада, 2011 г.); международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» (г. Белгород, Россия, 2011 г.); 54-ой международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (г. Екатеринбург, Россия, 2013 г.); международных конференциях Thermec'2013 (г. Лас-Вегас, США, 2013 г.) и ICAA'14 (г. Тронхейм, Норвегия, 2014 г.).

Публикации

Основное содержание диссертационной работы отражено в 14 работах, из них – 13 статей в изданиях, рекомендованных ВАК, и 1 патент.

Достоверность

Достоверность результатов диссертационной работы обусловлена использованием современного исследовательского оборудования; проведением испытаний в соответствии с действующими ГОСТами; повторяемостью результатов, полученных с помощью различных методов исследования; а также сопоставимостью полученных результатов с литературными данными. Исследование проводилось на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ».

Благодарность

Автор диссертационной работы выражает благодарность главным научным сотрудникам ОАО «ВИЛС» Телешову В.В. и Захарову В.В. за плодотворное обсуждение полученных результатов; директору ЦКП ТО «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» Тагирову Д.В. за практическое содействие в работе и помощь при написании диссертации; начальнику лаборатории УНПЛ «ТОМД» МАТИ Еремееву В.В. и старшему научному сотруднику лаборатории УНПЛ «ТОМД» МАТИ Тарарышкину В.И. за отливку алюминиевого сплава с микродобавками скандия, циркония и германия.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Алюминий и его сплавы

Алюминий (Al) является одним из самых распространенных цветных металлов в мире, и вторым из металлов после железа [1,12]. Алюминий привлекает к себе большое внимание в промышленности, поскольку он обладает рядом положительных свойств. Прежде всего, алюминий является легковесным материалом. Плотность чистого алюминия составляет $2,7 \text{ г/см}^3$, что ~ 3 раза меньше плотности железа ($7,9 \text{ г/см}^3$), и в $\sim 1,7$ раза – титана ($4,5 \text{ г/см}^3$). Это дает потенциал для широкого использования алюминия в промышленности. К тому же, алюминий в изобилии содержится в земной коре в виде боксита, являющимся третьим по распространенности веществом - 8% от массы земной коры, после кислорода и кремния [1,12]. Имеется также много других факторов, повышающих привлекательность алюминия для применения в различных отраслях промышленности: высокая технологичность, высокая электро- и теплопроводность, высокая устойчивость к коррозии и т.д.

Чистый алюминий, на самом деле, является материалом мягким, имеющим низкую прочность, и, по этой причине, ограниченно используется в промышленности. Однако, легирование различными металлами дает возможность получить алюминиевые сплавы, обладающие повышенными прочностными характеристиками, которые существенно расширяют область его применения. Удельные прочностные характеристики (механические свойства, соотнесенные с массой материала) при комнатной и повышенных температурах (жаропрочность) являются решающими для применения большинства материалов в авиастроении и космической промышленности.

1.2 Классификация алюминиевых сплавов

Все алюминиевые сплавы обычно разделяют на деформируемые, из которых изготавливают листы, плиты, профили и другие полуфабрикаты путём горячей или холодной пластической деформации литой заготовки, и литейные, которые предназначены исключительно для фасонного литья. В общем, деформируемые алюминиевые сплавы имеют большую пластичность и прочность чем литейные. По этой причине, около 75-80% из всех промышленных алюминиевых полуфабрикатов являются деформируемыми [1,12]. На данный момент существует около 350 деформируемых

алюминиевых сплавов, каждый из которых обозначается в базе данных Международной ассоциации (Aluminum Association) с использованием четырехзначного цифрового кода, зависящего от содержания легирующих элементов [1]. В таблице 1.1 представлены серии сплавов в базах данных Международной ассоциации. Первая цифра обозначает главный легирующий элемент(ы), а три остальные цифры зависят от состава сплава. Деформируемые алюминиевые сплавы разделяют по способу повышения прочности на термоупрочняемые и термонеупрочняемые. Дополнительно повысить прочность термонеупрочняемых сплавов можно только путем их пластической деформации, тогда как для термоупрочняемых сплавов, повышение прочности происходит в результате воздействия на структуру данных сплавов главным образом температуры (нагрев до преплавильных температур, быстрого охлаждения (заковки) и последующая выдержка при комнатной и повышенных температурах (естественное и искусственное старение, соответственно)).

Таблица 1.1 – Международная классификация деформируемых алюминиевых сплавов

Серия сплава	Основной легирующий элемент	Термоупрочняемый
1XXX	Al (≥ 99.0 масс. %)	-
2XXX	медь (Cu)	да
3XXX	марганец (Mn)	нет
4XXX	кремний (Si)	нет
5XXX	магний (Mg)	нет
6XXX	Mg и Si	да
7XXX	цинк (Zn) и Mg	да
8XXX	остальные	-

Достижение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств алюминиевых сплавов обеспечиваются комбинацией легирования и специфически режимов термомеханической обработки, описанные в главе 1.4. Легирующие элементы выбираются исходя из целесообразности достижения требуемого комплекса свойств и могут быть классифицированы на основные (Таблица 1.1) и дополнительные.

Дополнительное легирование сплавов 2XXX серии такими элементами как титан (Ti), бор (B), марганец (Mn), скандий (Sc), цирконий (Zr), германий (Ge), ванадий (V) и цинк (Zn), которые либо формируют твердый раствор с алюминием, либо выделяются в виде дисперсных частиц в процессе ТМО, приводит также к улучшению механических

свойств [12]. Рассмотрим влияние дополнительного легирования на микроструктуру и прочность термоупрочняемых алюминиевых сплавов более подробно.

Ti и В используются для формирования мелкозернистой структуры в процессе отливки полуфабрикатов [13]. Ti добавленный в алюминиевый сплав, приводит к формированию частиц TiB₂, которые служат местами зарождения зародышей дендритов при кристаллизации. Увеличение количества мест гетерогенного зарождения способствует формированию мелкозернистой недендритной структуры. Данный эффект усиливается при совместном введении Ti и В с использованием лигатур, содержащих 5 масс. % титана и 1 масс. % бора.

Марганец может как находиться в твердом растворе, так и формировать дисперсные частицы, что в обоих случаях приводит к повышению прочности алюминиевых сплавов [12]. Магний улучшает коррозионную стойкость сплава.

Добавка циркония и скандия в алюминиевые сплавы приводят к выделению дисперсных когерентных частиц β'-фазы (Al₃Sc/Al₃(Sc,Zr)). Главное преимущество легирования цирконием и скандием сплавов 2XXX серии заключается в следующем:

1. выделение грубых к частиц β-фазы размером более 1 мкм, которые служат местами гетерогенного зарождения зерен в процессе кристаллизации сплава [14,15,16,17], что приводит к формированию мелкозернистой структуры в литых полуфабрикатах;
2. выделение дисперсных частиц β'-фазы размером менее 50 нм. Эти дисперсные частицы имеют когерентные межфазные границы, и способствуют упрочнению сплава, как и в случае никелевых жаропрочных сплавов [7,8,9,10,11,17,18]. Следует также отметить, что дисперсные частицы стабилизируют зеренную структуру и препятствуют рекристаллизации деформированных алюминиевых сплавов.

Одновременное проявление этих эффектов на микроструктуру и свойства алюминиевых сплавов невозможно, поскольку, в процессе кристаллизации в первом случае необходимо обеспечить выделение первичных частиц β'-фазы [15,16], тогда как во втором – зафиксировать скандий и цирконий в твердом растворе. Формирование первичных частиц уменьшает степень насыщения твердого раствора, что отражается на объемной доле частиц β'-фазы [11]. Также имеет место использование небольших добавок скандия для легирования алюминиевых сплавов 2XXX серии из-за формирования в процессе термомеханической обработки W-фазы, которая стехиометрический состав близкий к Al_{8-x}Cu_{4+x}Sc (0 ≤ x ≤ 2,2) [10,17,19,20]. Формирование грубых частиц W-фазы вместо частиц β'-

фазы в сплавах 2XXX серии, уменьшает позитивный эффект добавки скандия на механические свойства полуфабрикатов [17].

Добавка незначительного количества германия в Al-Cu-Mg сплавы (2XXX серии) приводит к увеличению дисперсности частиц основной фазы-упрочнителя (Al_2Cu) после обработки на твердый раствор и старения [12]. Германий может оказывать аналогичное влияние на дисперсность частиц в Al-Cu-Mg-Ag сплавах, чем будет способствовать повышению прочности полуфабрикатов из данных сплавов

1.3 Классификация режимов обработки термоупрочняемых сплавов

Различные режимы термомеханической обработки (ТМО) сплава направлены для достижения требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойства алюминиевых сплавов. По международной классификации, обработка «F» термоупрочняемых алюминиевых сплавов применяется для указания механических свойств, полученных в состоянии поставки. Данное состояние часто встречается на экструдированных или кованых полуфабрикатах. Индекс «O» свидетельствует, что полуфабрикат поставляется в отожженном состоянии. В заключение, для режима ТМО полуфабрикатов, которые специально обрабатываются для получения требуемых физических свойств, применяется цифробуквенный код «ТХХХ», где Х – цифры (3-10), указывающие промежуточные технологические операции. Принятых обозначения обработок типа «ТХХХ» по международной классификации представлены в таблице 1.2. Как видно, упрочнение алюминия и алюминиевых сплавов вследствие холодной деформации широко используется на практике (Т651, Т8ХХ, Т9ХХ, Т10ХХ.). Наиболее просто регламентированную степень деформации, и, следовательно, вполне определенное сочетание прочности и пластичности можно получить при производстве листов. Такие листы называются нагартованными или полунагартованными в зависимости от степени холодной деформации и значений полученных механических свойств [12].

Алюминиевый сплав системы Al-Cu-Mg-Ag с высоким отношением содержания Cu/Mg, такой как AA2139, обладает существенно более высоким пределом текучести и пределом прочности с высоким уровнем пластичности после обработки, включающей нагартовку между технологическими операциями закалки и старения на максимальную прочность [5,21], т.е. обработки Т8ХХ [1,4,5]. Обработки Т8ХХ, включающие промежуточную пластическую деформацию, оказывают существенное влияние на фазовый состав и микроструктуру термоупрочняемых алюминиевых сплавов, чем обуславливают изменение механических свойств.

Таблица 1.2 – Обозначения режимов ТМО термоупрочняемых алюминиевых сплавов

Обозначение	Режим ТМО
T3	Закалка и последующая холодная деформация (нагартовка)
T4	Закалка и последующее естественное старение
T5	Только искусственное старение
T6	Закалка и последующее искусственное старение
T651	Закалка, правка растяжением и последующее искусственное старение
T7	Закалка и последующая стабилизация
T8	Закалка, нагартовка и последующее искусственное старение
T9	Закалка, искусственное старение и последующая нагартовка
T10	Искусственное старение и последующая нагартовка

1.4 Механизмы упрочнения

Все механизмы упрочнения основаны на способности различных дефектов в объеме металлического материала затруднять скольжение и переползание дислокаций. На повышение прочности оказывают влияние несколько факторов. Большинство алюминиевых сплавов являются поликристаллическими, которые содержат большое количество зерен, имеющих различную ориентацию. Границы зерен описываются как плоские дефекты, приводящие к повышению прочности сплава. Дислокации классифицируются как линейные дефекты, вакансии и атомы легирующих элементов в твердом растворе – как точечные, взаимодействие которых с подвижными дислокациями также приводит к повышению прочности металлических материалов. Дисперсные частицы различных фаз, выделяющиеся в термоупрочняемых сплавах после обработки на твердый раствор, закалки и старения, инициируют дисперсионный вклад в прочность материала.

Зернограничное упрочнение - взаимодействие дислокаций с границами зерен. Границы зерен приводят к дополнительному повышению прочности в результате перераспределения дислокаций, накопленных во время их движения от зерна к зерну при пластической деформации сплава, и формирования новых границ деформационного происхождения. Данный процесс сопровождается уменьшением размера зерна сплава. Повышение прочности с уменьшением размера определяется соотношением Холла-Петча [1,22,23,24,25,26,27,28]:

$$\Delta\sigma_{ГЗ} = K \times d^{-m} \quad (1.1)$$

где K – константа, зависящая от типа границ зерен [23,24,27,28], d – средний размер структурных элементов (кристаллитов), показатель степени $m = 1/2$. Физический смысл константы K заключается в том, что она характеризует трудность передачи скольжения дислокаций через границу в связи с различием ориентации кристаллических решеток кристаллитов [29,30]. Границ зерен по углу разориентировки (θ) классифицируются на два типа: малоугловые (МУГ) с $\theta \leq 15^\circ$ и большеугловые (ВУГ) с $\theta > 15^\circ$ [29,31]. Величина коэффициента K в для ВУГ границ варьируется в интервале от 0,04 до 0,15 Мпа \times м^{0,5} ($K_{ВУГ}$), тогда как для МУГ ($K_{МУГ}$) составляет от 1/5 до 1/2 от $K_{ВУГ}$ [22,23]. При формировании смешанной структуры различных типов границ, вклад зернограницного упрочнения по соотношению Холла-Петча в сплаве может быть оценен с помощью модифицированного уравнения [27]:

$$\Delta\sigma_{ГЗ} = [K_{МУГ}\sqrt{(1 - f_{ВУГ})} + K_{ВУГ}\sqrt{f_{ВУГ}}] \times d^{-m} \quad (1.2)$$

где $f_{ВУГ}$ – доля высокоугловых границ. Влияние размера зерен на прочность достаточно широко исследовано во многих материалах.

Дислокационное упрочнение. Пластическая деформация металлических материалов сопровождается образованием новых дислокаций, их определенным распределением, и увеличением плотности в теле исходных зерен. Возникающий при этом дополнительный вклад в прочность сплава определяется по формуле [23,24,25,27,32,33]:

$$\Delta\sigma_d = M\alpha Gb\sqrt{\rho_d} \quad (1.3)$$

где M – фактор Тейлора ($M=3,06$), α – постоянная, G – модуль сдвига материала, b – модуль вектора Бюргера дислокации, ρ_d – плотность дислокаций в теле зерен.

Механизмы упрочнения, такие как зернограницное и дислокационное, характерны для чистого алюминия и его сплавов преимущественно после больших степеней пластической деформации, которые можно инициировать после равноканального углового (РКУ) прессования и/или прокаткой при комнатной и повышенных температурах [34,35,36,37,38,39].

Взаимодействие вакансий, атомов легирующих элементов в твердом растворе с дислокациями – твердорастворное упрочнение. Вакансии и атомы легирующих элементов приводят к смещению атомов матрицы из равновесных положений в кристаллической решетке [40]. Эти смещения приводят к появлению вокруг точечных дефектов локальных искажений кристаллической решетки и связанными с ними полей упругих напряжений, которые затрудняют скольжение и переползание дислокаций. Твердорастворное упрочнение обусловлено разницей диаметров атомов матрицы и легирующих элементов.

В общем случае, при расчете твердорастворного упрочнения сплавов используют формулу [41,42]:

$$\Delta\sigma_{\text{ТР}} = \sum_i H_i C_i^m \quad (1.4)$$

где C_i – концентрация легирующего i -го компонента, равномерно распределенного в матрице, H_i – константа для i -го компонента, m – коэффициент. Коэффициент m может изменяться в интервале 0,5-0,75 [41]. Пластическая деформация приводит к уменьшению m в уравнении (1.4) с нарушением равномерного распределения легирующих элементов в матрице и возможным образованием сегрегаций атомов на инициированных деформацией дислокациях и границах зерен, что было экспериментально показано на сплаве АА6061, подвергнутого кручению под высоким давлением при комнатной температуре [43] или РКУ прессованию при 110°С [44]. Формирование сегрегаций в сплаве после пластической деформации происходит в результате:

1. Повышение плотности дислокаций и концентрации вакансий, приводящих к значительному ускорению диффузии растворенных атомов;
2. Неравновесной структурой инициированных деформацией границ зерен, обладающих высокой энергией и, как следствие, действующих как стоки для атомов легирующих элементов.

Отличие сегрегаций легирующих элементов сплава в мелко- и крупнозернистых состояниях также связано с различной величиной объемной долей границ зерен.

Взаимодействие частиц с дислокациями – дисперсионное упрочнение. Для термоупрочняемых алюминиевых сплавов дисперсионное упрочнение играет главную роль в повышении прочности сплава после старения. Механизм взаимодействия подвижных дислокаций с частицам зависит от типа последних, который характеризуются понятиями «жесткое» и «мягкое» препятствие, что означает следующее:

1. «жесткие» препятствия – это препятствия, которые не деформируются под воздействием дислокаций, а вызывают изгибание и образование вокруг частиц замкнутой дислокационной петли Орована в плоскости скольжения. Предполагается, что недеформируемые частицы, сферической формы и равномерно распределенные в плоскости скольжения матрицы, обеспечивают вклад в критические сдвиговые напряжения (КСН) [45], которое выражается в виде [46]:

$$\Delta\tau = \left\{ \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \right\} \left\{ \frac{1}{\lambda} \right\} \left\{ \ln \frac{\pi d_t}{4r_0} \right\} \quad (1.5)$$

где G – модуль сдвига матрицы, b – вектор Бюргера, ν – коэффициент Пуансона, d_t – диаметр частиц, r_0 – радиус ядра дислокации, и λ – эффективное

расстояние между частиц в плоскости скольжения, которое вычисляется по формуле:

$$\lambda = \left(C \sqrt{\frac{\pi}{6f}} - \frac{\pi}{4} \right) d_t \quad (1.6)$$

где константа C равна 1, 1,075 и 1,23 для квадратного, треугольного и случайного распределения частиц в матрице. Критически напряжения сдвига (τ_i) связаны с напряжениями, возникающими в поликристаллическом материале при растяжении или сжатии, как [45,46]:

$$\sigma_i = M \times \Delta\tau_i \quad (1.7)$$

где M – фактор Тейлора.

2. «мягкие» препятствия – это препятствия, которые деформируются (перерезаются) под воздействием дислокаций. Деформируемые частицы могут препятствовать движению дислокаций посредством различных механизмов взаимодействия дислокация-частица, в том числе описываемых как упрочнение за счет: (1) формирования новой межфазной границы (interfacial (chemical) strengthening), (2) когерентных напряжений (coherency strengthening), (3) формирования дефекта упаковки (stacking-fault strengthening), (4) различия модулей упругости частицы и матрицы (modulus strengthening), (5) наличия упорядоченной кристаллической структуры частиц (order strengthening) и др. Для каждого из предложенных механизмов упрочнения, вклад в КСН от деформируемых частиц в сплаве может быть представлен в общем виде [47]:

$$\Delta\tau = \left(\frac{2}{b\sqrt{\Gamma}} \right) \left(\frac{1}{\lambda} \right) \left(\frac{F}{2} \right)^{3/2} \quad (1.8)$$

где b – вектора Бюргерса, Γ – сила линейного натяжения дислокации в матрице, λ – среднее расстояние между центрами частиц в плоскости скольжения дислокации, F – сила сопротивления частиц деформированию.

На практике в объеме материала встречаются различные формы, размеры, ориентации и распределение частиц, оценка вклада упрочнения от которых в КСН является нетривиальной задачей [46,48,].

Суперпозиция механизмов упрочнения. Прочность металлов и сплавов определяется несколькими механизмами упрочнения, при совместном действии которых возникает проблема их суперпозиции. В некоторых случаях имеет место линейная аддитивность, т.е. вклады отдельных механизмов в общее упрочнение суммируются [49, 50,51]:

$$\sigma_{0,2} = \sum_{i=1}^n \sigma_i \quad (1.9)$$

где $\sigma_{0,2}$ – предел текучести материала, n – число вкладов (σ_i) от действующих механизмов упрочнения. Однако, на практике также часто применяются степенные законы суммирования [], которые могут быть представлены в общем виде:

$$\sigma_{0,2} = (\sum_{i=1}^n \sigma_i^m)^{1/m} \quad (1.10)$$

где m изменяется в интервале от 1 до 2 [51]. Уравнение 1.10 при $m = 1$ принимает вид линейной аддитивности (уравнение 1.9). Выбор закона суммирования определяется типом препятствий, их плотностью, механизмом взаимодействия дислокация-препятствие и величиной вклада отдельного механизма в общую прочность материала [51].

1.5 Природа Al-Cu-Mg-Ag сплавов

Термоупрочняемые алюминиевые сплавы, принадлежащие системе Al-Cu-Mg-Ag, используются в авиастроении из-за их привлекательной комбинации высокой прочности, хорошей вязкости разрушения и сопротивления ползучести, связанных с эффективным дисперсионным упрочнением за счет выделения Ω -фазы [1,3,5,6,46,52,53,54,55,56].

1.5.1 Структура и морфология Ω -фазы

В работах [57,58] впервые было отмечено равномерное выделение вдоль плоскостей $\{111\}_\alpha$ тонких гексагональных пластин новой фазы, обозначенной как θ'_M , и исчезновение пластин тетрагональной θ' -фазы, вдоль $\{100\}_\alpha$, в сплаве Al-2,5Cu-0,5Mg-0,5Ag (в масс. %) после старения. θ'_M -фаза, описанная в работах [57,58], имеет аналогичный стехиометрический состав и параметры кристаллической структуры как и термодинамически равновесна θ -фаза (Al_2Cu) [4,52,6,46,53,59,60,61,62]. Авторы [63] наблюдали пластины, обозначенные как Ω -фаза, однако во многих отношениях аналогичные θ'_M . Предложенные атомные структуры для θ'_M -фазы представлены в таблице 1.3. Ω -фаза может иметь моноклинную [57,58], гексагональную [64], орторомбическую [65] и тетрагональную сингонию кристаллической решетки. Все предложенные структуры для Ω -фазы имеют близкие значения параметров a и b , но различные c . Моделирование картин дифракции от предлагаемых структур Ω -фазы показало, что все они дают аналогичное распределение рефлексов. Данный факт свидетельствует о том, что все структуры относятся к одной фазе, возможно незначительно отличающихся друг от друга положениями атомов в элементарной ячейке.

Некоторыми авторами было показано наличие сходства между Ω и θ -фазами. Например, в работе [57] отмечено, что формирование Ω -фазы (θ'_M) может происходить в результате незначительных смещений атомов в равновесной θ -фазе. В работе Garg и Howe [66], точечная группа Ω -фазы (θ'_M), определенная методом сходящегося пучка, соответствует $I4/mmm$, которая также характерна точечной группе θ -фазы. Garg и Howe предположили, что кристаллическая структура Ω -фазы является искаженной формой θ -фазы, т.е. параметр c увеличивается на 1,76% для достижения идеального атомного соответствия в плоскости $\{111\}_\alpha$. Следует также отметить, что ориентационное соответствие кристаллических решеток частицы Ω -фазы и матрицы согласуется с одним из 22 вариантов ориентационных соотношений тетрагональной θ -фазы [65] (так называемых ориентационных соотношений «Vaughan II» [67]).

Таблица 1.3 – Параметры кристаллической структуры, предложенной в литературе для Ω -фазы

Фаза	Стехиометрический состав	Кристаллическая решетка	Параметры кристаллической решетки	Ориентационное соотношение между кристаллическими решетками частицы и матрицы	Ссылка на источник
θ'_M	Al_2Cu	моноклинная, $P112/m$	$a = b = 0,496,$ $c = 0,848,$ $\gamma = 120^\circ$	$[\bar{1}\bar{1}20]_{\theta'_M}/[\bar{1}\bar{1}2]_{Al},$ $[1\bar{1}00]_{\theta'_M}/[1\bar{1}0]_{Al},$ $[0001]_{\theta'_M}/[111]_{Al},$	[58]
Ω	Al_2Cu	орторомбическая, $Fmmm$	$a = 0,496,$ $b = 0,859,$ $c = 0,848$	$[100]_\Omega/[\bar{1}\bar{1}2]_{Al},$ $[010]_\Omega/[1\bar{1}0]_{Al},$ $[001]_\Omega/[111]_{Al},$	[65]
θ	Al_2Cu	тетрагональная, $I4/mcm$	$a = 0,6066,$ $c = 0,4874$	$[001]_\theta/[\bar{1}\bar{1}2]_{Al},$ $[110]_\theta/[1\bar{1}0]_{Al},$ $[\bar{1}\bar{1}0]_\theta/[111]_{Al},$	[67]
Ω	Al_2Cu	гексагональная	$a = 0,496,$ $c = 0,701$	$[\bar{1}\bar{1}20]_\Omega/[\bar{1}\bar{1}2]_{Al},$ $[1\bar{1}00]_\Omega/[1\bar{1}0]_{Al},$ $[0001]_\Omega/[111]_{Al},$	[64]

В работах [52,53] было показано, что на плоской межфазной границе Ω -фазы в направлении нормальном к плоской поверхности имеет место замещение всех атомов алюминия в первом и втором слоях атомами серебра или магния, соответственно, приводит к уменьшению степени несоответствия между кристаллическими решетками частицы и матрицы, и, следовательно, понижает энергию этой межфазной границы $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$. Соответственно, сегрегации серебра и магния обеспечивают высокую степень когерентности с матрицей, вдоль плоских межфазных границ пластин Ω -фазы. Однако, на торцевых межфазных границах, вокруг пластин, сегрегации магния и серебра не обнаруживаются. Тип структура боковой межфазной границы зависит от толщины пластины (h): при h менее ~ 1 нм граница имеют когерентную структуру, тогда как при величине h более 1 нм наблюдается образование на данной границе дислокаций несоответствия с вектором Бюргерса $b = 1/3 \langle 111 \rangle_{\alpha}$ [6] и, следовательно, трансформация когерентной структуры межфазной границы в полукогерентную [6].

Следует отметить, что кроме частиц S-фазы (Al_2CuMg , $Cmcm$), выделяющихся в сплаве AA2124 (сплав системы Al-Cu-Mg), в работах [68,69] были обнаружены дифракционные рефлексы аналогичные Ω -фазе в положении $1/3$ и $2/3 \{220\}_{\alpha}$. Однако, авторы предположили, что эти рефлексы принадлежат неизвестной X-фазе, которая имеет орторомбическую кристаллическую структуру ($Cmcm$) с параметрами $a = 0,492$ нм, $b = 0,852$ нм и $c = 0,701$ нм. Расположение атомов в предложенной структуре является маловероятным, поскольку расстояние между соседними атомами магния равно 0,246 нм, тогда как диаметр атома магния – 0,320 нм. Возможное объяснение данного несоответствия является то, что обнаруженные рефлексы вызваны присутствием Ω -фазы в Al-Cu-Mg сплаве (без Ag).

1.5.2 Механизм зарождения и роста Ω -фазы.

Основываясь на результатах анализа ПЭМ, в работе [70] при 190°C была обнаружена метастабильная фаза, обозначенная как Ω' , имеющая гексагональную кристаллическую структуру (пространственная группа $P6_3/mmc$) с параметрами $a = 0,507$ нм и $c = 0,692$ нм. Однако, выделение Ω' -фазы не было подтверждено другими исследователями. Например, в работе [54] была исключена возможность существования такой метастабильной фазы на основании результатов, полученных с помощью высокоразрешающего ПЭМ. Незначительная добавка магния и серебра в сплавы Al-Cu/Al-Cu-Mg может изменить последовательность выделения фаз с θ/S на Ω . В работе [71] предложено, что магний и

серебро формируют фазу, которая имеет стехиометрический состав Mg_3Ag и возможно гексагональную структуру с параметрами $a = 0,487$ нм и $c = 0,777$ нм. Данная фаза выступает в роли зародыша для Ω -фазы. Однако, рентгенофазовый анализ сплавов систем Al-Ag-Mg не показал присутствие изолированных частиц Mg_3Ag даже при высоких соотношения содержания магния к серебру (Mg/Ag), вместо которых были идентифицировано соединение MgAg (структура типа B2, $a = 0,330$ нм) [72]. Более того, в работе [73] теоретическая оценка свободных энергий Гиббса нескольких интерметаллидных фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплавах показала, что соединение Mg_3Ag не может существовать при условии выделения Ω -фазы. Методами зондовой микроскопии (APFIM и 3DAP) также доказано выделение кластеров Ag-Mg, нежели фазы Mg_3Ag , в Al-Cu-Mg-Ag сплавах на ранних этапах старения после закалки [54,56]. Впоследствии, атомы меди диффундируют в кластеры, что приводит к их утолщению. При этом атомы серебра и магния остаются на плоских поверхностях частиц Ω -фазы. Таким образом, обобщенные литературные данные показывают, что добавка незначительного количества магния в Al-Cu сплавы является необходимым условием для выделения Ω -фазы, а серебро стимулирует (усиливает) данное выделение.

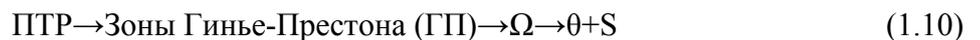
Последующее длительное старение показало, что зарождение выступа (ступеньки) на плоской поверхности является контролирующим процессом утолщения пластин в термоупрочняемых алюминиевых сплавах [56]. В работе [56], методами зондовой микроскопии было доказано формирование выступа (ступеньки) на плоских межфазных граница пластин Ω -фазы в сплаве Al-1,9Cu-0,3Mg-0,2Ag (содержание в ат. %) в процессе старения при 180°C в течение 10 ч. На данных плоских межфазных границах $(001)_\Omega // (111)_\alpha$ Ω -фазы также обнаружены моноатомных слои серебра и магния, тогда как эти слои не обнаруживаются в теле частиц и на торцевых межфазных границах. Данные результаты были подтверждены также в работах [74,75,76,77,78,79,80]. Миграция выступа (ступеньки) сопровождается одновременным потоком атомов меди из прилегающего твердого раствора к данному выступу и перемещением атомов магния и серебра от исходного положения плоской межфазной границы пластины Ω -фазы к фронту мигрирующего выступа, приводящего к утолщению [6]. На рисунке 1.1 представлена схема данного процесса.



Рисунок 1.1 – Схема распределения магния и серебра при миграции выступа(ступеньки) вдоль плоской межфазной границы $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$

1.5.3 Последовательность выделения фаз при старении.

Последовательность выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплавах при продолжительном старении может быть представлена следующим образом [6,54,55,59]:



где ПТР – пересыщенный твердый раствор легирующих элементов, распад которого приводит к выделению различных фаз (Ω -, θ -, S-фазы). На начальных этапах старения Al-Cu-Mg-Ag сплавов атомы серебра, взаимодействуя с атомами магния и выступая в роли эффективных «ловушек» для последних, приводят к образованию скоплений [54,56,59,60]. Эти скопления в сочетании с атомами меди образуют плоские скопления – зоны ГП, ориентированные вдоль плоскостей $\{111\}_{\alpha}$, которые далее трансформируются в Ω -фазу [59]. На этапе перестаривания, на котором происходит снижение твердости сплава после длительной выдержки при повышенной температуре, Ω -фаза замещается θ -фазой в соответствие со схемой Гиббса-Томсона, главным образом за счет медленного обособленного зарождения и роста θ -фазы при статическом старении [61] или *in situ* превращения $\Omega \rightarrow \theta$ в процессе пластической деформации при повышенных температурах (250-300°C) [55]. Большинство частиц θ -фазы зарождаются гомогенно в теле зерен или гетерогенно на мало- и высокоугловых границах. Гетерогенное зарождение на дислокациях частиц S-фазы и незначительного количества θ -фазы также наблюдается после длительных выдержек при повышенных температурах [55].

1.5.4 Влияние пластической деформации при комнатной температуры на фазовый состав Al-Cu-Mg-Ag сплавов

Алюминиевый сплав системы Al-Cu-Mg-Ag, такой как AA2139, обладает существенно более высоким пределом текучести и пределом прочности с высоким уровнем пластичности после обработки, включающей нагартовку между технологическими операциями закалки и старения на максимальную прочность [5,21], т.е. обработки Т8 [1,4,5]. В процессе обработки Т8, нагартовка приводит к высокой плотности дислокаций и значительному повышению плотности выделения частиц θ' -фазы, которые формируются на дислокациях в виде четырехугольные или восьмиугольные пластины параллельные плоскостям $\{100\}_\alpha$, за счет уменьшения доли Ω -фазы [40,62,81]. Одновременно, проход дислокаций через матрицу при пластической деформации перед старением нарушают процесс образования кластеров из атомов серебра и магния из-за изменением локальной концентрации вакансий [4,62,81]. Как результат, последовательность выделения фаз в деформированных образцах Al-Cu-Mg-Ag сплава может быть представлена в виде [62]:



В процессе обработки Т8ХХ, имеют место конкурирующие процессы выделения Ω -фазы вдоль габитусных плоскостей $\{111\}_\alpha$ в объеме материала и θ' -фазы на дислокациях вдоль плоскостей $\{100\}_\alpha$. Нагартовка перед старением повышает дисперсность частиц Ω -фазы с сохранением коэффициента формы пластин и обеспечивает равномерное зарождение θ' -фазы в матрице [15]. В работе [1] было показано, что Ω -фаза, выделяющаяся вдоль плоскостей $\{111\}_\alpha$, является более эффективным упрочнителем, чем θ' -фаза вдоль $\{100\}_\alpha$ [46]. Однако, недавно было предположено, что пластины выделяющиеся вдоль плоскостей $\{111\}_\alpha$ являются относительно неэффективными барьерами для движения дислокаций в ГЦК металле и могут даже иметь меньший упрочняющий эффект, чем дисперсионное упрочнение от пластин θ' -фазы [82]. В общем, влияние обработки Т8ХХ на последовательность выделения фаз и механические свойства сильно зависит от системы алюминиевого сплава и степени промежуточной деформации [81,83,83,84,85].

1.6 Большая пластическая деформация Al-Cu-Mg-Ag сплавов

1.6.1 РКУ прессование как метод больших пластических деформаций

Для получения больших степеней деформации были разработаны методы больших (интенсивных) пластических деформаций, позволяющих получать мелкозернистую структуру в объемных металлических материалах при относительно низких температурах в условиях высоких приложенных давлений [34,86]. Можно сформулировать несколько требований к методам ИПД, которые следует учитывать при получении мелкозернистых структур в объемных заготовках, для повышения прочностных свойств. Во-первых, необходимо получение мелкозернистых структур, имеющих преимущественно большие углы разориентировки границ зерен; во-вторых - формирование равномерной рекристаллизованной структуры по всему объему образца, что уменьшит степень анизотропии механических свойств, полученных полуфабрикатов; в-третьих - отсутствие механических дефектов и признаков разрушения заготовок при низких температурах и больших степенях пластической деформации, что невозможно реализовать при обычных методах обработки металлов давлением. Это привело к тому, что были разработаны новые методы, использующие специальные механические схемы деформирования. Данные методы имеют уникальные особенности – большие пластические деформации достигаются без некоторого значительного изменения размеров рабочей части образцов; сохраняется исходная форма образцов за счет использования специальной геометрии инструмента, которая предотвращает свободное течение материала и, таким образом, обеспечивает создание значительных гидростатических давлений (ГД) в области деформирования. Присутствие ГД является необходимым условием для достижения значительных пластических деформаций и введения высокой плотности дефектов кристаллической решетки необходимых для формирования мелкозернистой структуры в металлах и сплавах. В настоящее время наиболее распространенными методами ИПД являются: кручение под высоким давлением, многократная прокатка, всесторонняя ковка и равноканальное угловое (РКУ) прессование. Однако, РКУ прессование является относительно простым способом, который позволяет пластически деформировать материал до больших степеней, для получения мелкозернистой структуры в объемных полуфабрикатах, таких как плиты, прутки и т.д. Рассмотрим этот метод ИПД более подробно.

Метод РКУ прессования, реализующий деформацию массивных образцов простым сдвигом, был разработан В.М. Сегалом с соавторами в 70-х гг. для того, чтобы подвергать

материалы пластической деформациям без изменения поперечного сечения образцов, что создает возможность для их повторного деформирования [87,88]. При реализации РКУ прессования заготовка неоднократно продавливается в специальной оснастке (матрице, штампе) через два пересекающихся канала с поперечным сечением одинаковой формы и размера (рисунок 1.2). Данная операция приводит к деформации сдвига в зоне пересечения каналов. При N-кратном повторении операции РКУ прессования, общая степень деформации вычисляется по формуле [89]:

$$\varepsilon_{\Sigma} = N \times \varepsilon_i \quad (1.12)$$

$$\varepsilon_i = \frac{2}{\sqrt{3}} \times \left[\operatorname{ctg} \left(\frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \Psi \times \operatorname{ctg} \left(\frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (1.13)$$

где, φ – угол пересечения каналов, Ψ – внешний угол (рисунок 1.1).

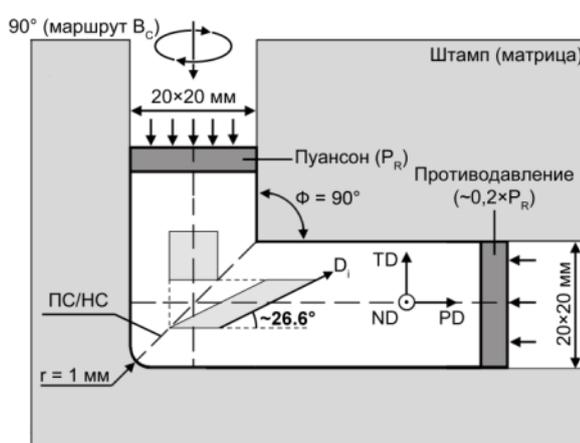


Рисунок 1.2 – Схема РКУ прессования [90].

В процессе РКУ прессования весьма важными являются ориентация, число проходов через каналы и маршруты деформации заготовки. В работах [34,86,88,91,92] были рассмотрены различные маршруты прессования:

- маршрут А. Ориентация заготовки остается неизменной при каждом проходе (рисунок 1.3);
- маршрут В. После каждого прохода заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол 90° ;
 - маршрут В_А. Поворот заготовки попеременно в разных направлениях ($\pm 90^\circ$). Данный маршрут не получил широкого распространения;
 - маршрут В_С. Поворот заготовки в одном направлении ($+90^\circ$);
- маршрут С. После каждого прохода заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол 180° .

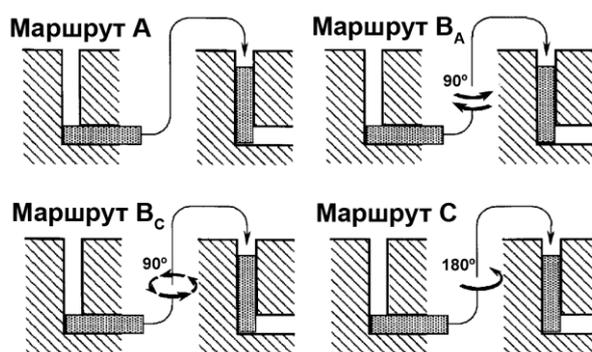


Рисунок 1.3 – Маршруты РКУ прессования

В работе [34,93] было показано, что данные маршруты отличаются ориентацией плоскостей сдвига при повторных проходах заготовки через канал оснастки РКУ прессования (рисунок 1.4).

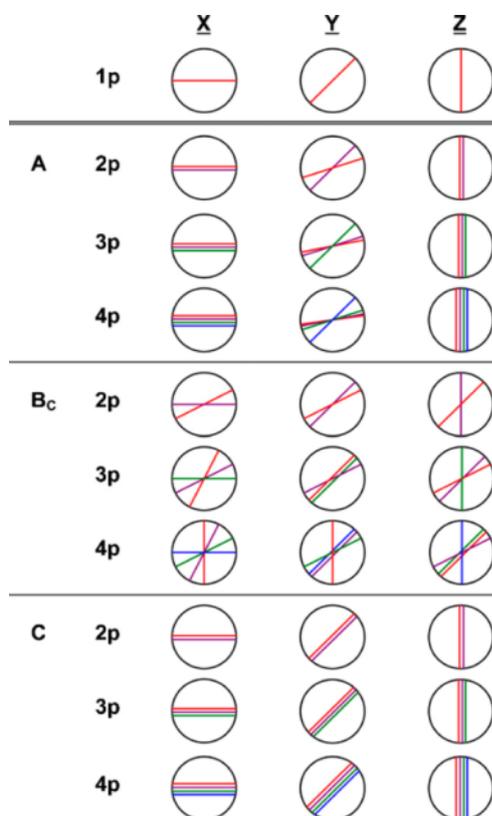


Рисунок 1.4 – Изменение направления сдвига в ортогональных плоскостях X, Y и Z при использовании маршрутов A, B_C и C РКУ прессования [93]

Таким образом, РКУ прессования позволяет деформировать заготовки с большими степенями за одну операцию без изменения исходного поперечного сечения образцов. Также существует возможность создания непрерывных процессов, аналогичных РКУП-«конформ» [94] и представляющих существенный технологический интерес для формирования мелкозернистой структуры в алюминии и алюминиевых сплавах [92,93,95]. В этой связи рассмотрим факторы и процессы, влияющие на формирование

мелкозернистой структуры в алюминиевых сплавах в процессе ИПД методом РКУ прессования.

1.6.2 Эволюция микроструктуры термоупрочняемых алюминиевых сплавов в процессе деформации

Равноканальное угловое (РКУ) прессование является заманчивым методом для получения мелкозернистых структур в алюминиевых сплавах из-за возможности введения больших степеней деформации и низкой скорости формирования рекристаллизованных зерен в термоупрочняемых алюминиевых сплавах [34,96]. Технологически более выгодно создание однородных мелкозернистых структур с высокоугловыми границами в объемных заготовках без механических дефектов и признаков разрушения с использованием меньшего количества повторений РКУ прессования. Термоупрочняемые алюминиевые сплавы содержат в структуре частицы различных фаз, морфология которых зависит от режимов предварительной термомеханической обработки. Выбор оптимальной дисперсности и плотности выделения частиц в данных сплавах может ускорить скорость формирования мелкозернистой структуры во время РКУ прессования в результате их влияния на процессы рекристаллизации [31,97,98,99,100,]. Формирование мелкозернистой структуры происходит интенсивнее в алюминиевых сплавах, содержащих грубые недеформируемые частицы термодинамически равновесных фаз с некогерентными межфазными границами [97]. Скорость процесса рекристаллизации значительно снижается при наличии дисперсных деформируемых частиц метастабильных фаз с когерентными межфазными границами [97,100].

Формирование мелкозернистой структуры в металлах и сплавах в процессе интенсивной пластической деформации в низкотемпературной области ($T \leq 0,5T_{пл}$) является результатом развития непрерывной динамической рекристаллизации (НДР), которая характеризуется стадийностью эволюции микроструктуры, проявляющейся в изменении поведения таких параметров как доля рекристаллизованных зерен, плотность МУГ и ВУГ, средний угол разориентировки границ с увеличением степени деформации. В процессе пластической деформации после формирования равномерной объемной сетки из МУГ (стадия I) происходит трансформация данных границ в ВУГ (стадия II) [96]. На стадии I, МУГ могут быть классифицированы на геометрически необходимые границы (ГНГ) и случайные дислокационные границы (СДГ) [96,98,101,102,103,104]. ГНГ границы формируются в структуре, чтобы обеспечить соответствие объемов материала поворотом кристаллической решетки при деформации, тогда как формирование СДГ носит

случайный характер в результате стока и перестройки накопленных дислокаций в низкоэнергетические структуры (МУГ) [96,103].

Равномерная объемная сетка из МУГ на стадии I развивается в результате пересечения ГНГ, появляющихся в некомпланарных плоскостях скольжения [101,102] или переползания дислокаций [96,98,105]. Далее, на стадии II, эти границы постепенно трансформируются в ВУГ с относительно высокой скоростью в результате появления дислокационного скольжения в отдельных областях [96,101,102,103,104]. Дисперсность частиц различных фаз и легирование оказывает влияние как на процесс формирования ГНГ при малых деформациях РКУ прессования, так и на процесс трансформации МУГ в ВУГ при больших деформациях. На данный момент, количество работ, рассматривающих влияние дисперсности частиц различных фаз в термоупрочняемых алюминиевых сплавах на развитие механизма НДР, незначительно. Анализ эволюции микроструктуры в процессе пластической деформации требует более детального рассмотрения для оптимизации технологических режимов термомеханической обработки, включающих большие пластические деформации.

1.6.3 Эволюция фазового состава термоупрочняемых алюминиевых сплавов в процессе ИПД

РКУ прессование имеет относительно сложное для понимания влияние на морфологию и структуру фаз в алюминиевых сплавах, которое сильно зависит от исходного состояния алюминиевого сплава и температуры деформации [34,97,106,107,108,109,110,111]. При РКУ прессовании может наблюдаться четыре различных эффекта на морфологию и структуру частиц фаз-упрочнителей. Первый эффект характерен для сплава после старения на максимальную прочность, и заключается в том, что скользящие дислокации перерезают деформируемые частицы промежуточных фаз, которые имеют пластинчатую форму и когерентные или полукogerентные межфазные границы. При температуре близкой к комнатной, перерезание частиц приводит к появлению дисперсоидов размером менее критического размера зародыша данной фазы. Эти дисперсоиды, таким образом, становятся термодинамически неравновесными, и растворяются [34,108,109,110,111].

Второй эффект наблюдается при температурах деформирования, соответствующих температурам старения на максимальную прочность или перестаривания, и заключается в том, что, сдвиг отдельных участков частиц приводит к образованию дисперсных частиц метастабильных фаз, имеющих сферическую форму. Дальнейший поворот этих

сферических частиц приводит к формированию термодинамически равновесных фаз по механизму *in situ* трансформации [40,97,106,112,,113,114]. Например, в алюминиевых сплавах содержащих скандий, потеря когерентности межфазных границ частиц метастабильной β' -фазы ($Al_3(Sc,Zr)$), имеющей структуру типа $L1_2$, при РКУ прессовании приводит к быстрому огрублению этих частиц, и далее наблюдается их *in situ* трансформация в β -фазу ($Al_3(Sc,Zr)$), имеющей более равновесную структуру типа DO_{19} [114]. Однако, после больших пластических деформаций относительно крупные частицы метастабильных фаз сферической формы могут сохраняться в структуре [115,116], совместно с частицами равновесных фаз, имеющих некогерентные межфазные границы.

Третий эффект проявляется в сплаве, содержащем недеформируемые пластинчатые частицы термодинамически равновесных фаз, которые могут разрушаться путем разламывания с последующим перемешиванием. Данное явление приводит к равномерному распределению частиц неправильной формы в объеме материала [34,112,117,118]. Как результат, изменение в дисперсности частиц данных фаз может приводить к дополнительному повышению прочности материала за счет увеличения вклада дисперсионного механизма упрочнения [117]. Относительно крупные частицы термодинамически равновесных фаз не изменяются значительно при РКУ прессовании [34,97].

Четвертый эффект проявляется в закаленных алюминиевых сплавах и заключается в том, что инициированное в процессе деформации динамическое выделение стабильных фаз может происходить при РКУ прессовании в результате распада пересыщенного твердого раствора [118]. На данный момент работ, описывающих распад пересыщенного твердого раствора в процессе РКУ прессования при комнатной температуре, нет [34,85,107]. Однако, имеются сведения [85,97,106,119], что РКУ прессование при температуре старения приводит к ускоренному распаду пересыщенного твердого раствора и выделению частиц термодинамически равновесных фаз с когерентными межфазными границами. При этом традиционная последовательность выделения метастабильных фаз не наблюдается. К тому же, различные процессы выделения фаз могут протекать одновременно в теле зерен и по границам зерен деформационного происхождения [85,119]. Известно, что РКУ прессование существенно ускоряет выделение термодинамически равновесных фаз в результате формирования многочисленных мало- и высокоугловых границ, которые служат местами сегрегаций и последующего зарождения частиц, имеющих полукогерентные и некогерентные межфазные границы [40,85]. В тоже самое время, РКУ прессование после закалки сплава может значительно ускорить процесс

выделения фаз в процессе последующего статического старения при комнатной и повышенных температурах [85,106,107]

1.7 Постановка задач исследования

Анализ литературных данных показывает, что в производстве листов из сплавов термоупрочняемых алюминиевых сплавов используется термомеханическая обработка (ТМО) Т8ХХ, где ХХ – степени холодной деформации, которая проводится между закалкой и старением. В то же самое время, высокая жаропрочность Al-Cu-Mg-Ag сплавов позволяет рассматривать их применение для производства массивных деталей из полуфабрикатов, получаемых после экструзии и/или горячей штамповки. В открытой литературе на момент постановки данной работы сведения о режимах термомеханической обработки таких полуфабрикатов из Al-Cu-Mg-Ag сплавов отсутствовали. К тому же, в настоящее время разработаны методы пластической деформации, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП), которые позволяют подвергать массивные заготовки алюминиевых сплавов большим пластическим деформациям без изменений формы и получать в них как нагартованную, так и ультрамелкозернистую структуру. Однако для использования этого метода для повышения свойств термически упрочняемых алюминиевых сплавов необходимо подавление развития процессов возврата и рекристаллизации при нагреве под закалку, что может быть реализовано за счет дополнительного микролегирования алюминиевых сплавов такими элементами как скандий и цирконий, что приводит к выделению в алюминиевой матрице при гомогенизационном отжиге дисперсных когерентных частиц β' -фазы ($Al_3(Sc,Zr)$), которые являются эффективными антирекристаллизаторами, в том случае, если кристаллизация слитка осуществляется с высокой скоростью. Присутствие в сплаве частиц-антирекристаллизаторов, позволяет проводить деформацию при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$), что способствует более равномерному формированию мелкозернистой структуры, а также подавляет развитие рекристаллизационных процессов при нагреве под закалку. Кроме того, микролегирование Ge может уменьшить размер упрочняющих фаз, выделяющихся при старении на максимальную прочность. На момент постановки данной работы, систематические сведения о структуре, фазовом составе и свойствах сплавов Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками скандия, циркония и германия в литературе практически отсутствовали.

В связи с вышеизложенным, сформулированы следующие задачи:

1. Изучить особенности формирования микроструктуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава в литом и гомогенизированном состояниях.
2. Оценить влияние термомеханической обработки (ТМО) с использованием больших степеней деформации (до 80%) при комнатной температуре на микроструктуру, последовательность выделения фаз при старении и механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава.
3. Установить влияние морфологии частиц вторичных фаз на закономерности и механизмы формирования мелкозернистой структуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава в процессе деформации методом равноканального углового прессования (РКУП) при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).
4. Исследовать механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава после РКУП, в том числе в области больших степеней деформации при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).
5. Выявить основные механизмы упрочнения и оценить их вклад в общую прочность сплава Al-Cu-Mg-Ag после деформации методом РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

В качестве материала исследования был выбран один из сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками циркония, скандия и германия. Этот сплав первоначально был разработан в ОАО «ВИЛС» (Патенты RU 2226568, RU 2198952), а его скорректированный вариант был запатентован НИУ «БелГУ» (RU 2425165). Данный сплав является оригинальной российской разработкой. Он обладает уникальным сочетанием как кратковременных, так и длительных прочностных характеристик при комнатной и повышенных температурах. Выбор этого сплава был обусловлен необходимостью получения систематических данных по влиянию литья, термической и ТМО обработки на его структуру и свойства для начала его практического использования. В то же время, закономерности, установленные в процессе диссертационной работы по данному сплаву, имеют универсальный характер и применимы практически для всех сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag. Химический состав исследуемого сплава приведен в таблице 1.

Таблица 2.1 – Химический состав сплава (в масс. %)

Al	Cu	Mg	Ag	Mn	Ge	Sc	Zr	Ti	Fe	Si
Основа	5,6	0,72	0,5	0,32	0,1	0,17	0,12	0,05	0,02	0,04

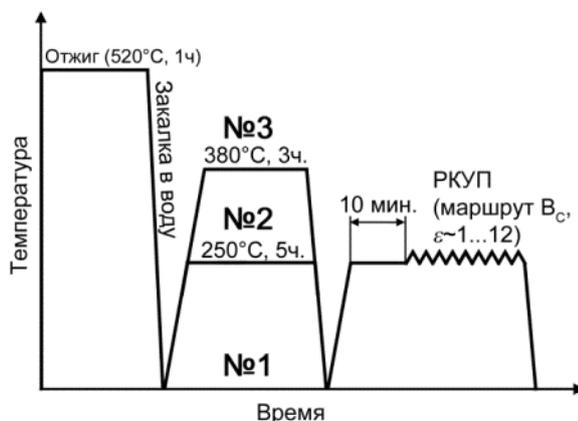
Сплав был получен методом полунепрерывного литья с высокой скоростью кристаллизации. Основная задача гомогенизации высоколегированных термоупрочняемых алюминиевых сплавов – растворение эвтектических включений и равномерное распределение основных легирующих элементов в объеме отливок. Для этого требуется гомогенизация, включающая нагрев и выдержку при температурах $\geq 500^{\circ}\text{C}$. При данном режиме гомогенизации невозможно обеспечить оптимальный распад пересыщенного твердого раствора скандия и циркония в Al-Cu-Mg-Ag сплаве с микродобавками скандия и циркония для формирования дисперсных частиц β' -фазы, которые характеризуются высокой устойчивостью к коагуляции при повышенных температурах. Для достижения требуемого эффекта от введения этих элементов исследуемый сплав был подвергнут двухступенчатому гомогенизационному отжигу – (1) 360°C , 6 ч. и (2) 510°C , 24 ч. Нагрев слитка между ступенями осуществляли со скоростью $2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. Охлаждение сплава с температуры гомогенизации проводили с печью. После

гомогенизации полуфабрикаты были деформированы при температуре $\sim 400^\circ\text{C}$ с истинной степенью деформации (ε) $\sim 0,9 \dots 1,0$.

2.2 Термомеханическая обработка

2.2.1 Методика РКУ прессования при повышенных температурах ($T \leq 0,5 T_{\text{пл}}$)

Деформированные образцы обработали на твердый раствор при 520°C в течение 1 ч. и далее закалили в воду. Для исследования влияния морфологии и распределения частиц кристаллизационных фаз на эволюцию зёрненной структуры, кристаллографической текстуры фазового состава и механических свойств в процессе РКУ прессования подготовили три исходных состояния сплава. Состояние сплава №1 получили после закалки в воду, №2 – после старения при 250°C в течение 5 ч., №3 – после отжига при 380°C в течение 3 ч (рисунок 2.1). Полученные состояния сплава отличаются дисперсностью частиц и структурой межфазных границ (когерентные/полуккогерентные/некогерентные).



Рисунки 2.1 – Схема исходной термообработки и ТМО, включающая деформацию методом РКУ прессования при повышенных температурах

Для реализации РКУ прессования использовали изотермический штамп с L-образной конфигурацией каналов, угол между которыми составлял $\Phi=90^\circ$, а внешний радиус скругления каналов – $R=1$ мм (рисунок 2.2). Данная конфигурация позволяла достигнуть истинной степени деформации близкой к 1 за один проход заготовки через канал [34,93]. Суммарная степень деформации определялась, как произведение количества проходов на степени деформации за один проход (формула 1.12). Образцы

подвергали РКУ прессованию при температурах 250-300°C до истинных степеней деформации ~ 1 , ~ 2 , ~ 4 , ~ 8 , ~ 12 ; после каждого прохода заготовки поворачивали вокруг главной оси на угол 90° , т.е. использовали маршрут В_С [34,93]. Для предотвращения растрескивания образцов после больших пластических деформаций в процессе каждого прохода прессования создавали противодействие $\sim 0,2 \times P_R$, (рисунок 2.1). Предварительный прогрев образцов проводили при температуре прессования в течение 10 мин. Скорость прессования составляла ~ 3 мм/с.

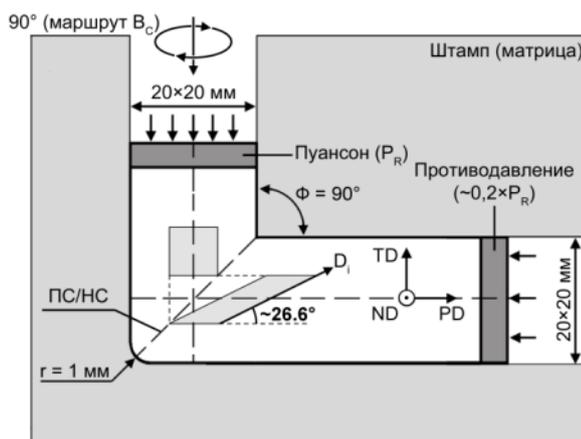


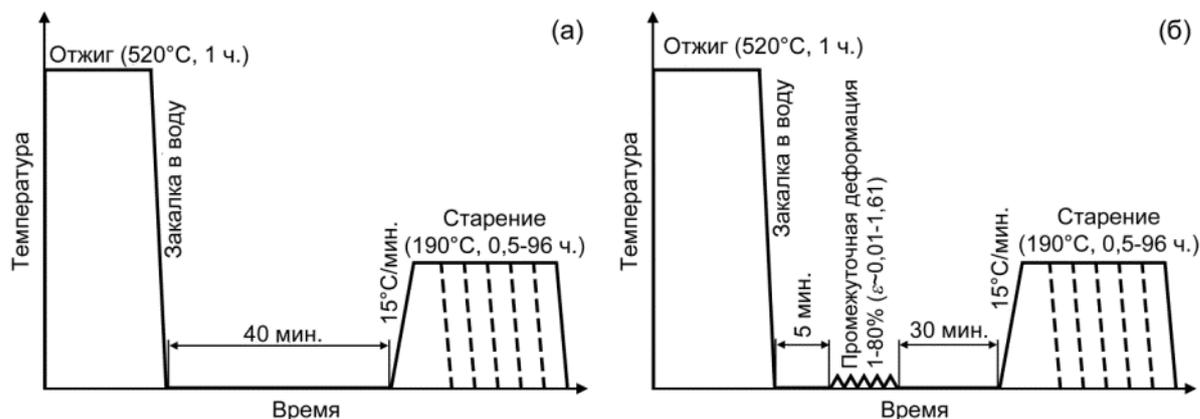
Рисунок 2.2 – Схематическое изображение штампа для РКУ прессования.

ПС – плоскость сдвига, НП/PD – направление прессования, НН/ND – направление нормали,
 ПН/TD – поперечное направление.

При РКУ прессовании, прямоугольная фигура, которая представляет элемент структуры (зерно) во входном канале штампа (матрицы) (рисунок 2.2), проходит через плоскость сдвига (ПС) и становится искаженной в плоскости ND из-за однородной пластической деформации поликристаллического материала, которая может происходить благодаря дислокационному скольжению [34]. После одного прохода РКУ прессования одна из параллельных сторон данной искаженной фигуры образует угол с направлением прессования равный $26,6^\circ$ [34]. Исходные зерна также должны вытягиваться относительно данного направления в случае чистого сдвига материала [34]. Соответствующее направление на рисунке 2.2 обозначенное как D_i , где i указывает номер прохода РКУ прессования на картах EBSD (глава 2.4.2) и вдоль которого имеют тенденцию образовываться плоские ГНГ (глава 1.6.2).

2.2.2 Методика ТМО, включающая холодную пластическую деформацию

Образцы сплава после горячей деформации дополнительно прокатывали вдоль главной оси экструзии при температуре $\sim 400^\circ\text{C}$ до конечной толщины ~ 20 мм. Из полученных плит на электроэрозионной машине Sodick AQ300L вырезали листы длиной 70 мм, шириной 40 мм и различной толщины (1,5, 1,7, 1,9, 2,1, 2,5, 3,0, 3,8 и 7,5 мм).



Рисунки 2.3 – Схема ТМО в недеформированном состоянии (обработка Т6) (а) и после промежуточной деформации (обработки Т65Х и Т8ХХ) (б)

Для исследования влияния различных режимов ТМО получены четыре различных состояния сплава, отличных друг от друга методами деформации и температурно-временными интервалами старения. Первое состояние – обработка Т4, при которой пластины толщиной 1,5 мм были получены после закалки и естественного старения без промежуточной холодной деформации. Второй – обработка Т6, листы толщиной 1,5 мм были получены после закалки и искусственного старения без пластической деформации (рисунок 2.3а). Третье состояние – обработка Т65Х, при которой образцы были подвергнуты правке растяжением между операциями закалки и искусственного старения. Рабочие размеры образцов при растяжении составляли $16 \times 3 \times 1,5$ мм. Ось растяжения была параллельна главной оси предыдущей горячей прокатки. Образцы растягивали при комнатной температуре с начальной скоростью деформирования $\sim 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ до фиксированных значений относительных степеней деформации от 1% до 10% (истинная степень деформации (ϵ) от $\sim 0,01$ до $\sim 0,1$) и далее подвергали старению при 190°C в течение 0,5-96 ч. Четвертое состояние – обработка Т8ХХ, при которой листы различной толщины были прокатаны в холодную (рисунок 2.3б); скорость прокатки составляла ~ 2 м/мин; степень обжатия – $\sim 10, 20, 30, 40, 60$ и 80% (истинная степень деформации (ϵ) $\sim 0,11, \sim 0,22, \sim 0,36, \sim 0,51, \sim 0,92$ и $\sim 1,61$, соответственно); конечная толщина была аналогична для всех листов – 1,5 мм. Направления холодной и горячей прокатки

совпадали. Искусственное старение всех деформированных образцов было выполнено в температурной камере с принудительной циркуляцией воздуха при 190°C в течение 0,5-0,96 ч.

2.3 Механические испытания

2.3.1 Определение микротвердости по Виккерсу

Микротвердость сплава Al-Cu-Mg-Ag в различных состояниях определяли в соответствии с ГОСТ 9450-76 на твердомере Wolpert 402MVD. В качестве индентора использовали четырехгранную алмазную пирамиду. Для получения наиболее достоверных результатов микротвердость образцов определяли при использовании нагрузок (F) равной 0,2 Н. Время выдержки образца под нагрузкой составляло 10 секунд. Для удобства использовали условное обозначение – $HV_{0,2}$. Значения микротвердости определяли по формуле:

$$HV_{0,2, i} = 0,189 \times \frac{F}{\bar{d}_i^2} \quad (2.1)$$

где, F – нагрузка в ньютонах; \bar{d}_i – средняя арифметическая величина длин обеих диагоналей квадратного i -го отпечатка, мм.

Перед испытанием одну из плоскопараллельных поверхностей образца шлифовали на абразивной бумаге с понижением зернистости до $8,4 \pm 0,5$ мкм (P2500 по классификации FEPA) и изменением направления шлифовки. Далее шлифованную поверхность подвергали электрополировке (напряжение – 20 В, время – 1 с.) в растворе 30% азотной кислоты (HNO_3) и 70% метанола (CH_3OH) при комнатной температуре с использованием установки Struers LectroPol-3. Для каждого образца проводили не менее 10 уколов. Среднее квадратичное отклонение случайной величины $HV_{0,2}$ рассчитывали по формуле:

$$\Delta HV_{0,2} = \sqrt{\frac{1}{1-n} \sum_{i=1}^n (HV_{0,2, i} - \overline{HV}_{0,2})^2} \quad (2.2)$$

$$\overline{HV}_{0,2} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n HV_{0,2, i} \quad (2.3)$$

где, n — количество отпечатков; $\overline{HV}_{0,2}$ – среднее арифметическое значение микротвердости; $HV_{0,2, i}$ — значение микротвердости i -го отпечатка.

2.3.2 Испытания на растяжение

Статические испытания на растяжение при комнатной температуре проводили в соответствии с ГОСТ 1497-84 с использованием универсальной тестовой машины Instron 5882. Размер рабочей части плоских образцов составлял $16 \times 3 \times 1,5$ мм; начальная скорость деформирования – $\sim 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В случае ориентации оси растяжения образца вдоль главной оси предыдущей деформации использовали обозначение тестового направления «L», и перпендикулярного оси деформации – «T». В процессе растяжения образца проводили запись диаграммы в координатах условные напряжения – относительное удлинение. По результатам испытания пяти образцов при комнатной температуре оценивали предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B) и относительное удлинение до разрушения (δ). Абсолютная статистическая погрешность была оценена с использованием пяти образцов и аналогичных формул 2.2-2.4.

2.3.3 Испытания на сопротивление ползучести при повышенных температурах

Испытание на ползучесть и длительную прочность сплава при повышенных температурах проводили в соответствии с ГОСТ 3248-81 и ГОСТ 10145-81, соответственно, с использованием машин ATS-2330, оборудованных секционной печью и возможностью контроля температуры в трех точках по длине образца. Для соблюдения подобия образцов после экструзии и/или прокатки испытание проводили с использованием плоских пропорциональных образцов прямоугольного сечения, обрабатываемых с четырех сторон (ГОСТ 3248-81). Размеры рабочей части образцов составляли $25 \times 7 \times 3$ мм. Время выдержки образца при температуре перед началом испытания составляло ~ 1 ч. Деформацию образцов измеряли при помощи двух LVDT-индикаторов (Linear Variable Differential Transformer) с погрешностью в пределах $\pm 0,25\%$. Общую пластическую деформацию образцов определяли как среднее значение между показаниями двух LVDT-индикаторов. В процессе испытания с помощью программного обеспечения WinCCS II проводили запись параметров ползучести: температура, время, общая пластическая деформация, скорость ползучести.

По результатам испытания серии образцов при заданных нагрузках определяли время до достижения допуска деформации 0,2% (пределы ползучести) и до разрушения (пределы длительной прочности). Полученные значения указывали на графике в логарифмических координатах время – нагрузка. Аппроксимация линейными функциями полученных значений пределов ползучести и пределов длительной прочности при

заданной нагрузке, и их последующая экстраполяция позволяла определить предел ползучести и пределы длительной прочности на заданных базах испытания (таблица 2.2).

Таблица 2.2 – Параметры жаропрочности материала

Параметры жаропрочности	Обозначение
Предел ползучести при допуске на деформацию 0,2% за время A ч при температуре T	$\sigma_{0,2/A}^T$
Предел длительной прочности за время A ч при температуре T	σ_A^T

2.4 Методы исследования микроструктуры

2.4.1 Оптическая металлография

Количественный и качественный анализ микроструктуры сплавов проводили на металлографическом микроскопе Olympus GX71. Для исследования влияния гомогенизации на микроструктуру были выбраны различные участки для анализа вдоль диаметра отливок в гомогенизированном и литом состояниях. Поверхность для анализа шлифовали на абразивных бумагах со ступенчатым уменьшением зернистости до $8,4 \pm 0,5$ мкм (FEPA P2500), полировали на сукне с использованием алмазных паст с зернистостью 6 и 3 мкм и изменением направления после каждой ступени. Шлифовку и полировку проводили на шлифовально-полировальном станке Struers LaboPol-5. Для выявления зёрненной структуры образцов полированную поверхность травили в реактиве Келлера ($0,5\text{HF}-1,8\text{HCl}-2,7\text{HNO}_3-95\text{H}_2\text{O}$ (в об. %)) и 0,5%-ном водном растворе HF.

2.4.2 Электронная микроскопия

Растровая электронная микроскопия (РЕМ). Анализ микроструктуры и фазового состава выполняли с использованием электронного микроскопа FEI Quanta 600FEG оснащенного комплексной системой микроанализа, состоящей из энергодисперсионного спектрометра (EDS), спектрометра с волновой дисперсией (WDS), системы анализа структуры и текстуры кристаллических материалов методом дифракции отраженных электронов (EBSD). Проводили как локальный химический анализ, так и построение карт распределения легирующих элементов. Разрешающая способность системы EBSD составляет 2° . МУГ с углом разориентировки (θ) от 2° до 15° (включительно) и ВУГ с $\theta >$

15° на картах EBSD обозначали белым и черным линиями, соответственно. Кристаллиты, полностью окруженные МУГ, обозначали как субзерна; окруженные частично МУГ и ВУГ – (суб)зерна; полностью окруженные ВУГ – зерна. При пластической деформации, микроструктура, содержащая долю ВУГ более 0,65, считается полностью рекристаллизованной [31].

Для анализа РЭМ использовали объемные образцы, поверхность которых была исходно подготовлена на шлифовально-полировальном комплексе Struers LaboPol-3 и далее полирована электролитическим методом (напряжение – 20 В, время – 1 с.) в растворе 30% азотной кислоты (HNO₃) и 70% метанола (CH₃OH) при комнатной температуре с использованием установки Struers LectroPol-3.

Средний размер структурных элементов на снимках микроструктуры, полученных на оптическом и растровом электронном микроскопах, оценивали с помощью метода секущих с использованием формул [120]:

$$D_i = \frac{L}{m} \quad (2.4)$$

$$\bar{D} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n D_i \quad (2.5)$$

$$\Delta D = \sqrt{\frac{1}{1-n} \sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2} \quad (2.6)$$

где n – общее количество секущих, L – длина i -ой секущей, m – число пересечений секущей с границами зерен; D_i – размер структурного элемента, полученный на i -ой секущей, ΔD – среднее квадратичное отклонение случайной величины \bar{D} .

Объем структурных составляющих определяли методом наложения сетки на снимки микроструктуры [120]. Оценка погрешности проводили аналогично методу определения погрешности размера структурных элементов с использованием формул 2.4-2.6.

Плотность МУГ и ВУГ определяли по формуле:

$$\gamma = \frac{K}{A} \quad (2.7)$$

где γ – плотность МУГ или ВУГ, K – протяженность МУГ или ВУГ, соответственно, A – площадь карты EBSD.

Средний угол разориентировки границ кристаллитов по картам EBSD определяли как:

$$\theta_{cp} = \frac{\sum(\theta_i \times K_i)}{\sum K_i} \quad (2.8)$$

где θ_{cp} – средний угол разориентировки границы, θ_i – угол разориентировки i -ой границы, K_i – протяженность i -ой границ с углом разориентировки θ_i .

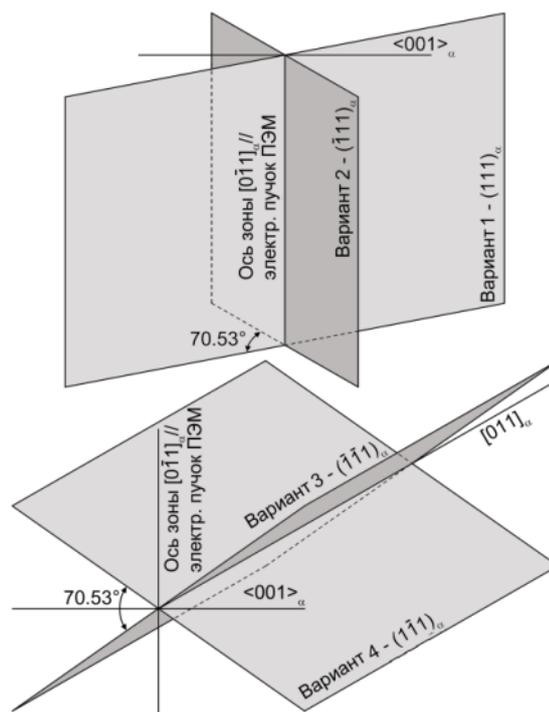


Рисунок 2.4 - Схема пространственной ориентации пластин Ω -фазы относительно оси зоны $[110]_{\alpha}$, параллельной электронному пучку в ПЭМ.

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Для анализа тонкой структуры образцов после различных режимов ТМО использовали электронный микроскоп FEI Tecnai-G², оснащенный системой для энергодисперсионного химического анализа (EDS) и способного работать в просвечивающем (ПЭМ) и сканирующем режимах (СПЭМ). Для анализа использовали тонкие образцы (фольги), поверхность которых была исходно подготовлена на шлифовально-полировальном комплексе Struers LaboPol-3 и далее полирована электролитическим методом (напряжение – 20 В, время – 1 с.) в растворе 30% азотной кислоты (HNO_3) и 70% метанола (CH_3OH) при -30°C с использованием установки Struers TenuPol-5.

На ПЭМ снимках структуры определяли диаметр и толщину пластин при ориентации электронного пучка вдоль оси зоны $[011]_{\alpha}$. В данном случае 1/2 (2/4) от общего количества гексагональных пластин Ω -фазы проецируются на плоскость снимка в виде вытянутых прямоугольников (варианты 1 и 2 на рисунке 2.4). Для определения средних геометрических параметров пластин Ω -фазы (диаметр, \bar{D}_c и толщина, \bar{h}_c) выполнили около 300-400 измерений с использованием не менее 10 снимков ПЭМ для каждого состояния сплава. Толщину фольг (t) оценивали методом сходящегося электронного пучка (CBED) [121,122]. Плотность выделения частиц Ω -фазы (N_V , шт./ м^3)

определяли с использованием уравнения [48], которое было модифицировано учитывая ориентацию пластин вдоль плоскостей типа $\{111\}_\alpha$:

$$N_T = \frac{N + N \times \left(\frac{t + \bar{D}_\alpha}{\sqrt{A_\phi}} \right)}{A_\phi \times (t + \bar{D}_\alpha)} \quad (2.9)$$

где N – количество подсчитанных частиц на снимке ПЭМ (варианты 1 и 2 на рисунке 2.3), A_ϕ – площадь снимка ПЭМ, и $t + \bar{D}_\alpha$ – толщина слоя, в котором определяется размер и плотность выделения частиц. Среднеквадратичные отклонения случайных соответствующих величин основываются на распределении частиц по размерам.

Общая объемная доля частиц Ω -фазы (f) в теле зерен определяли как:

$$f = \pi \times \frac{\bar{D}_\alpha^2}{4} \times \bar{h}_\alpha \times N_V \quad (2.10)$$

Плотность решеточных дислокаций оценивали с использованием формулы [122,105]:

$$\rho_d = \frac{1}{t} \times \left(\frac{n_1}{L_1} + \frac{n_2}{L_2} \right) \quad (2.11)$$

где n_1 и n_2 – количество пересечений дислокационных линий с серией ортогональных прямых, имеющих общую длину L_1 и L_2 , соответственно, на снимках ПЭМ и/или СПЭМ. Средняя величина и стандартное квадратичное отклонение данной величины оценивали по 10 снимкам для каждого состояния сплава.

2.4.3 Рентгенографический анализ

Рентгенофазовый анализ. Анализ и идентификация фаз выполнили на дифрактограммах в интервале углов от 15 до 100° с использованием дифрактометра Rigaku Ultima IV, оснащенного CuK_α источником излучения и полупроводниковым приемником сигнала; угловая скорость съемки составляла 2°/мин. Поверхность анализируемых образцов подготавливали на шлифовально-полировальном станке с использованием абразивной бумаги зернистостью 8,4±0,5 мкм (FEPA P 2500). Анализ линий профиля дифрактограммы проводили с использованием международных таблиц ASTM и баз данных PDF, в которых приведены индексы плоскостей, значения углов 2θ и межплоскостные расстояния кристаллографических структур различных соединений.

Рентгеноструктурный анализ. Анализ текстуры материала выполнили на дифрактометре ARL X'TRA, оснащенного CuK_α источником излучения, коллиматором обскуры (1,5 мм) и детектором Пельтье. Анализ проводили в плоскости TD-PD (рисунок 2.2) с использованием центральной части деформированного образца. При съемке

текстуры исходно были построены частичные полюсные фигуры (ПФ) с углом качания от 0 до 70° для плоскостей (111)_α, (200)_α, (220)_α и (311)_α, по которым далее восстановили функцию распределения ориентировок (ФРО) и построили полные ПФ для соответствующих плоскостей во всем угловом интервале с помощью программного обеспечения MTEX, реализованного в комплексе MATLAB.

Рентгеноструктурный анализ также использовали для оценки распада пресыщенного твердого раствора (ПТР) в процессе РКУ прессования при повышенных температурах. Как известно, распад ПТР в Al-Cu-Mg-Ag сплавах приводит к преимущественному выделению θ-/Ω-фаз, имеющих аналогичный стехиометрический состав Al₂Cu и структуру *I4/mcm*, однако различные ориентационные соотношения с текстурированной алюминиевой матрицей. Для этого с помощью программного обеспечения MTEX вычислили объем ПФ для плоскостей (110)_{Al₂Cu}, который пропорционален объему выделившихся θ-/Ω-фаз и обратно пропорционален степени распада ПТР.

2.4.4 Термический анализ – дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) проводили при нагреве со скоростью 10°C/мин и охлаждением на воздухе образцов в форме диска массой 60-80 мг в установке SDT Q600 фирмы TA Instruments. В ходе нагрева образцов получили зависимости удельного теплового потока от температуры, по которым далее определили точки начала плавления структурных составляющих материала в литом и гомогенизированном состояниях.

ГЛАВА 3. МИКРОСТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ СПЛАВА СИСТЕМЫ Al-Cu-Mg-Ag ПОСЛЕ ЛИТЬЯ И ГОМГЕНИЗАЦИИ

В данной главе рассмотрены особенности структура и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия в литом и гомогенизированном состояниях для обоснования режимов гомогенизации, обеспечивающих сохранение дисперсности частиц β' -фазы ($Al_3Sc/Al_3(Sc,Zr)$) и равномерное распределение основных легирующих элементов в объеме полуфабрикатов.

3.1 Микроструктура сплава после литья

На рисунке 3.1 представлена типичная структура кристаллизации в литом состоянии. Средний размер дендрита достигает ~ 300 мкм, размер дендритной ячейки – ~ 30 мкм (рисунок 3.1а). Анализ данной структуры и структуры, представленной в работах [3,7,14,15,123,124] показывает, что легирование скандием и цирконием приводит к значительному уменьшению размеров дендритных кристаллов; размер дендритной ячейки также значительно уменьшается (рисунок 3.1б). Однако, формирование мелких равноосных зерен без характерной дендритной структуры, которая наблюдается в Al-Cu сплавах, содержащих более 0,3%Sc [14,15,18], не происходит. Таким образом, легирование скандием и цирконием оказывает слабое влияние на уменьшение размера зерна, однако сильно изменяют дендритную структуру сплава после литья. По-видимому, содержания данных элементов недостаточно для подавления роста дендритной структуры [14]. Неравномерное травление поверхности шлифа (рисунок 3.1) свидетельствует о неравномерности распределения основных легирующих элементов в дендритных ячейках.

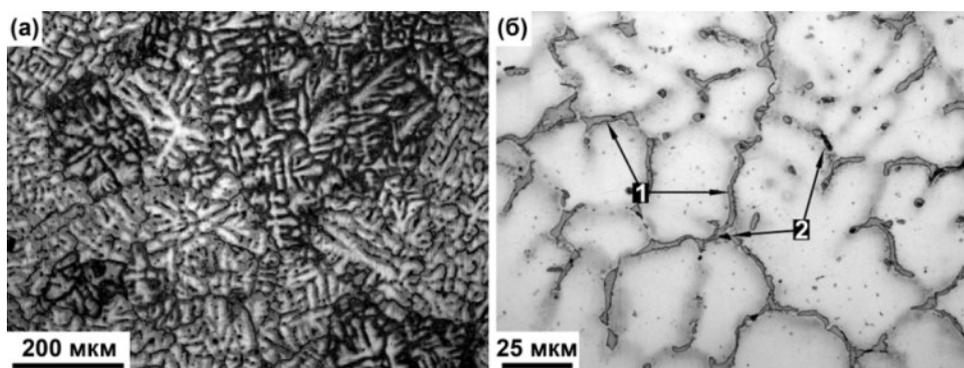


Рисунок 3.1 - Макроструктура (а) и микроструктура (в) центральных объемов литого слитка. Обозначены светлые (1) и темные (2) включения различных фаз.

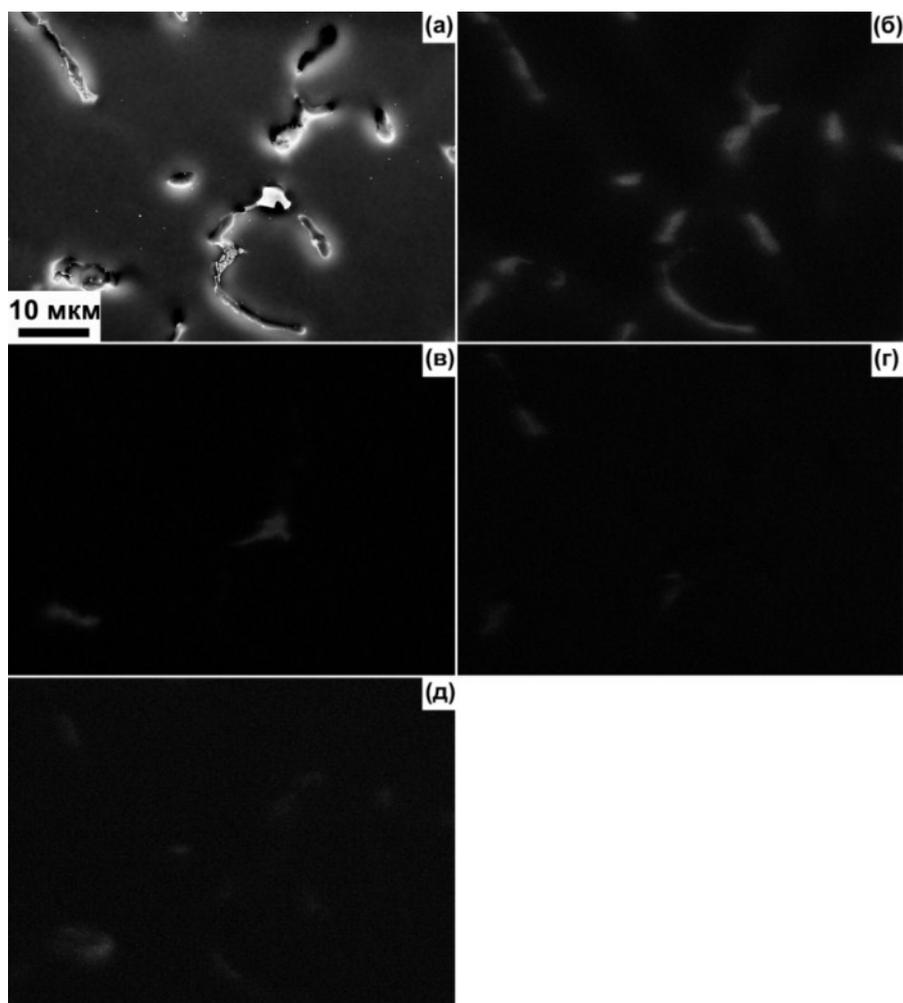


Рисунок 3.2 – Снимок СЭМ литого образца в отраженных электронах (а) и в характеристическом излучении Cu (б), Ge (в), Ag (г) и Sc (д)

Грубые частицы различных фаз располагаются как в теле дендритных ячеек, так и по границам дендритов, охватывающих объем эвтектических включений. Из-за явных отличий в морфологии и цвете после травления можно выделить два типа включений: светлые и темные. Светлые включения имеют равноосную форму и располагаются в теле дендритной ячейки и в объеме эвтектических включений (рисунок 3.1б). Предполагается, что светлые включения являются θ -фазой (Al_2Cu); данная фаза имеет сходство с θ -фазой, которая была обнаружена в виде отдельных эвтектических включений в работе [125]. Мелкие темные включения часто окружаются оболочкой из светлых фаз. Кроме того, темные включения совместно со светлыми могут наблюдаться по границам дендритов. Небольшая часть темных включений имеет равноосную форму. Однако, большинство данных частиц демонстрируют неправильную форму. В справочнике по металлографии аналог темных включений не обнаружили; их морфология явно отличается от морфологии частиц W-фазы, которые имеют светлый контраст на полированной поверхности шлифа и темнеют после травления [10].

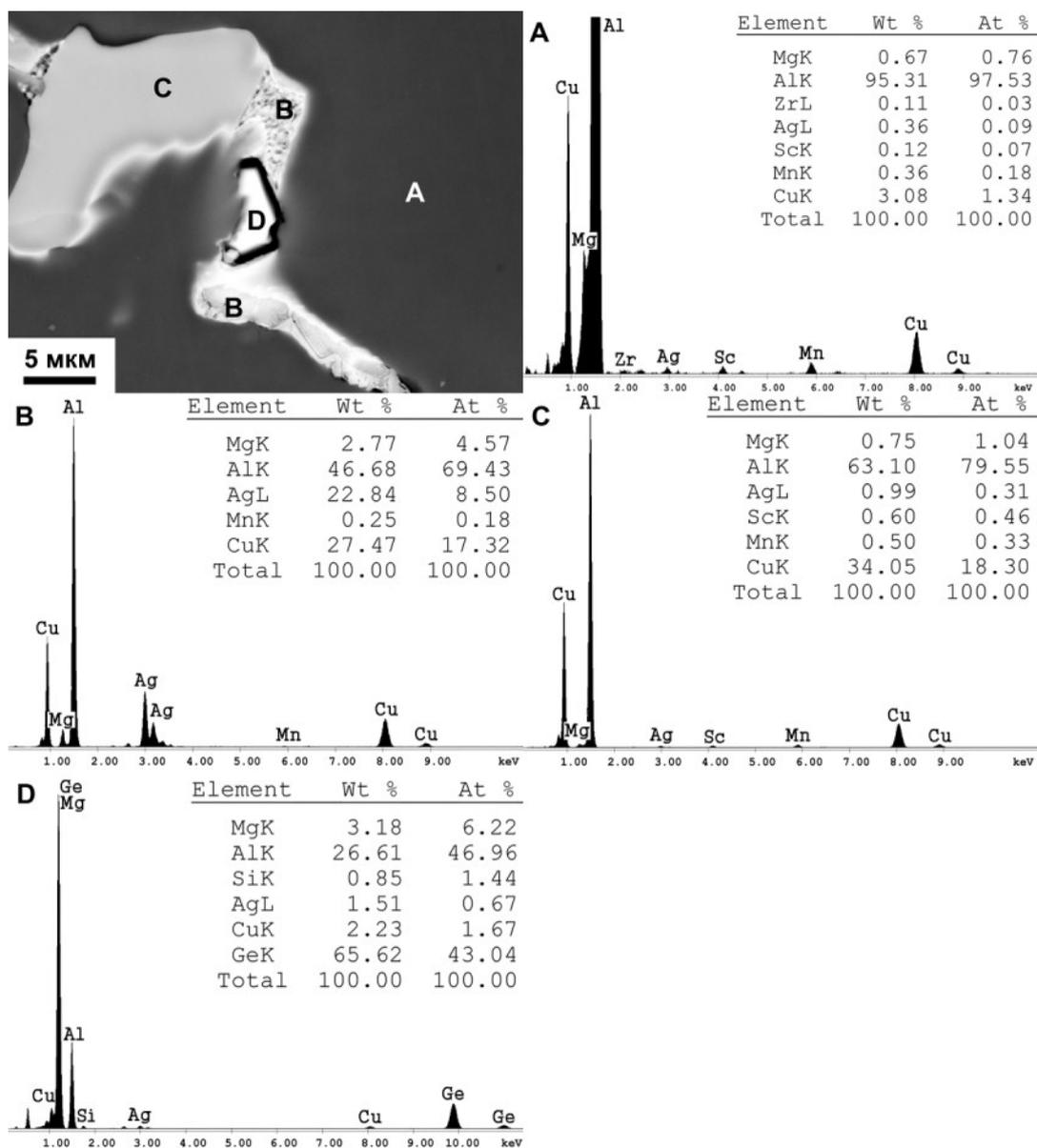


Рисунок 3.3 - Результаты локального химического анализа отдельных включений различных фаз в литом состоянии сплава

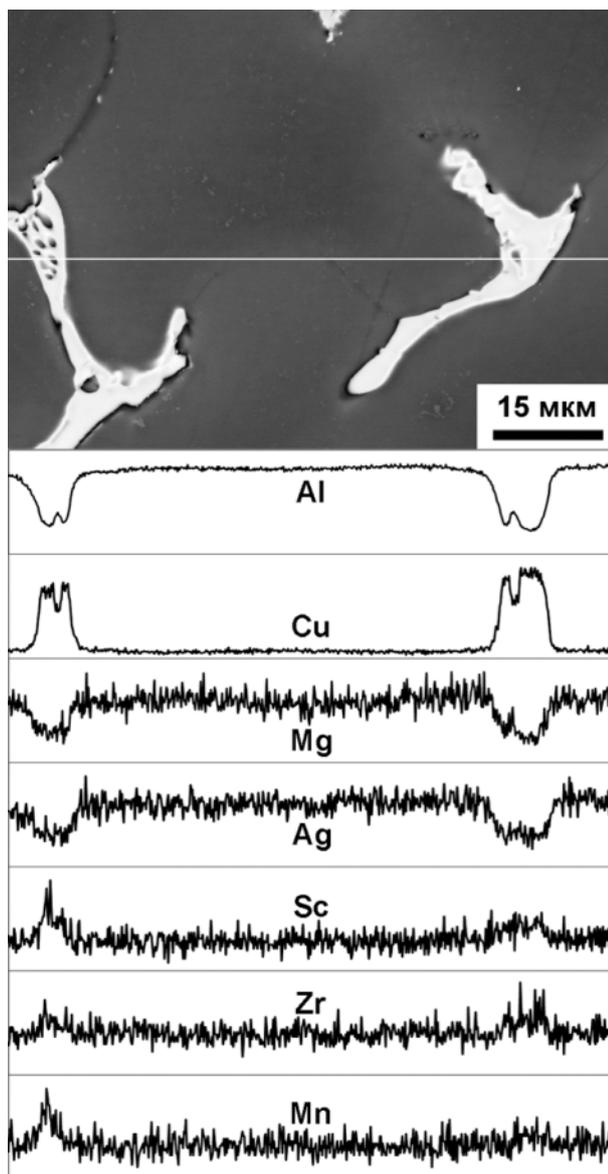


Рисунок 3.4 - Снимок РЭМ и профиль распределения элементов вдоль линии в сплаве после литья.

На рисунке 3.2 представлена микроструктура и распределение легирующих элементов – Cu, Ge, Ag и Sc. Cu, Ge и Sc в соответствующей области образца в литом состоянии. Как видно, легирующие элементы неравномерно распределяются в объеме литой заготовки. Локальный химический анализ показал, что присутствуют три основные фазы: α (Al), θ (Al_2Cu) и Mg_2Ge (рисунок 3.3 А, В и D, соответственно). Морфология частиц С и D имеет сходство со светлыми и темными включениями, соответственно, на снимке оптической металлографии (рисунок 3.1б). Скандий имеет тенденцию сегрегировать в объеме θ -фазы (рисунки 3.2 и 3.3); его содержание в данной фазе составляет ~0,6 масс. % (рисунок 3.3, С). Доказательств формирования первичных частиц β -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$) не обнаружено. Содержание скандия в сплаве составляет 0,12 масс. % (рисунок 3.3, А). Распределение скандия и меди в кристаллизационных

частицах θ -фазы также неравномерно (рисунок 3.4). Таким образом, приближенная оценка показывает, что около 70% скандия фиксируется в твердом растворе при охлаждении расплава. Первичные частиц β -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$) и сегрегации циркония в θ -фазе не обнаружены, что свидетельствует о фиксации всего циркония в твердом растворе рисунок 3.4.

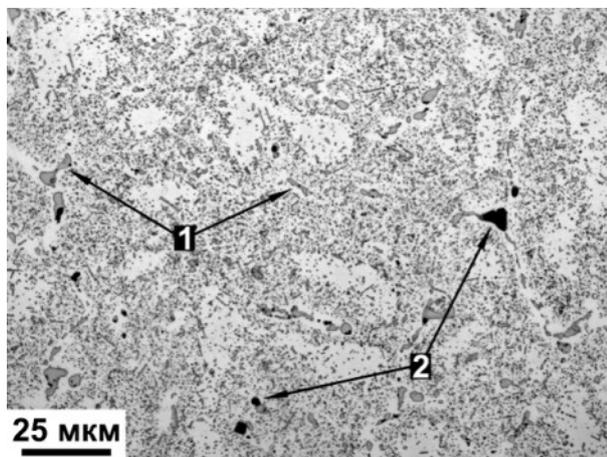


Рисунок 3.5 - Микроструктура центральной области сплава после гомогенизации.

Частицы, которые подобны морфологически темным включениям и содержат много германия и вероятно магний (рисунки 3.2 и 3.3), поскольку при локальном химическом анализе единственный видимый пик излучения магния на энергодисперсионном спектре ($K\alpha$ при 1,252 КэВ) совпадает с одним из пиков характеристического излучения германия ($L\alpha_1$ при 1,1 КэВ). В связи с этим, данные темные включения были идентифицированы как фаза Mg_2Ge .

Следует также отметить, что в литом состоянии сплава встречаются включения, содержащие Ag, Mg и Cu (рисунок 3.3, В). Специфический контраст на снимке РЭМ свидетельствует об их комплексной структуре.

Таким образом, при охлаждении Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия» имеет место формирование кристаллизационных частиц следующих фаз: (1) обогащенная скандием θ , (2) Mg_2Ge и (3) фаза неизвестного происхождения, которая содержит Ag и Mg. Формирование кристаллизационных частиц θ -фазы приводит к потере более чем 30% из всего скандия добавленного в сплав.

3.2 Микроструктура сплава после двухступенчатой гомогенизации

Микроструктура центральных объёмов сплава после гомогенизации представлена на рисунке 3.5 и 3.6. Происходит растворение избыточной θ фазы как в теле дендритной

ячейки и вдоль границ дендритов; объемная доля кристаллизационных частиц θ -фазы уменьшается с 4,9% до 1,2%. Следует отметить, исследуемый сплав является доэвтектическим, поэтому растворение кристаллизационных частиц θ -фазы полностью не происходит. Как видно, после гомогенизации наблюдается более равномерное распределение легирующих элементов.

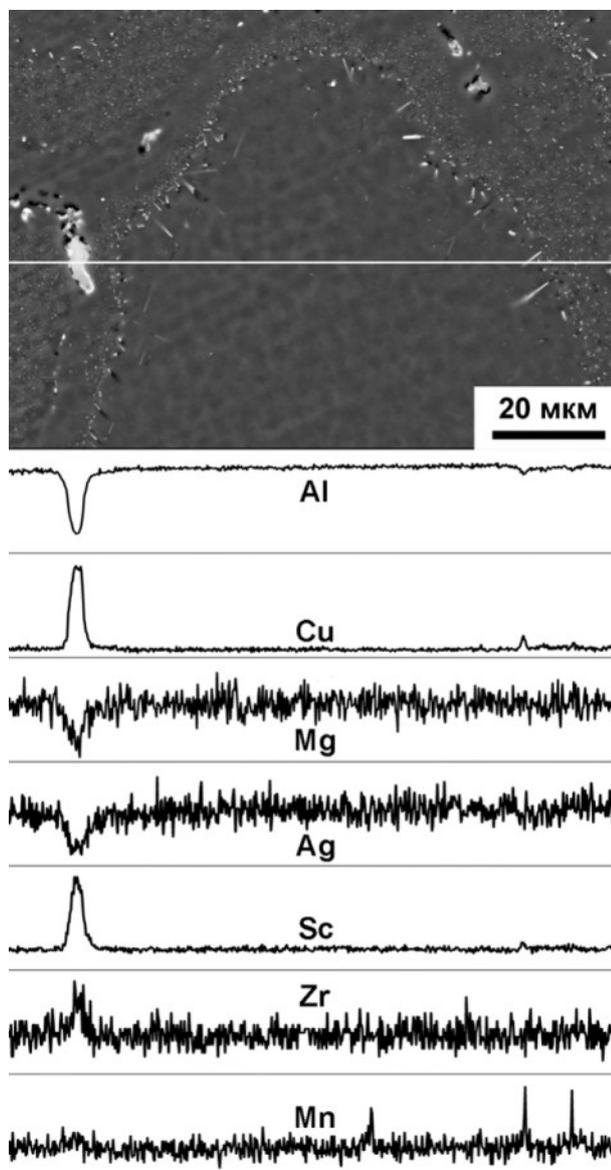


Рисунок 3.6 - Снимок РЭМ и профиль распределения элементов вдоль линии в сплаве после гомогенизации

Снимки РЭМ и распределение элементов – Cu, Ge, Ag и Sc в выбранных областях (рисунки 3.6-3.9) свидетельствуют о присутствии в структуре сплава частиц двух различных фаз, содержащих медь и скандий: (1) грубые частицы W-фазы, содержащие ~5,6 масс. % скандия, ~2 масс. % циркония и ~50 масс. % меди, и (2) мелкодисперсные частицы θ -фазы, содержащие ~1,6 масс. % скандия. В θ -фазе соотношение массового содержания алюминия к меди составляет 8,6:1 (рисунок 3.6 и 3.7, В). В данной θ -фазе

распределение скандия и меди становится однородным, тогда как Zr имеет тенденцию к

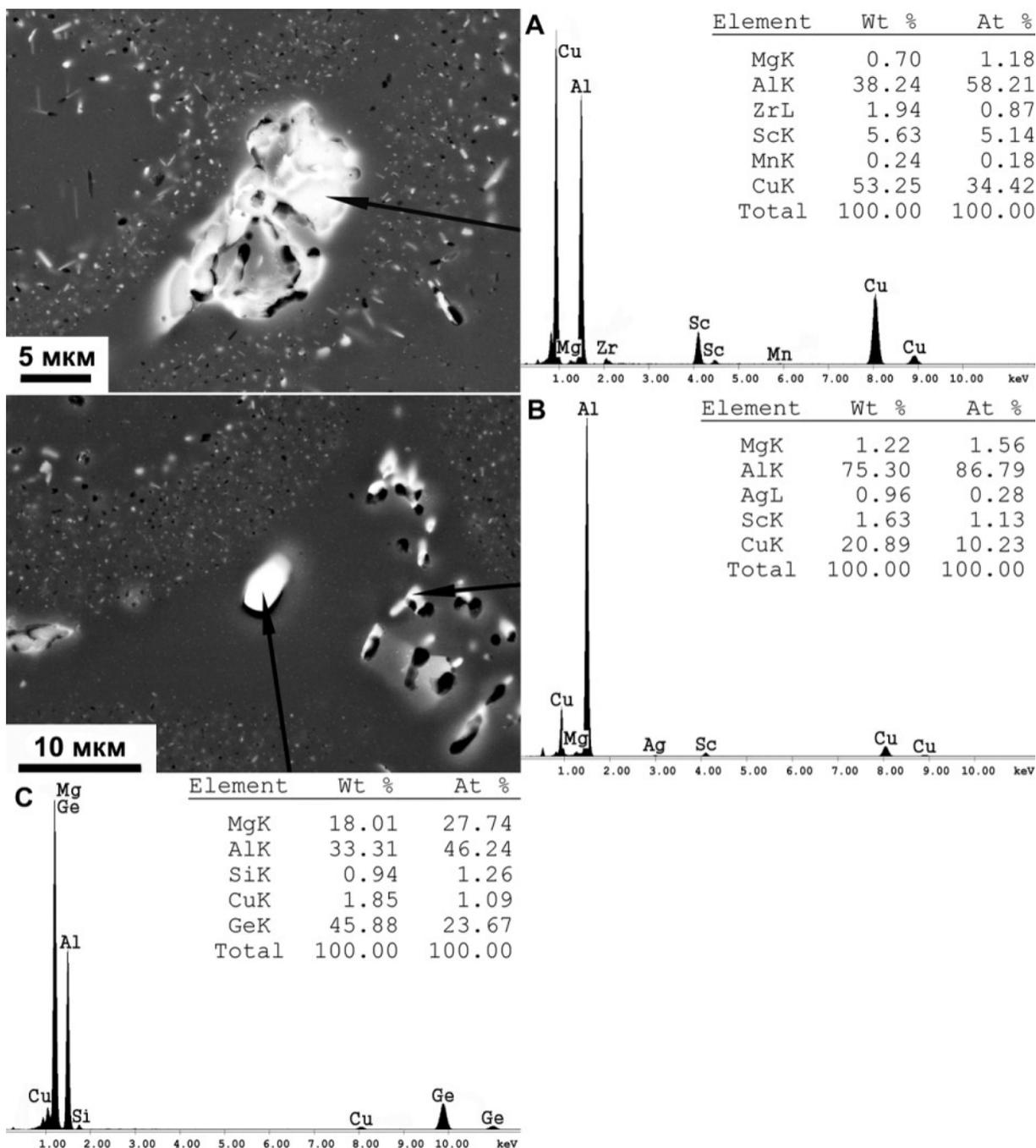


Рисунок 3.7 - Результаты локального химического анализа включений различных фаз после гомогенизации.

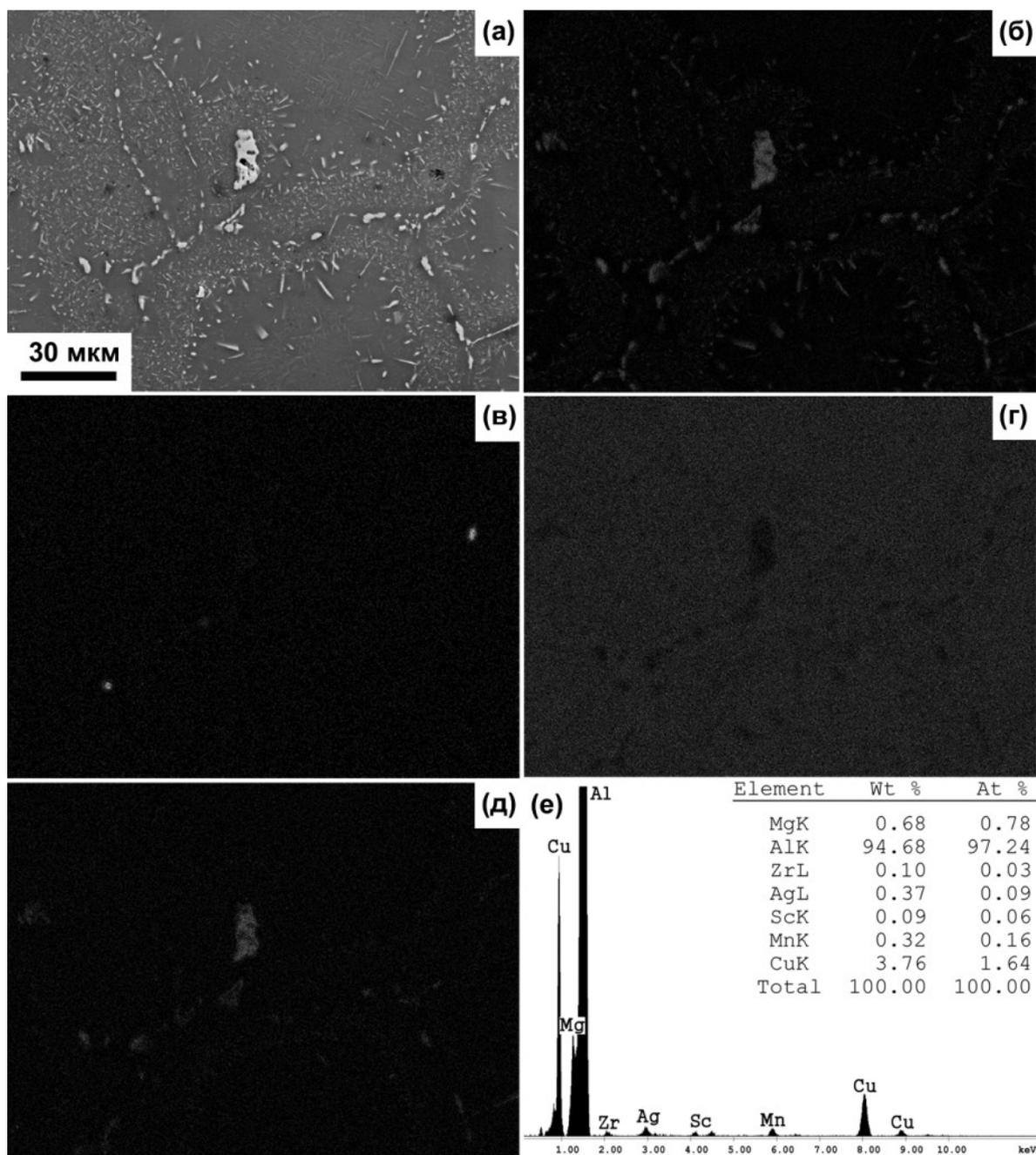


Рисунок 3.8 - Снимок РЭМ сплава после гомогенизации образца (а) и в характеристическом излучении Cu (б), Ge (в), Ag (г) и Sc (д)

медленной сегрегации в ней. Суммарное содержание скандия и циркония (Sc+Zr) в W-фазе равно среднему содержанию скандия (~9,3 масс. %) в аналогичной фазе, обнаруженной в работах [10,19]. W-фаза и обогащенная скандием θ -фаза наблюдаются как в виде отдельных изолированных частиц (рисунок 3.6 и 3.7, В), так и находятся в контакте друг с другом (рисунок 3.9). Как видно на рисунке 3.9, комплексные включения содержат как отдельные участки W-фазы, которые богаты скандием, так и обедненные скандием участки θ -фазы (согласно локальному химическому анализу). По этой причине, эти частицы классифицируются как комплексные [126], и в исследуемом сплаве большинство

частиц имеют аналогичную структуру. В объеме θ -фазы частиц W-фаза имеет неправильную форму клина, а межфазные границы θ -/W-фаз явно различаются на полированной поверхности шлифа (рисунок 3.9). Эти наблюдения согласуются с непосредственной химической трансформацией θ -фазы в W-фазу в результате диффузии скандия из прилегающих областей твердого раствора (рисунок 3.9). Кроме того, рост отдельных частиц W-фазы явно сопровождается растворением отдельных мелкодисперсных частиц обогащенной скандием θ -фазы (рисунки 3.6, 3.7 и 3.8): коагуляция скандий содержащих частиц сопровождается трансформацией θ -фазы в W-фазу.

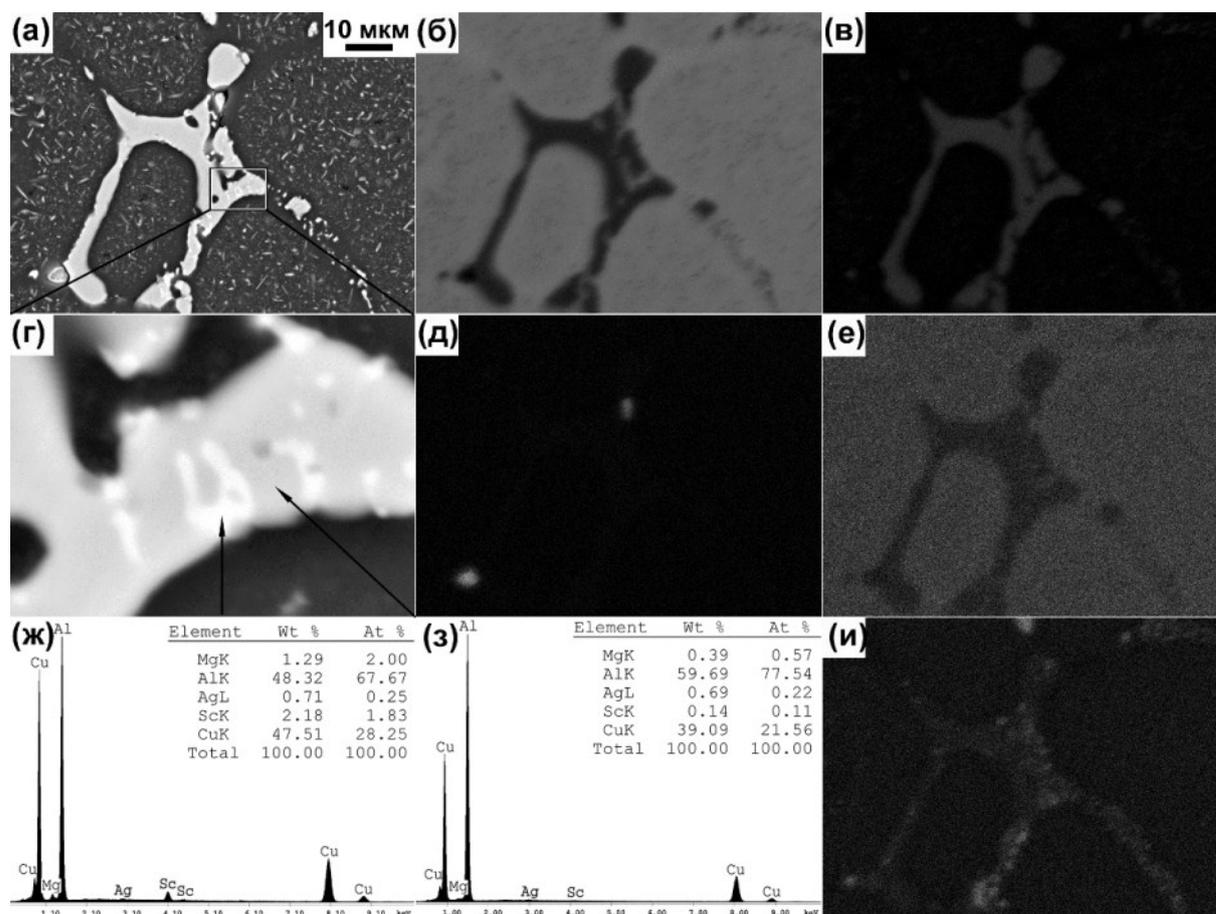


Рисунок 3.9 - Снимок РЭМ и карты распределения элементов в сплаве после гомогенизации: Al (б), Cu (в), Ge (д), Ag (е) и Sc (и).

Анализ карт распределения элементов (рисунки 3.7 и 3.8) и оптической металлографии (рисунок 3.5) показывает, что почти все включения фазы Mg_2Ge приобретают равноосную форму, а их объемная доля остается неизменной. Серебро равномерно распределяется в объеме материала; его сегрегации в объеме различных включений не наблюдаются. Грубые частицы почти всегда свободны от серебра (рисунок

3.8г). Неизвестные комплексные включения, содержащие серебро и магний, растворяются после гомогенизации.

Снимки тонкой структуры показывают присутствие наноразмерных частиц в сплаве после гомогенизации (рисунок 3.10). Эти дисперсные частицы имеют характерный контраст «кофейное зерно», что свидетельствует о когерентной структуре их межфазных границ [105]. Их средний размер составляет ~25 нм, распределение равномерно в микромасштабе отдельных зерен (рисунок 3.6). С помощью энергодисперсионного химического анализа и картин дифракции данные частицы были идентифицированы как β' -фаза ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$). Их объемная доля зависит от зерен и варьируется от 0 до 2,4%. Доказательства присутствия наноразмерных когерентных частиц в объеме отдельных зерен не обнаружены; распределение β' -фазы в объеме материала неравномерно в макромасштабе. Наноразмерные частицы часто не наблюдаются в зернах, которые соседствуют в кристаллизационными частицами θ -фазы, содержащей скандий, и W-фазы. Рисунок 3.8 показывает, что среднее содержание скандия в α -фазе составляет ~0,09 масс. %. По этой причине около 50% скандия было израсходовано на формирование грубых включений в объеме материала после гомогенизации. В отличие от этого, после гомогенизации почти весь цирконий остается в пересыщенном твердом растворе; незначительная часть циркония затрачивается на формирование W-фазы.

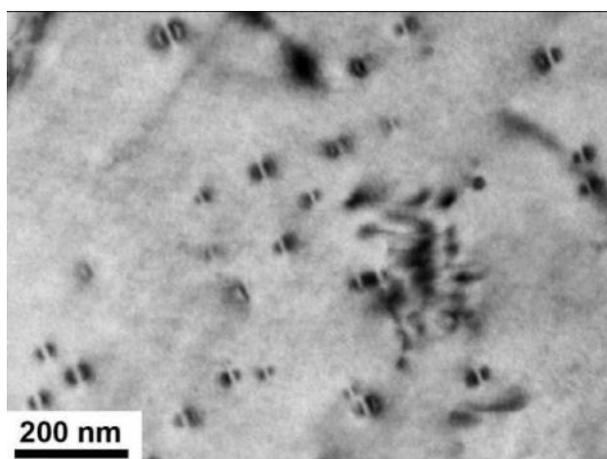


Рисунок 3.10 – Снимок тонкой структуры ПЭМ наноразмерных частиц $\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ в сплаве после гомогенизации.

Таким образом, гомогенизация инициирует растворение избыточной θ -фазы, полное растворение неизвестной фазы, содержащей серебро и магний, формирование W-фазы, и равномерное распределение легирующих элементов, включая серебро, в объеме материала (рисунок 3.6); германий участвует в образовании фазы Mg_2Ge .

3.3 Анализ ДСК

На рисунке 3.11 представлены ДСК кривые сплава в литом и гомогенизированном состояниях. Как видно, оба состояния имеют различия на ДСК кривых. При 532 и 565°C, два эндотермических эффекта наблюдаются в сплаве после литья, тогда как после гомогенизации имеет место только один эффект связанный с плавлением эвтектики Al+ θ -фаза [19,124,127]. Уменьшение объёмной доли θ -фазы после гомогенизации приводит к значительному уменьшению интенсивности этого эффекта (рисунок 3.11б). Для сплава в литом состоянии, на кривой ДСК наблюдается эндотермический эффект, связанный с постепенным растворением θ -фазы при нагреве образца. Однако, этот процесс не завершается при 532°C, что приводит к частичному оплавлению образца. Для сплава в гомогенизированном состоянии, кривые ДСК демонстрируют медленное частичное растворение θ -фазы перед частичным оплавлением эвтектики Al-Al₂Cu. При 532°C также наблюдается эндотермический эффект, однако энергия данного эффекта незначительная. По этой причине, частичное оплавление эвтектики Al-Al₂Cu почти всегда подавляется после гомогенизации. Очевидно, что в гомогенизированном образце при 532°C происходит частичное оплавление только эвтектики, включающей обедненную скандием θ -фазу. Гомогенизация устраняет массивное оплавление сплава при 532°C.

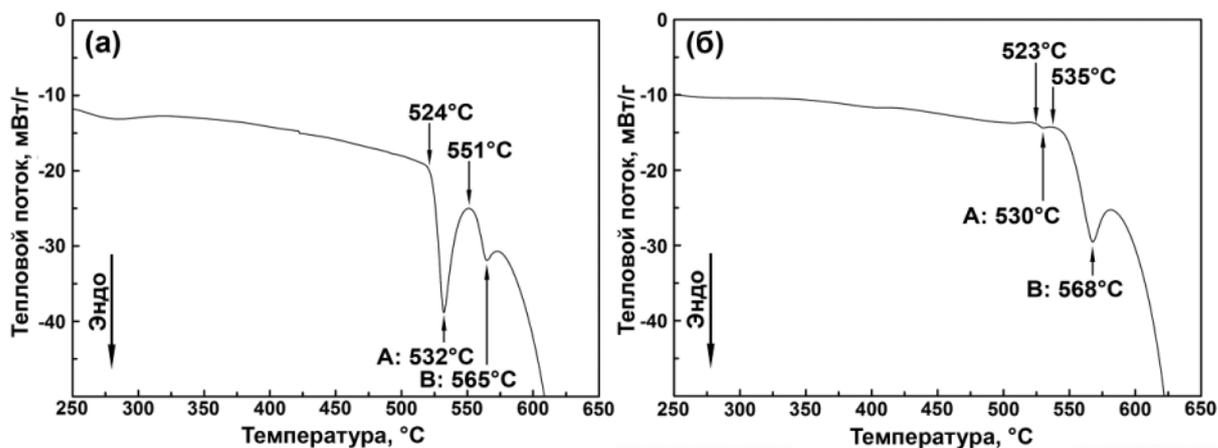


Рисунок 3.11 - Кривые ДСК для Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия после литья (а) и гомогенизации (б).

Эндотермический пик при 565°C связан с частичным плавлением другой высокотемпературной эвтектики. Гомогенизация явно усиливает этот эффект, который может быть причиной плавления скандий содержащей θ -фазы совместно с W-фазой. Авторы [128] используя методику расчета фазовых диаграмм (CALPHAD) показали, что при 547°C может иметь место инвариантная реакция: жидкая фаза \leftrightarrow W-фаза + Al + θ -фаза.

Различие между расчётной температурой плавления 547°C в работе [128] и эндотермическим эффектом при 565°C , наблюдаемым в представленной работе, может быть связано с содержащей скандий θ -фазой, проявляющую сопротивление к оплавлению. В представленной работе доказательств протекания другой инвариантной реакции, жидкая фаза + $\text{Al}_3\text{Sc} \leftrightarrow \text{W-фаза} + \text{Al}$, которая имеет место при $\sim 574^{\circ}\text{C}$ [128], не было обнаружено

3.4 Рентгенофазовый анализ

На рисунках 3.12 и 3.13 представлены дифрактограммы, полученные на образцах сплава в литом и гомогенизированном состояниях, соответственно. Дифракционные пики от θ -фазы и Mg_2Ge могут быть идентифицированы в обоих состояниях сплава. Дифракционные пики от W-фазы наблюдаются только в гомогенизированном сплаве. Это подтверждает, что формирование W-фазы происходит при гомогенизации.

Доказательств формирования β' -фазы $\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ не было обнаружено как в литом, так и гомогенизированном состояниях сплава. Данный факт мог быть подтвержден в случае наличия на дифрактограммах сверхструктурных пиков от β' -фазы. Характерные пики от данной фазы совпадают с ГЦК решеткой матрицы, даже при больших значениях 2θ , из-за незначительных различий в кристаллических структурах [15]. Однако, сверхструктурные дифракционные пики от β' -фазы также не были обнаружены. Предполагается, что слабые дифракционные пики от β' -фазы могут не наблюдаться на дифрактограммах из-за содержания данной фазы менее 1 об. %, что является пределом для экспериментальной идентификации данной фазы на рентгеновском дифрактометре.

На дифрактограмме сплава в литом состоянии также обнаруживаются пики от других неизвестных фаз. Предполагается, что эти пики могут быть от фазы неизвестного происхождения, содержащей серебро и магний. Эта фаза растворяется во время гомогенизации. Предполагается, что фаза неизвестного происхождения, содержащая магний и серебро, является θ -фазой, которая обогащена данными элементами. Кристаллизационные частицы этой фазы выделяются при кристаллизации и полностью растворяются в процессе гомогенизации.

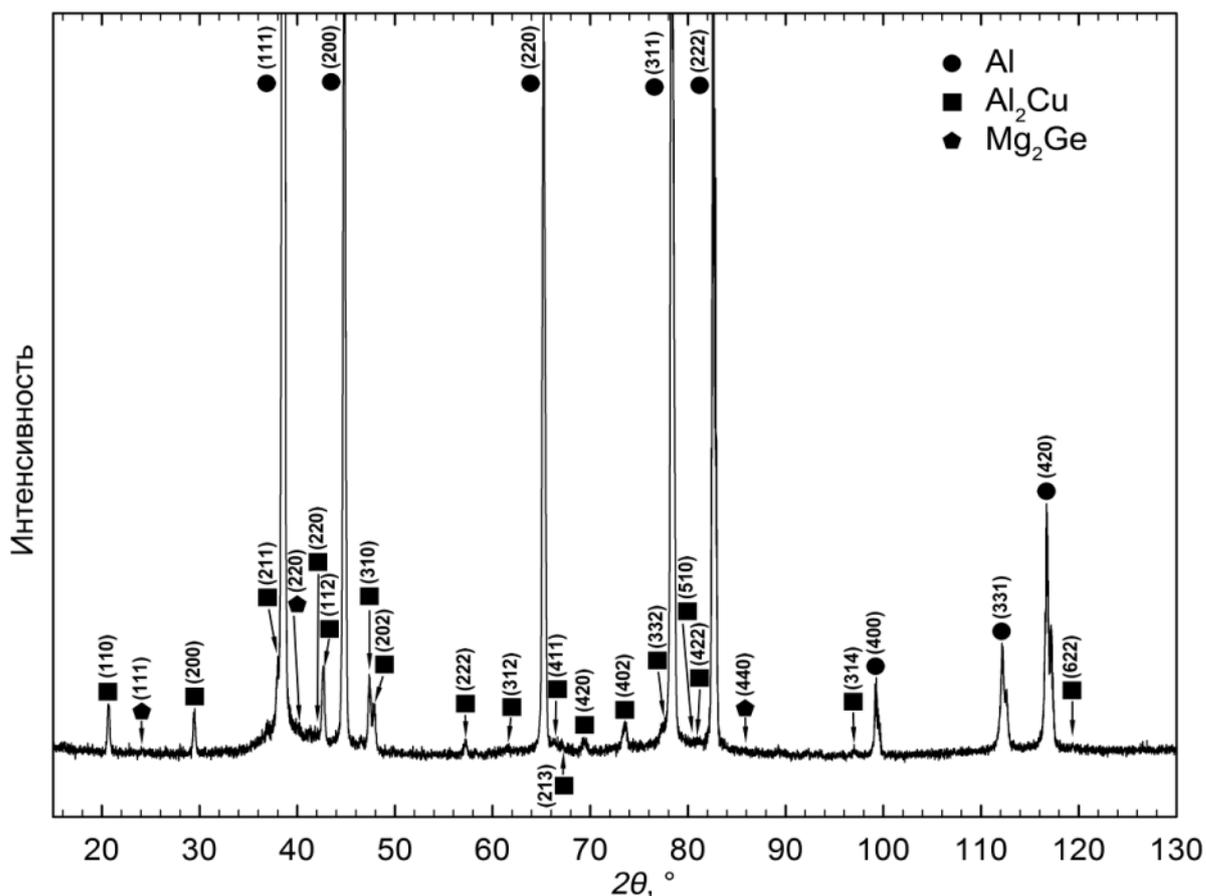


Рисунок 3.12 – Дифрактограмма образца в литом состоянии

3.5 Обобщение полученных результатов

Анализ экспериментальных результатов показывает, что легирование скандием не приводит к формированию необычных сегрегаций серебра и магния. По этой причине, легирование данным элементом не должно влиять на морфологию и распределение частиц Ω -фазы после искусственного старения. Следует также отметить, что серебро и магний также не влияют на выделение β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$). По этой причине, кристаллизация алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag, содержащих скандий, является традиционной. В процессе гомогенизации сплавов систем Al-Cu-Sc [9,10,15,19] и Al-Cu-Mg-Ag-Sc закономерности кристаллизации и распада твердого раствора скандия являются подобными.

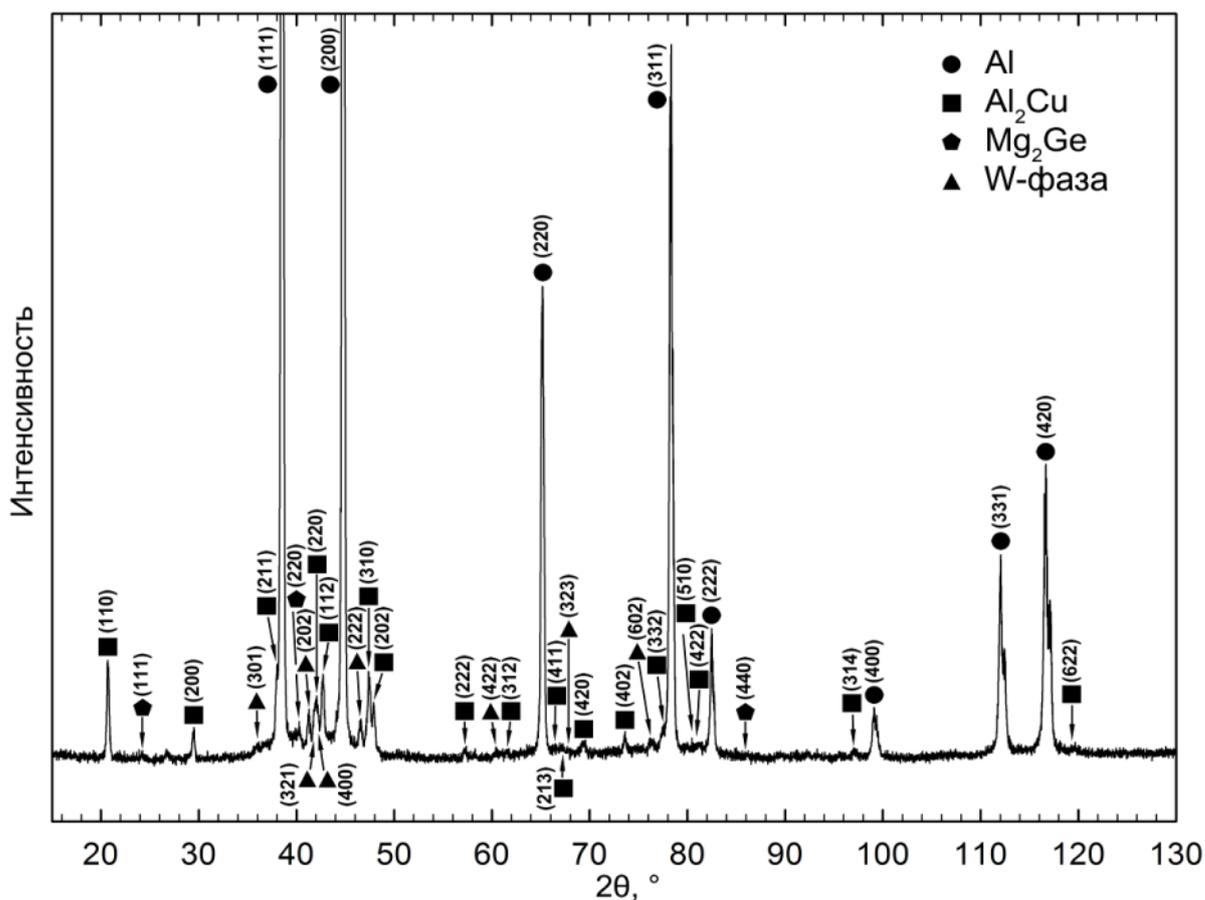


Рисунок 3.13 – Дифрактограмма образца после гомогенизации.

Можно выделить следующие закономерности кристаллизации и эволюции микроструктуры Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия:

1. В процессе кристаллизации сплава не происходит формирование первичных частиц β -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$). Наноразмерные когерентные частицы β' -фазы выделяются при гомогенизации сплава.
2. Кристаллизационные частицы θ -фазы обогащены скандием, что в процессе гомогенизации сплава приводит к выделению W-фазы в теле частиц θ -фазы и/или на их межфазных границах. Этот процесс уменьшает количество скандия, который находился в твердом растворе и/или сегрегирует в кристаллизационных частицах θ -фазы. Как результат, имеет место образование зон свободных от частиц β' -фазы вокруг грубых включений W-фазы. Существование этих зон может приводить к уменьшению упрочняющего эффекта от введения скандия в Al-Cu-Mg-Ag сплавах.

Энергия Гиббса для W-фазы значительно меньше, чем для β' -фазы [128] По этой причине при повышенных температурах, происходит рост частицы W-фазы, поглощая скандий, который был зафиксирован в пересыщенном твердом растворе, и/или в

результате растворения наноразмерных частиц β' -фазы. К тому же формирование W-фазы может происходить в содержащих скандий Al-Cu сплавах, эксплуатируемых при повышенных температурах.

Кроме того, результаты представленной работы показывают, что W-фаза является более термически равновесной фазой по сравнению с θ -фазой, содержащей скандий. Гомогенизация сплава приводит к растворению содержащей скандий θ -фазы; термическая равновесная θ -фаза может содержать не более 0,1 масс. % скандия.

Предлагается два способа, способных предотвратить негативное формирование W-фазы в Al-Cu-Sc сплавах. Первый метод – повышение содержания скандия до 0,5-0,8 масс. % эффективно подавляет формирование W-фазы [7,15,16], и приводит к выделению первичных частиц β -фазы в процессе кристаллизации сплава. Как ранее обсуждалось, эти частицы являются местами гетерогенного зарождения α -фазы (Al) и обеспечивают значительное измельчение зеренной структуры сплава после кристаллизации. Из-за формирования первичных частиц β -фазы размер зерна уменьшается в ~ 10 раз [15,16,17,18]. Однако, эти частицы, которые имеют неправильную форму, приводят к значительному снижению параметров трещиностойкости сплава. Сплавы системы Al-Cu-Mg-Ag являются авиационными материалами, и низкое сопротивление росту трещины будет существенно ограничивать их применение в авиационной промышленности. Кроме того, повышение содержания скандия значительно увеличивает стоимость сплава. По этой причине, этот метод производства авиационных материалов является нежелательным.

Второй метод - формирование обогащенной скандием θ -фазы при кристаллизации, которая трансформируется в W-фазу в процессе гомогенизации, можно подавить с помощью уменьшения содержания меди в сплаве. В работах [10,14,15,19,20] было показано, W-фаза не выделяется непосредственно в матрице – Al, даже если является более термодинамически равновесной чем β -фаза [128]. Предполагается, что гомогенное формирование W-фазы невозможно, даже при предплавильных температурах. Возможное объяснение такого поведения может заключаться в комплексной, упорядоченной кристаллической структуре этой фазы [10,15,19,20], которая увеличивает вероятность формирования критического зародыша для W-фазы, чем для β' -фазы, несмотря на то, что β' -фаза имеет более простую кристаллическую структуру [8,10,16,17,18]. θ - и W-фазы имеют тетрагональную кристаллическую решетку ($I4/mcm$). Однако, решетка W-фазы более сложная из-за присутствия скандия [10]. По этой причине, устранение избыточных включений обогащенной скандием θ -фазы может подавить формирование W-фазы,

поскольку их присутствие в матрице α -фазы (Al) является необходимым условием для ее формирования.

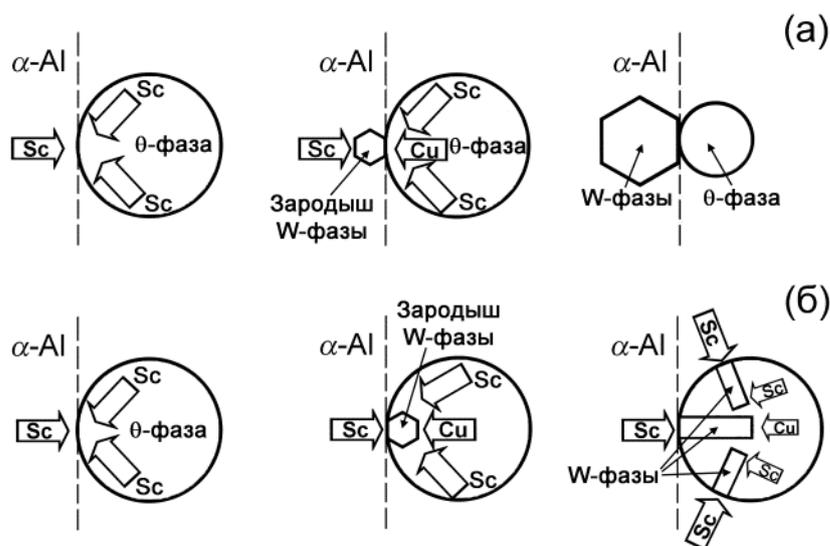


Рисунок 3.14 – Механизм образования W-фазы при зарождении и росте на межфазной поверхности θ -фазы/Al (а) и трансформации из θ -фазы в W-фазу (б).

Исследования РЭМ подтверждают, что зарождение W-фазы явно связано с формированием избыточной θ -фазы (рисунок 3.14). Механизм зарождения W-фазы может включать либо ее формирование на существующей частице θ -фазы (рисунок 3.14а), либо трансформацию θ -фазы в W-фазу в результате диффузии скандия из матрицы α -фазы в θ -фазу (рисунок 3.14б). В случае формирования θ -фазы (рисунок 3.14а), составляющие W-фазы (скандий и медь) могут присутствовать в α -фазе для формирования зародыша на межфазной границе θ -/ α -фаз. Эта межфазная граница является преимущественным местом зарождения, потому что некогерентная межфазная граница с θ -фазой уменьшает требуемую энергию для формирования зародыша (рисунок 3.14а). После зарождения W-фазы, ее рост будет поглощать соседствующую θ -фазу путем диффузии скандия и меди. Межфазная граница θ -фаза/W-фаза сохраняет свое положение до полного растворения θ -фазы.

Во втором случае, скандий диффундирует в θ -фазу, повышая его содержание в 4 и более раз, что приводит к образованию W-фазы. В процессе диффузии, концентрационный градиент будет появляться между областями θ -фазы и областями W-фазы; θ -фаза обедняется, а W-фаза обогащается скандием. Кроме того, рост W-фазы расходует скандий, который был зафиксирован в пересыщенном твердом растворе, и медь в результате распада обогащенной скандием θ -фазы. Этот механизм формирования W-фазы явно доминирует в исследуемом Al-Cu-Mg-Ag сплаве.

Скандий и цирконий затрудняют формирование кристаллизационных частиц θ -фазы в Al-4,5 масс.% Cu сплаве [15]. Подробный анализ экспериментальных результатов в работах [10,15,19,19,127,128,129,130] показывает, что формирование кристаллизационных частиц θ -фазы в Al-Cu сплавах, содержащих скандий и цирконий, не происходит при скорости охлаждения более 100К/сек. По этой причине, оптимальным химическим составом содержащих скандий Al-Cu сплавов является Al-4...4,5Cu-0,45Mg-0,4Ag-0,17Sc-0,9Zr (масс. %). Магний и серебро не участвуют в формировании W-фазы. По этой причине дынные элементы могут быть введены в сплав в традиционном соотношении Cu/Mg=Cu/Ag=10/1 [4,54,56,74]. Более рационально повысить соотношение Sc/Zr до 1,8-2 для инициирования формирования когерентных частиц β' -фазы, однако, несмотря на это, скандий частично будет затрачиваться на формирование грубых частиц вышеупомянутых содержащих скандий фаз.

Анализ экспериментальных результатов показывает, что добавление германия привело к выделению частиц фазы Mg_2Ge , которая не растворяется при последующей гомогенизации. Таким образом, дополнительное легирование германием не применимо для Al-Cu-Mg-Ag-Sc сплавов. Модификация Al-Cu-Mg-Ag сплавов германием невозможна для повышения дисперсности частиц Ω -фазы.

3.5 Выводы по главе

1. В процессе кристаллизации происходит выделение кристаллизационных частиц θ -фазы содержащих скандий. Выделение W-фазы ($Al_{8-x}Cu_{4+x}Sc$) не наблюдается. Приблизительно 70% скандия и весь цирконий фиксируется в пересыщенном твердом растворе.
2. В процессе гомогенизации происходит формирование грубых частиц W-фазы. Формирование W-фазы приводит к растворению содержащей скандий θ -фазы и частичному истощению скандия из пересыщенного твердого раствора. Выделение наноразмерных когерентных частиц β' -фазы ($Al_3Sc/Al_3(Sc,Zr)$), происходящее неравномерно поскольку имеет место формирование зон свободных от выделений вокруг грубых частиц W-фазы, затрачивает ~50% скандия, содержащегося во всем сплаве.
3. Германий выделяется в виде частиц фазы Mg_2Ge при кристаллизации сплава. Эта фаза не растворяется при последующей гомогенизации.

ГЛАВА 4. ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА Al-Cu-Mg-Ag СПЛАВА С МИКРОДОБАВКАМИ СКАНДИЯ, ЦИРКОНИЯ И ГЕРМАНИЯ ПОСЛЕ ТМО

Детальное понимание поведения частиц во время больших пластических деформаций при различных температурах процесса является предпосылкой для разработки и практического применения режимов термомеханической обработки для получения высокой прочности и/или повышения пластичности (сверхпластичности) термоупрочняемых алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag.

В данной главе рассмотрено влияние степени промежуточной холодной деформации методами одноосного растяжения или прокатки на микроструктуру, последовательность выделения фаз и морфологию частиц основных фаз-упрочнителей после старения в Al-Cu-Mg-Ag сплаве, который исходно был закален в воду после выдержки при 520°C в течение 1 часа; исследовано влияние дисперсности частиц различных фаз на процессы рекристаллизации во время РКУ прессования при 250-300°C, выполненного по результатам анализа эволюции микроструктуры в Al-Cu-Mg-Ag сплаве с микродобавками скандия, циркония и германия с различным исходным распределением частиц. Температурный интервал РКУ прессования был выбран для уменьшения вероятности перераспределения дислокаций на больших расстояниях, что должно приводить к формированию равномерной объемной сетки МУГ и последующей их трансформации в сетку ВУГ [96,102,105]. Сплав Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками скандия, циркония и германия был подготовлен в трёх исходных состояниях: №1, №2 и №3 для дальнейшего проведения РКУ прессования (рисунок 2.1).

4.1 Промежуточная пластическая деформация и последующее старение

4.1.1 Влияние степени деформации на микроструктуру

Микроструктура Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия в закаленном состоянии была подробно описана в Главе 3. Зернограничные выделения частиц θ - и W-фаз не играют существенную роль в дисперсионном упрочнении. Наноразмерные частицы β' -фазы ($Al_3Sc/Al_3(Sc,Zr)$) с когерентными межфазными границами располагаются в теле зерен и могут эффективно препятствовать движению дислокаций [31]. Однако, их распределение неравномерно, и их объемная доля мала [131]. Как результат, данные дисперсные выделения могут влиять на формирование

дислокационной структуры только локально в теле отдельных зерен [97]. Средняя плотность дислокаций в закаленном состоянии была относительно низкой ($\rho_d \sim 2 \times 10^{12} \text{ м}^{-2}$).

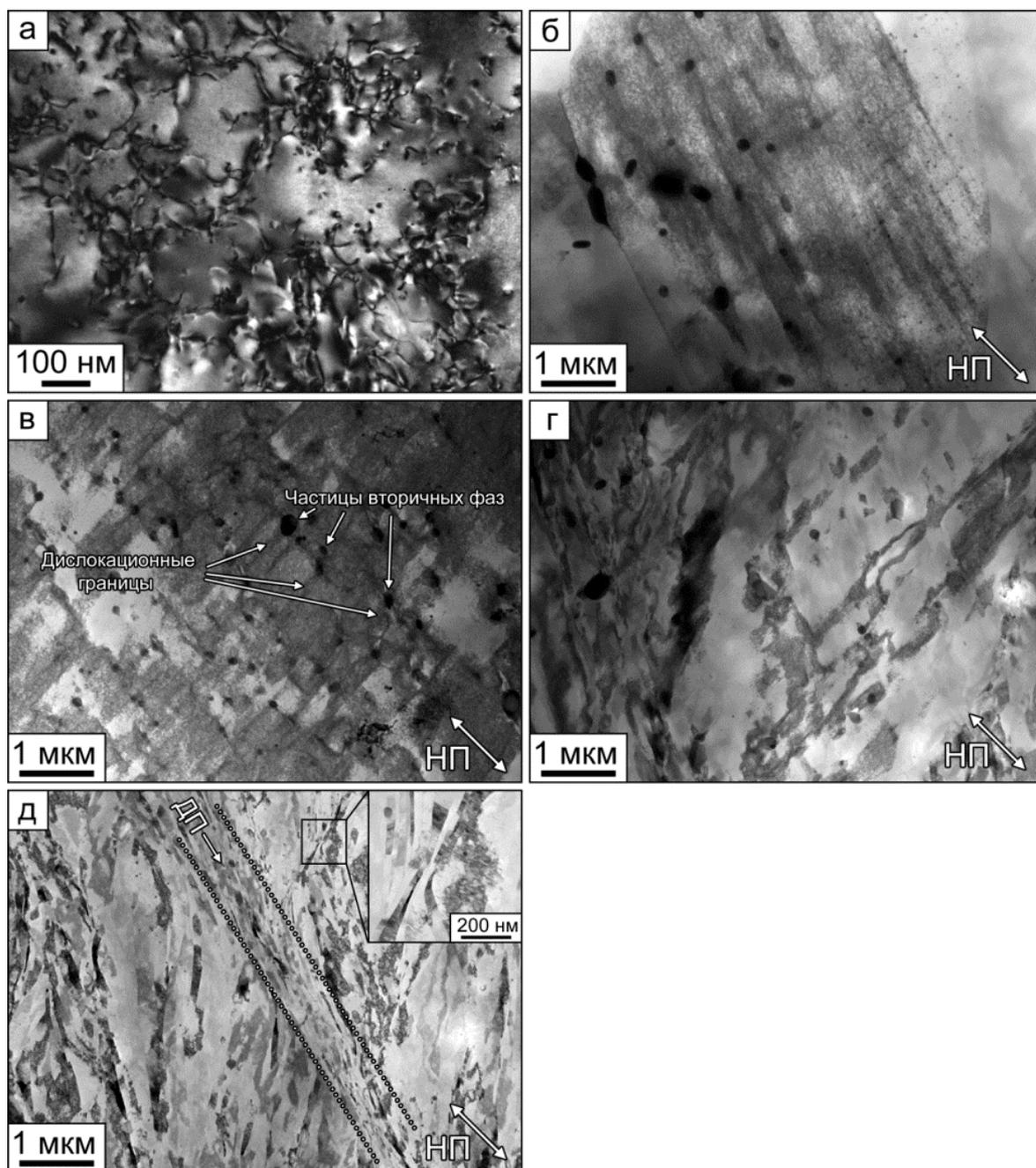


Рисунок 4.1 – ПЭМ (а) и СПЭМ изображения (б-д) микроструктуры после деформации растяжением 7% ($\epsilon \sim 0.07$) (а) и холодной прокатки с обжатиями 10% ($\epsilon \sim 0.11$) (б), 40% ($\epsilon \sim 0.51$) (в), 60% ($\epsilon \sim 0.92$) (г) и 80% ($\epsilon \sim 1.61$) (д). Обозначения: НП – направление прокатки, ДП – деформационная полоса.

Одноосное растяжение приводит к увеличению плотности дислокаций в ~ 100 раз (рисунки 4.1 и 4.2). При степени деформации 7% ($\epsilon \sim 0,07$) наблюдается формирование ячеистой структуры, а плотность дислокаций достигает $\rho_d \sim 1,8 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 4.1а). Растяжение и холодная прокатка приводят к формированию аналогичной плотности

дислокаций в интервале степеней деформации 7-60% ($\varepsilon \sim 0,07-0,92$) (рисунок 4.2). Главное отличие между этими двумя способами деформации заключается в формировании деформационных полос, которые обнаруживаются только в образцах сплава после холодной прокатки со значительными степенями обжатия. После прокатки с обжатием 10% ($\varepsilon \sim 0,11$), можно наблюдать формирование слабо выраженных деформационных полос (рисунок 4.1б). Как видно, толщина деформационных полос зависит от расстояния между грубыми включениями W-фазы (рисунок 4.1в). Деформационная структура существенно не изменяется до степени деформации 40% ($\varepsilon \sim 0,51$) (рисунок 4.2). Формирование четко определенных деформационных полос имеет место при 60% ($\varepsilon \sim 0,92$) (рисунок 4.1г). При 80% ($\varepsilon \sim 1,61$), развиваются два и более семейств деформационных полос, разделенных границами свободными от дислокаций (рисунок 4.1д). Исходные зерна разбиваются на отдельные кристаллиты, окруженные дислокационными границами. Плотность дислокаций в теле этих кристаллитов достигает существенной величины $\sim 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 4.2).

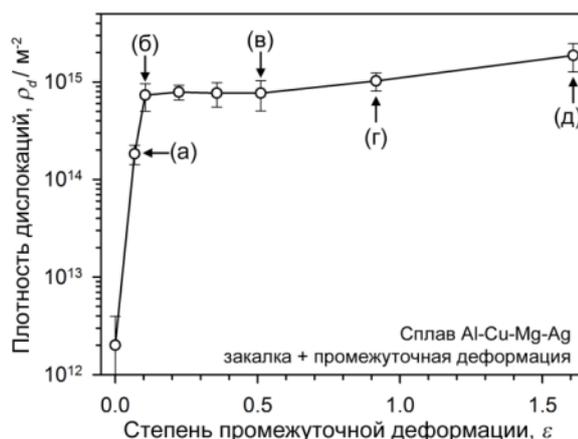


Рисунок 4.2 – Изменение плотности дислокаций (ρ_d) в теле кристаллитов после растяжения и холодной прокатки. Буквенные обозначения соответствуют микроструктуре, представленной на рисунке 4.1.

4.1.2 Влияние степени деформации на фазовый состав

Образцы после промежуточной деформации выдерживали перед исследованием микроструктуры при комнатной температуре в течение 12-24 часов. В работе [85] показано, что промежуточная пластическая деформация эффективно сдерживает формирование зон ГП и других промежуточных фаз при естественном старении Al-Cu сплавов, и традиционная последовательность выделения фаз может нарушиться в результате влияния инициированных деформацией дефектов кристаллической структуры. На рисунках рисунки 4.3а и 4.4а представлено влияние промежуточной деформации на

распределение частиц различных фаз и микроструктуру сплава после растяжения на 7% ($\varepsilon \sim 0.07$) и холодной прокатки с обжатием 80% ($\varepsilon \sim 1.61$), соответственно.

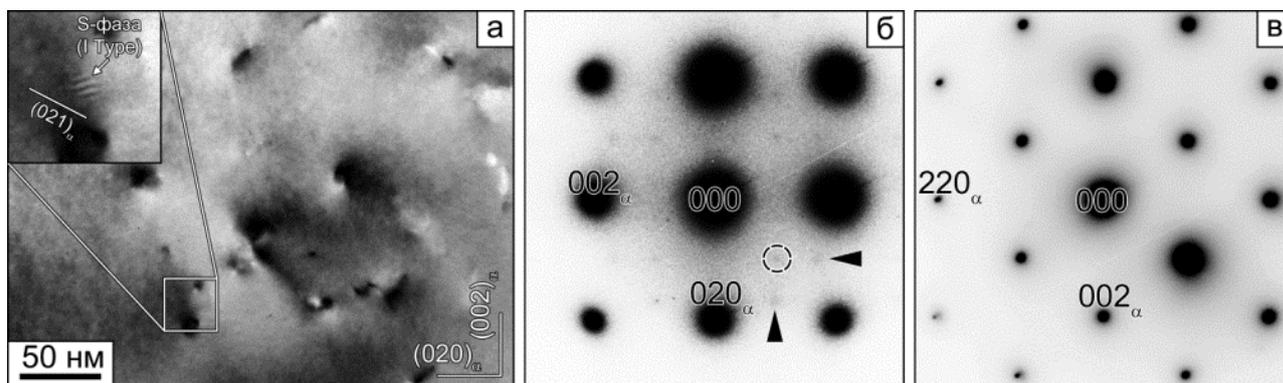


Рисунок 4.3 – Светлопольные ПЭМ изображения микроструктуры (а), соответствующие картины дифракции, полученные в осях зон $\langle 100 \rangle_\alpha$ (б) и $\langle 110 \rangle_\alpha$ (в), для сплава после промежуточной деформации растяжением на 7%.

На рисунке 4.3 выявлено присутствие в структуре сплава после промежуточной деформации растяжением двух типов частиц. ПЭМ изображения не позволяют разрешить мелкие частицы в деформированном состоянии из-за слабого кристаллографического контраста, возникающего от повышенной плотности дислокаций. Однако, первый тип частиц был классифицирован при анализе электронограмм, полученной в оси зоны кристалла $\langle 100 \rangle_\alpha$. На рисунке 4.3а, эти частицы явно имеют плоскость габитуса – $\{021\}_\alpha$, которая характерна для стержнеобразных частиц S-фазы, которые наблюдаются преимущественно в Al-Cu-Mg сплавах после искусственного старения (S-фазы имеющая морфологию Type I или S1 в работах [60,132,133,134]). Частицы этой фазы имеют толщину не более 5 нм и специфический контраст, свидетельствующие о наличии когерентных напряжений на $S/\alpha(\text{Al})$ межфазной границе. По этой причине, эти частицы идентифицируются как S'-фаза, которая является когерентной/полукogerентной модификацией S-фазы и способна гетерогенно зарождаться на дислокациях [60,132,133,134,135]. Дифракционные рефлексы, соответствующие ориентационному соотношению (ОС) и кристаллической структуре равновесной S-фазы, не были идентифицированы на электронограммах, по-видимому, из-за малой объемной доли данных частиц. Дифракционные рефлексы в положении $1/2\{220\}_\alpha$ (обозначены кругом на картине дифракции рисунка 8б) были идентифицированы как результат присутствия в микроструктуре θ' -фазы [59,60]. Таким образом, имеют место доказательства, подтверждающие формирование промежуточных S'- и θ' -фаз после растяжения и естественного старения. Очевидно, что промежуточная деформация способствует

зарождению этих фаз на дислокациях. Аналогичные фазы были идентифицированы после прокатки на значительные степени обжатия.

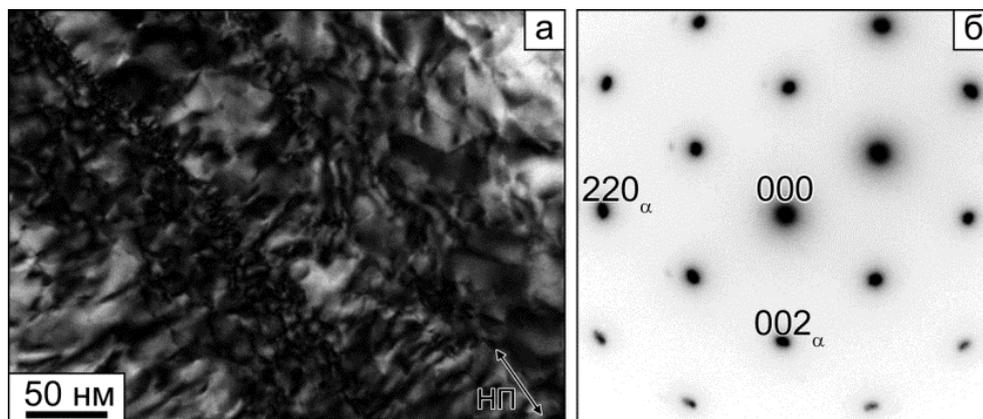


Рисунок 4.4 – Светлопольное ПЭМ изображение микроструктуры (а) и соответствующая картина дифракции (б), полученная в оси зоны $\langle 110 \rangle_{\alpha}$, для сплава после промежуточной деформации прокаткой с обжатием 80% ($\epsilon \sim 1.61$). НП – направление прокатки.

На электронограммах (рисунок 4.3б) не обнаружены размытые вдоль направления $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ рефлексы, которые являются результатом дифракции электронного пучка от богатых медью зон ГП [59,60]. Слабые размытые рефлексы с максимальной интенсивностью в положении близком к $1/2\{200\}_{\alpha}$ (указаны стрелками на электронограмме, рисунок 4.3б) могут быть результатом дифракции от содержащих медь и магний зон ГПБ (Гинье-Престона-Багаряцкого), которые преимущественно наблюдаются в Al-Cu-Mg сплавах на ранних этапах естественного старения [59,60,132,133,134,135,136]. Однако, данное предположение является неоднозначным и точных доказательств формирования зон ГПБ не было получено после растяжения и естественного старения. Следует также отметить, что детальный анализ электронограмм для сплава после растяжения или холодной прокатки (рисунки 4.3в или 4.4б, соответственно) не показал наличие размытых вдоль направления $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ рефлексов, являющихся результатом дифракции от пластин (кластеров Mg-Ag) в плоскостях $\{111\}_{\alpha}$ [56]. Данный факт свидетельствует о том, что промежуточная деформация предотвращает формирование зон ГП или кластеров Mg-Ag при последующем естественном старении.

4.1.3 Влияние степени деформации и последующего искусственного старения на фазовый состав

Можно предположить, что в состоянии сплава после старения на максимальную прочность, которое происходит в закаленном сплаве при искусственном старении, распределение частиц, наблюдаемое при естественном старении и рассмотренное выше, имеет мало смысла. Снимки ПЭМ сплава после промежуточной деформации на 7% ($\epsilon \sim 0,07$) и старения при 190°C в течение 0,5 ч представлены на рисунке 4.5. Два типа частиц в форме пластин с плоскостью габитуса $\{111\}_\alpha$ и стержней, вытянутых вдоль направления $\langle 001 \rangle_\alpha$, были идентифицированы как фазы Ω и S'' (обозначены как ГПБ2 [132,133,134,135,137]), соответственно. Стоит отметить, что частицы ГПБ2/ S'' -фазы выделяются после длительной выдержки при искусственном старении в Al-Cu-Mg сплавах [60,132,134] и ее выделение после краткосрочной выдержки (0,5 ч) при 190°C является довольно необычным. Морфологии этих частиц подтверждает на снимках ПЭМ в осях зон $\langle 110 \rangle_\alpha$ и $\langle 100 \rangle_\alpha$ на рисунках 4.5а и б, соответственно. На электронограмме рисунка 4.5а обозначены кругом слабые размытые дифракционные рефлексы вдоль направления $\langle 001 \rangle_\alpha$ от стержнеобразных частиц S'' -фазы (ГПБ2) [60,133]. Следует отметить, что выделение пластин Ω -фазы, имеющих преимущественную ориентацию пластин, подтверждается на электронограмме (рисунок 4.5а), на которых обнаруживаются размытые дифракционные рефлексы слабой интенсивности в направлениях $\langle 111 \rangle_\alpha$ и $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle_\alpha$.

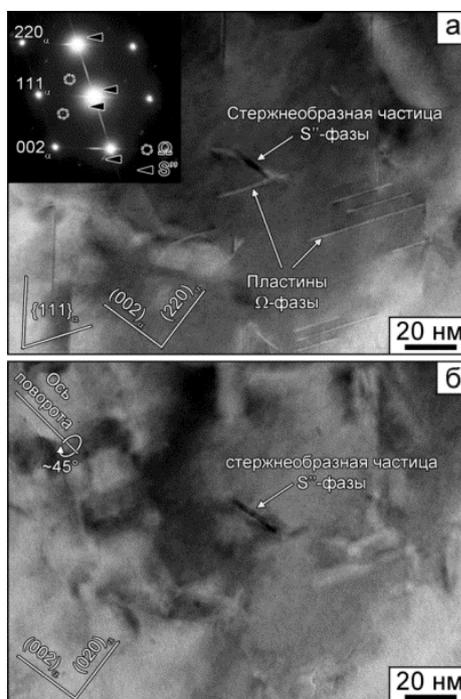


Рисунок 4.5 – Изображения ПЭМ микроструктуры в осях зон $\langle 110 \rangle_\alpha$ (а) и $\langle 100 \rangle_\alpha$ (б) образца после промежуточной деформации растяжением на 7% ($\epsilon \sim 0,07$) и старения при 190°C в течение 0,5 ч.

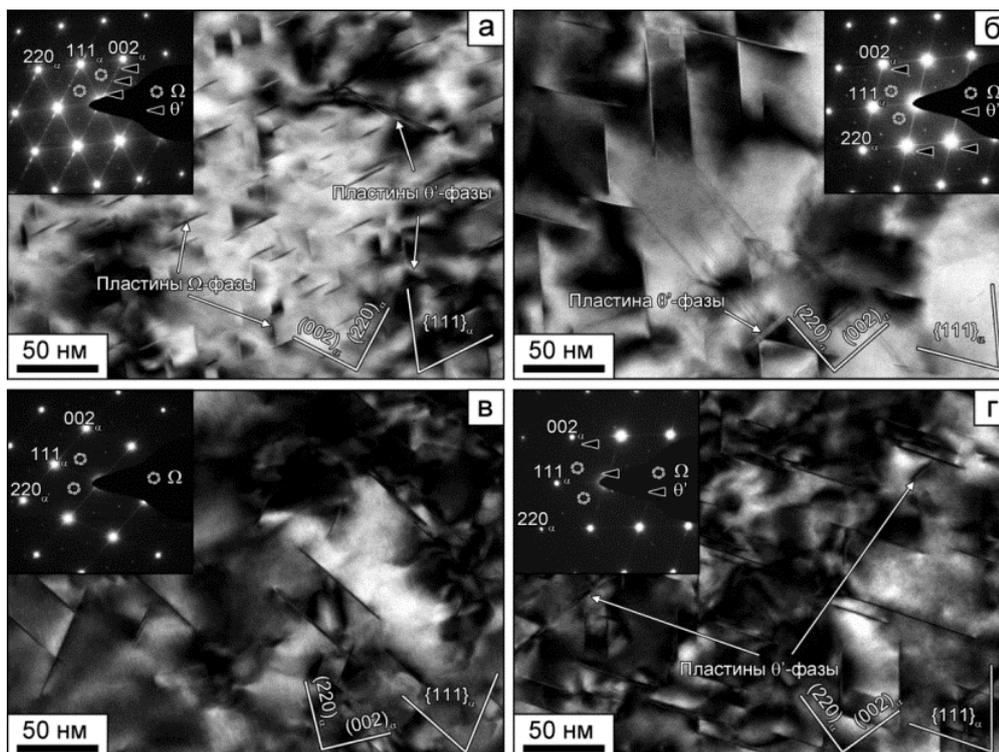


Рисунок 4.6 – Снимки ПЭМ и соответствующие электронограммы, полученные в оси зоны $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ для сплава после промежуточной деформации на 0% (а), 1% ($\epsilon \sim 0,01$) (б), 3% ($\epsilon \sim 0,03$) (в) и 7% ($\epsilon \sim 0,07$) (г) и старения при 190°C в течение 2 ч.

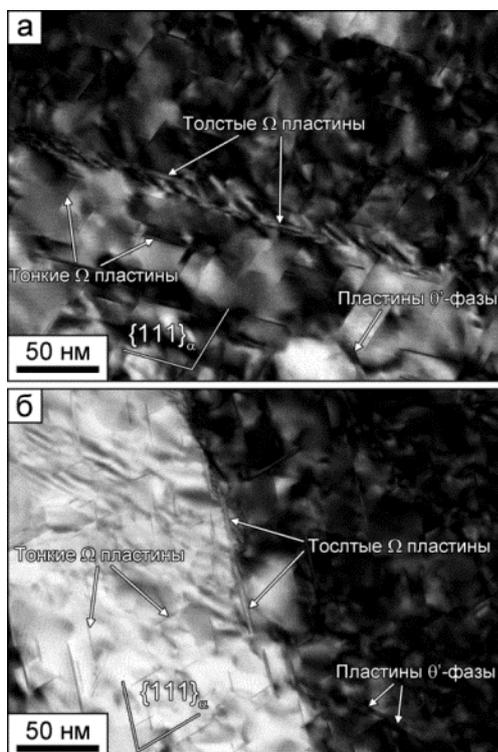


Рисунок 4.7 – Светлопольное ПЭМ изображения микроструктуры (а) и соответствующие картины дифракции (б), полученная в оси зоны $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ для сплава после промежуточной деформации холодной прокаткой с обжатиями 60% ($\epsilon \sim 0,92$) (а) и 80% ($\epsilon \sim 1,61$) (б).

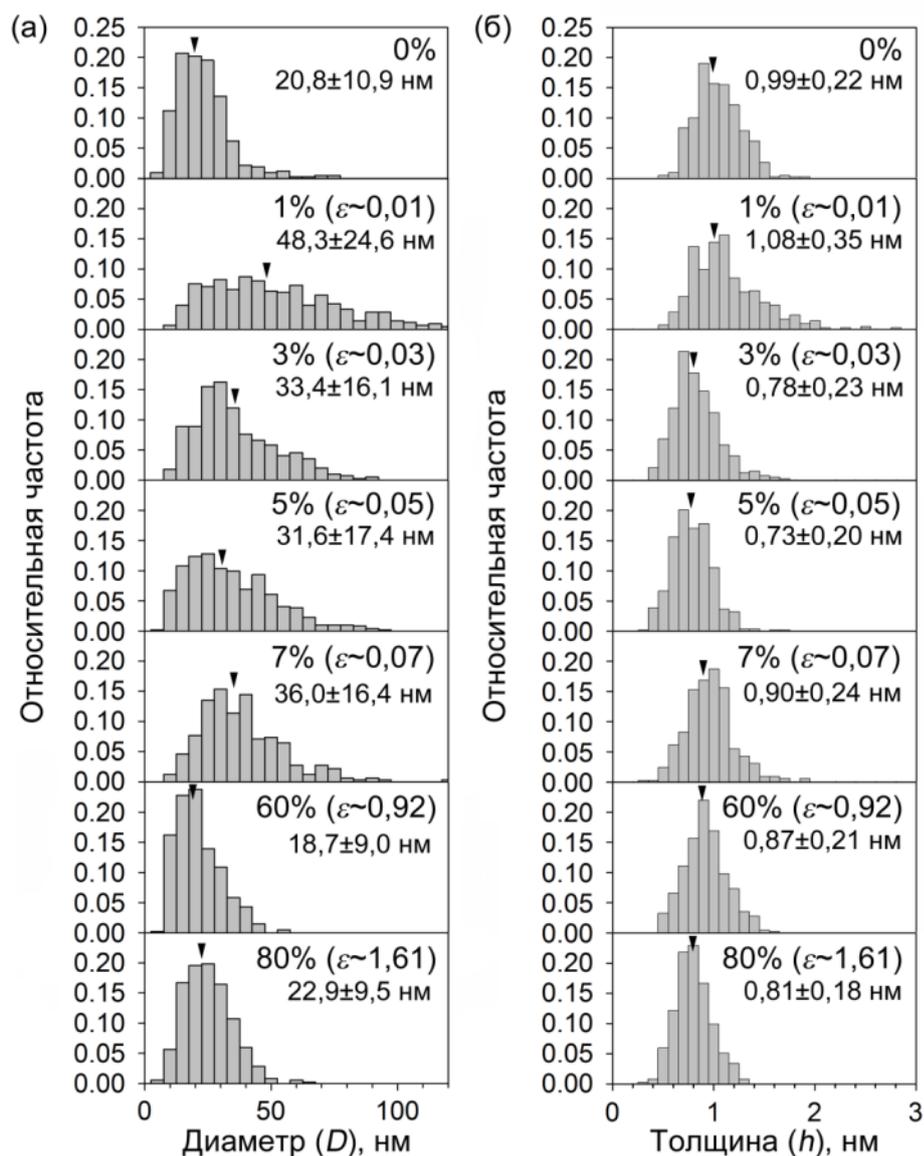


Рисунок 4.8 – Влияние промежуточной деформации и последующего старения при 190°C в течение 2 ч на распределение диаметров (а) и толщин (б) пластин Ω -фазы в теле зерен/субзерен.

Снимки ПЭМ сплава после промежуточной деформации растяжением и прокаткой с последующим старением на максимальную прочность при 190°C в течение 2 ч представлены на рисунках 4.6 и 4.7, соответственно. Все снимки ПЭМ получены в оси зоны $\langle 110 \rangle_{\alpha}$. Влияние промежуточной деформации на геометрические параметры Ω -фазы после старения приведены в таблице 4.1 и рисунке 4.8. В ходе анализ микроструктуры были идентифицированы три различных типа частиц. Кроме того, имеет место различие в морфологии между частицами, принадлежащие к каждому типу. Первый тип частиц является пластины Ω -фазы; их объемная доля значительна. Частицы этой фазы равномерно распределены в матрице при степенях промежуточной деформации менее

40% ($\epsilon \leq 0,51$) (рисунок 4.6). На картинах дифракции не были обнаружены доказательства преимущественной ориентации пластин Ω -фазы вдоль какой-либо плоскости типа $\{111\}_\alpha$. Промежуточная деформация оказывает влияние на размеры и плотность выделения частиц Ω -фазы (рисунки 4.7 и 4.8, таблица 4.1). Промежуточная деформация 1% ($\epsilon \sim 0,01$) приводит к увеличению на 180% среднего диаметра пластин Ω -фазы, тогда как толщина пластин остается неизменной. Коэффициент формы пластин увеличивается с ~ 21 до ~ 45 . В то же самое время, плотность выделения, N_V (шт./ м^3), падает в $\sim 2,7$ раза. Дальнейшее увеличение степени деформации растяжением приводит к уменьшению размеров Ω -фазы, однако коэффициент формы сохраняется на относительно высоком уровне ~ 40 (таблица 4.1). Величина N_V увеличивается и, при 3% ($\epsilon \geq 0,03$), примерно в два раза превосходит плотность выделения частиц в сплаве после промежуточной деформации растяжением на 1% ($\epsilon \sim 0,01$) (таблица 4.1). При $>40\%$ ($\epsilon > 0,51$), коэффициент формы частиц падает до ~ 25 главным образом в результате уменьшения диаметра пластин (таблица 4.1, рисунок 4.7). Толщина пластин Ω -фазы изменяется в интервале от 0,75 до 1 нм.

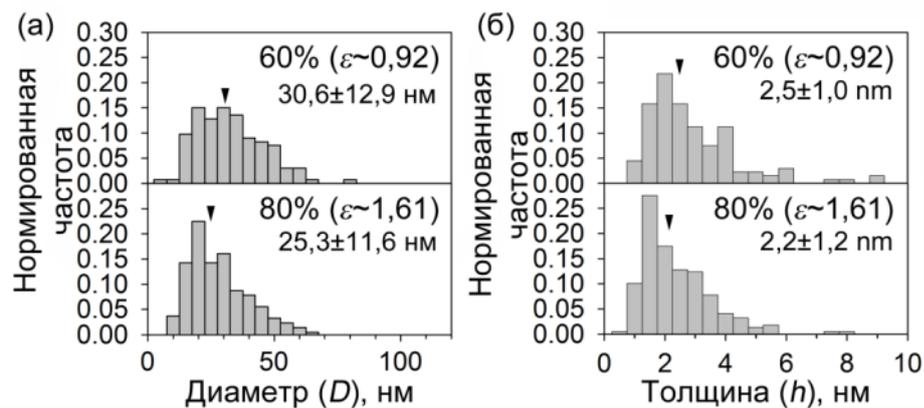


Рисунок 4.9 – Распределение диаметров (а) и толщин (б) пластин Ω -фазы, которые располагаются по границам зерен, окружающих деформационные полосы, для сплава после промежуточной деформации прокаткой с обжатиями 60% ($\epsilon \sim 0,92$) и 80% ($\epsilon \sim 1,61$) и старения при 190°C в течение 2 ч.

После холодной прокатки с обжатиями более 10% ($\epsilon \geq 0,11$) обнаружены пластины Ω -фазы, имеющие отличную друг от друга морфологию (1 и 2) (рисунки 4.7а и б). Морфология (1) пластин Ω -фазы была описана выше. Морфологией (2) описывается относительно грубыми пластинами Ω -фазы, имеющими толщину 2,2-2,5 нм и относительно низкий коэффициентом формы ~ 12 (рисунок 4.9). При $\geq 60\%$ ($\epsilon \geq 0,92$), эти толстые пластины обогащены магнием и серебром (рисунок 4.10) и формируют цепочки по границам деформационных полос или полос сдвига (рисунки 4.1д и 4.7а). Имеет место

различие между двумя типами пластин Ω -фазы. Утолщенные пластины имеют преимущественную пространственную ориентацию параллельную границам деформационного происхождения, ориентация которых близка к плоскости $\{111\}_\alpha$. Угол между нормальными к плоскости зёрновой границы и к плоской межфазной границы пластины Ω -фазы находится в интервале от 0 до 45°. Только одна плоская межфазная поверхность габитуса сохраняет полностью когерентную конфигурацию и специфическое ориентационное соотношение [3,4,6,52,53,56,60], тогда как противоположная плоская межфазная поверхность имеет полностью или частичную полукogerентную структуру и ориентационное соотношение на этой поверхности отклоняется от $(001)_\Omega // (111)_\alpha$ на угол разориентировки границы деформационного происхождения ($\geq 4^\circ$) (рисунок 4.11). Наличие данной разориентировки границ матрицы связано с формированием выступа на полукogerентной плоской межфазной поверхности, приводящей к утолщению пластин Ω -фазы [6,40,56,97]. По этой причине, формирование деформационных полос приводит к появлению относительно грубых пластин Ω -фазы вдоль плоскости $\{111\}_\alpha$ с полукogerентной межфазной границей в результате гетерогенного зарождения и ускоренного роста на дислокационной границе или границе полос сдвига. Возможно, морфологии частиц Ω -фазы (2) не будут присущи уникальные свойства, которые характерны для тонких пластин данной фазы [4,6,53,60,61,62,135].

Таблица 4.1 Влияние степени промежуточной деформации и последующего старения при 190°C в течение 2 ч на геометрические параметры частиц Ω -фазы в теле зерен/субзерен

Степень деформации	Диаметр (D), нм	Толщина (h), нм	Коэффициент формы (D/h)	Плотность выделения N_V , мкм ⁻³	Объемная доля (f), %
0%	20,8±10,9	0,99±0,22	21,01	9931±1409	0,33
1% ($\epsilon \sim 0,01$)	48,3±24,6	1,08±0,35	44,72	3615±1067	0,72
3% ($\epsilon \sim 0,03$)	33,4±16,1	0,78±0,23	42,82	6982±1668	0,48
5% ($\epsilon \sim 0,05$)	31,6±17,4	0,73±0,20	43,3	6179±1738	0,35
7% ($\epsilon \sim 0,07$)	36,0±16,4	0,90±0,24	40,0	5421±1218	0,50
60% ($\epsilon \sim 0,92$)	18,7±9,0	0,87±0,21	21,5	7274±1819	0,17
80% ($\epsilon \sim 1,61$)	22,9±9,5	0,81±0,18	28,3	7488±1890	0,25

Вторым и третьим типами частиц являются θ' - и S' -фазы (рисунок 4.6, 4.7 и 4.12). Их объемная доля мала. Частицы θ' -фазы имеют плоскость габитуса $\{001\}_\alpha$ и зарождаются на

дислокациях. На рисунке 4.6 наблюдаются размытые в направлении $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ рефлексы от частиц данной фазы, обозначенные кругами на картинах дифракции в оси зоны $\langle 110 \rangle_{\alpha}$. Вокруг пластин θ' -фазы наблюдается поле когерентных напряжений в матрице. Частицы S' -фазы имеют форму близкую к равноосной со средним размером ~ 5 нм (рисунок 4.12). Эти частицы располагаются по границам зерен и имеют полукogerентную межфазную границу с зерном К и некогерентную – с зерном М (рисунок 4.12). S' -фаза имеет орторомбическую кристаллическую структуру (пространственная группа $Cmcm$, параметры кристаллической решетки: $a=0,405$ нм, $b=0,927$ нм, $c=0,718$ нм) и отклонение $\sim 10^\circ$ от ориентационного соотношения с зерном К ($[100]_s // [100]_{\alpha}$, $[010]_s // [021]_{\alpha}$, $[001]_s // [012]_{\alpha}$) (рисунок 4.12), которое является характерным для Туре I (или S1) S-фазы [132,135]. Доказательства присутствия S-фазы Туре II (S2) или S'' -фазы не обнаружены [60,132,135].

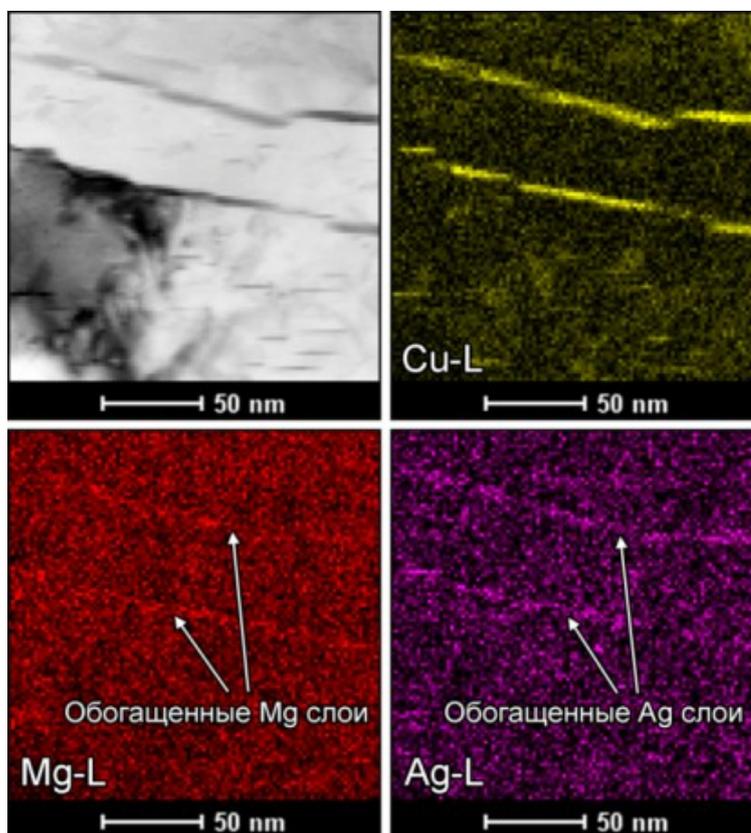


Рисунок 4.10 – Снимок СПЭМ и распределение меди (Cu), магния (Mg) и серебра(Ag) в соответствующей области для сплава после промежуточной деформацией холодной прокаткой с обжатием 60% ($\epsilon \sim 0,92$) и старения при 190°C в течение 2 ч.

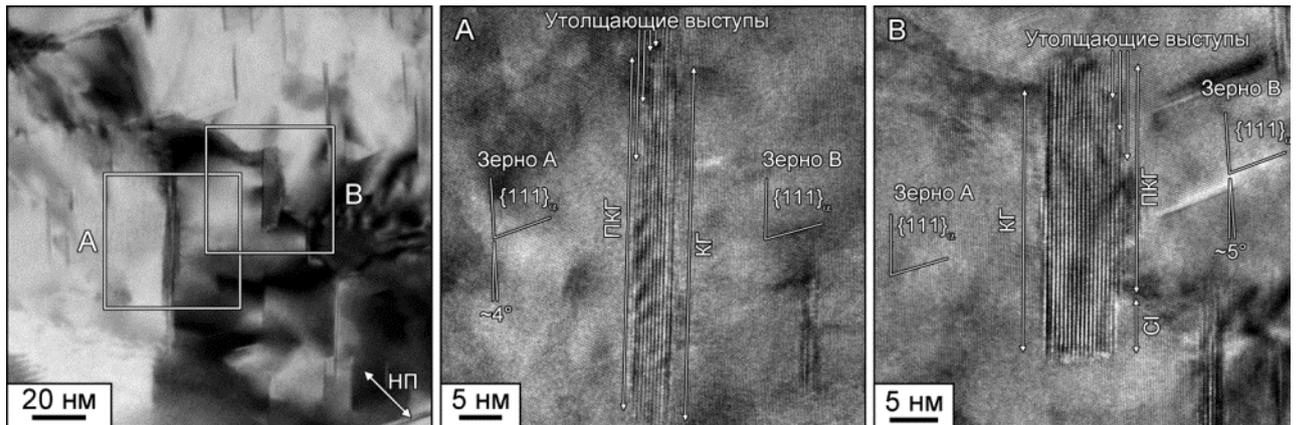


Рисунок 4.11 – Прямое разрешение ПЭМ, полученное в оси зоны $\langle 110 \rangle_\alpha$ для сплава после холодной прокатки с обжатием 80% ($\varepsilon \sim 1.61$) и старением при 190°C в течение 2 ч. Представлено распределение когерентных (КГ) и полукogerентных (ПКГ) плоских межфазных границ, вокруг толстых пластин Ω -фазы.

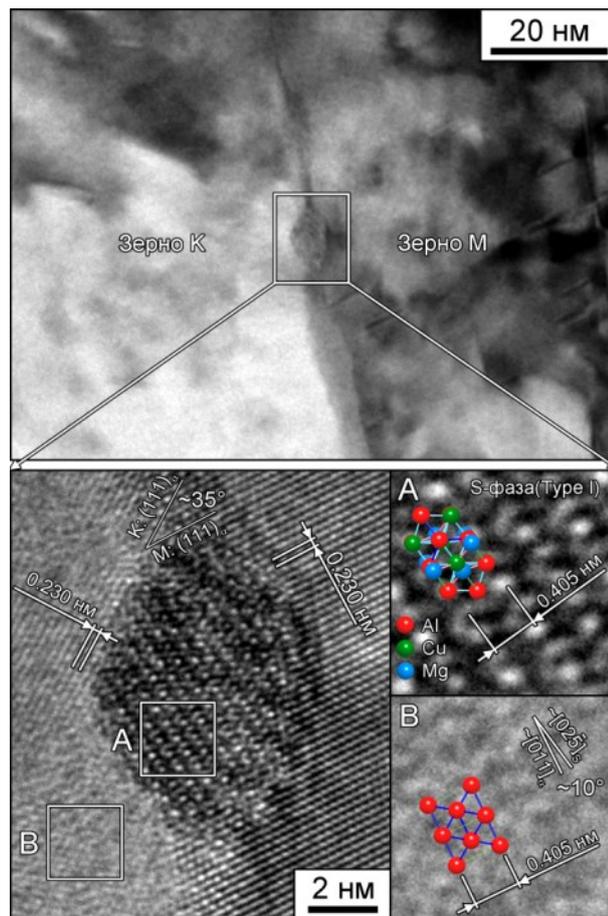


Рисунок 4.12 – Снимок ПЭМ и прямое разрешение ПЭМ частицы S-фазы для сплава после прокатки с обжатием 80% и старением при 190°C в течение 2 ч. Оси зон $\langle 110 \rangle_\alpha$ для ГЦК матрицы и $\langle 073 \rangle_S$ для S-фазы.

4.1.4 Обобщение полученных результатов

Пластическая деформация применяется перед старением для повышения плотности дислокаций даже после незначительной степени деформации, что приводит к изменению последовательности выделения фаз (1.10). Полученные в данной работе результаты подтверждают, что последовательность выделения фаз (1.11) для Al-Cu-Mg-Ag сплавов после промежуточной деформации, представленная в более ранних работах, была существенно упрощена. Очевидно, что выделение Ω -фазы и S-фаз происходит независимо через последовательность формирования метастабильных фаз, и по этой причине, они должны рассматриваться отдельно друг от друга.

Последовательность выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве после промежуточной деформации на 1-80% ($\varepsilon \sim 0,01-1,61$) может быть представлена:



Пластическая деформация нарушает формирование кластеров Mg-Ag с медью, которые обеспечивают формирование зон ГП в теле зерен. Очевидно, что серебро возвращается в твердый раствор. В представленной работе не были получены явные доказательства формирования Cu-Mg кластеров, которые имеют структуру и ориентацию аналогичную Ω -фазе, в связи с отсутствием явных дифракционных рефлексов или размытых рефлексов на электронограммах или их характерного фазового контраста [4,54,56,59,60,133,137]. Однако, имеется два косвенных доказательства формирования этих кластеров. Первое, имеет место четко выраженная начальная стадия упрочнения при естественном старении, однако после относительно длительной выдержки (кривые изменения микротвердости, представленных в главе 5) [60,135]. Кажется, что атомы серебра препятствуют формированию этих кластеров. Второе, имеет место выделение зон ГПБ2/S''-фазы, «предшественниками» которых являются кластеры Cu-Mg [60,134,135]. На данный момент нет явных доказательств, что кластеры Cu-Mg без серебра выступают в роли «предшественников» Ω -фазы [4]. Однако, обнаружены доказательства, что Ω -фаза может выделяться в Al-Cu-Mg сплавах (без серебра) после нагартовки и последующего искусственного старения [4,54,136]. Очевидно, что очень тонкие пластины Ω -фазы выделяются гомогенно из пересыщенного твердого раствора после нагартовки. По этой причине промежуточная деформация растяжением 1% приводит к значительным

изменениям дисперсности Ω -фазы. Формирование частиц Ω -фазы приводит к растворению зон ГПБ2/S''-фазы в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [40].

Скользящие дислокации «сметают» атомы меди, что приводит к формированию на этих дислокациях зон ГП или θ' -фазы при естественном или искусственном старении, соответственно, после промежуточной деформации. К тому же, дислокации также «сметают» атомы магния и серебра. Это приводит к формирования S-фазы (Type I) [135] и Ω -фазы на этих границах во время искусственного старения после промежуточной прокатки на значительную степень деформации. Морфология Ω -фазы на инициированных деформацией границах имеет характерные структурные признаки. Часть плоской межфазной поверхности имеет полукогерентную структуру. Это может способствовать высокой скорости огрубления зернограничных выделений Ω -фазы в результате интенсивной миграции существующих выступов вдоль плоской межфазной поверхности [6]. Этот процесс огрубления в конечном счете приводит к *in situ* трансформации Ω -фазы в термодинамически равновесную θ -фазу с некогерентными межфазными границами. Аналогичный процесс трансформации Ω -фазы наблюдается в процессе пластической деформации при 250-300°C [55,97], рассмотренной далее более подробно.

4.2 Интенсивная пластическая деформация при повышенных температурах

4.2.1 Исходная микроструктура

Подробная информация о природе, среднем размере, форме и распределении частиц различных фаз после гомогенизации была представлена в главе 3. После горячей деформации при ~400°C, отжига при 520°C в течение 1 часа и закалки в воду сплав имеет однородную зёрненную структуру. Средний размер зерна составляет ~48 и ~38 мкм в продольном и поперечном направлениях, соответственно, а частицы исходных θ - и W-фаз располагаются по границам зерен (рисунки 4.13а и б). Их объемная доля и средний размер достигает ~2,6% и ~150 нм, соответственно, а среднее расстояние между частицами составляет ~1 мкм. В структуре также наблюдаются дисперсные когерентные частицы β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$), имеющие средний размер ~25 нм (рисунок 4.13в). Их распределение неоднородно; расстояние как между отдельно взятыми частицами, так и их конгломерациями изменяется в интервале от 100 нм до 10 мкм.

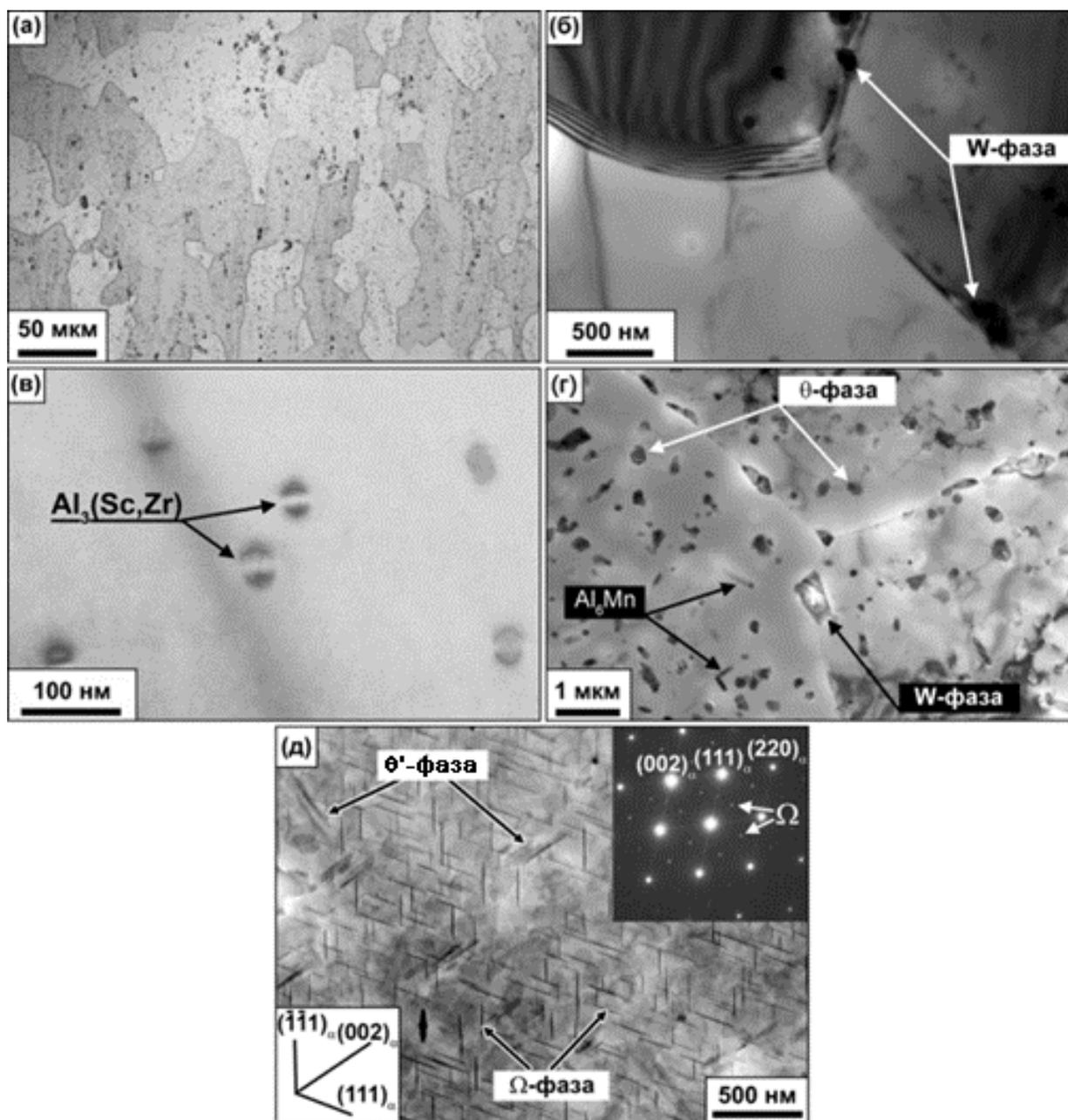


Рисунок 4.13 – Типичная микроструктура сплава после закалки (а-в), старения при 380°C в течение 3 часов (г) и старения при 250°C в течение 5 ч (д)

Отжиг при 380°C в течение 3 ч приводит к увеличению объемной доли частиц различных фаз до ~7% (рисунок 4.13г). Большинство частиц равновесной θ -фазы имеют средний размер ~170 нм (рисунки 4.13г и 4.14а). Частицы θ -фазы содержат скандий и цирконий (рисунок 4.14а), и выделяются как в теле исходных зерен, так и по границам зерен (рисунок 4.13б). Среднее расстояние между частицами достигает ~0,5 мкм. В структуре сплава также обнаружены дисперсные частицы фазы Al_6Mn , содержащие медь и имеющие пластинчатую форму со средним продольным размером ~250 нм (рисунок 4.14в); их объемная доля незначительна. Очевидно, частицы этой фазы будут оказывать незначительное влияние на процесс формирования мелкозернистой структуры при РКУ

прессовании [31,167]. Таким образом, отжиг при относительно высокой температуре (380°C) приводит к преимущественному выделению θ -фазы, содержащей скандий.

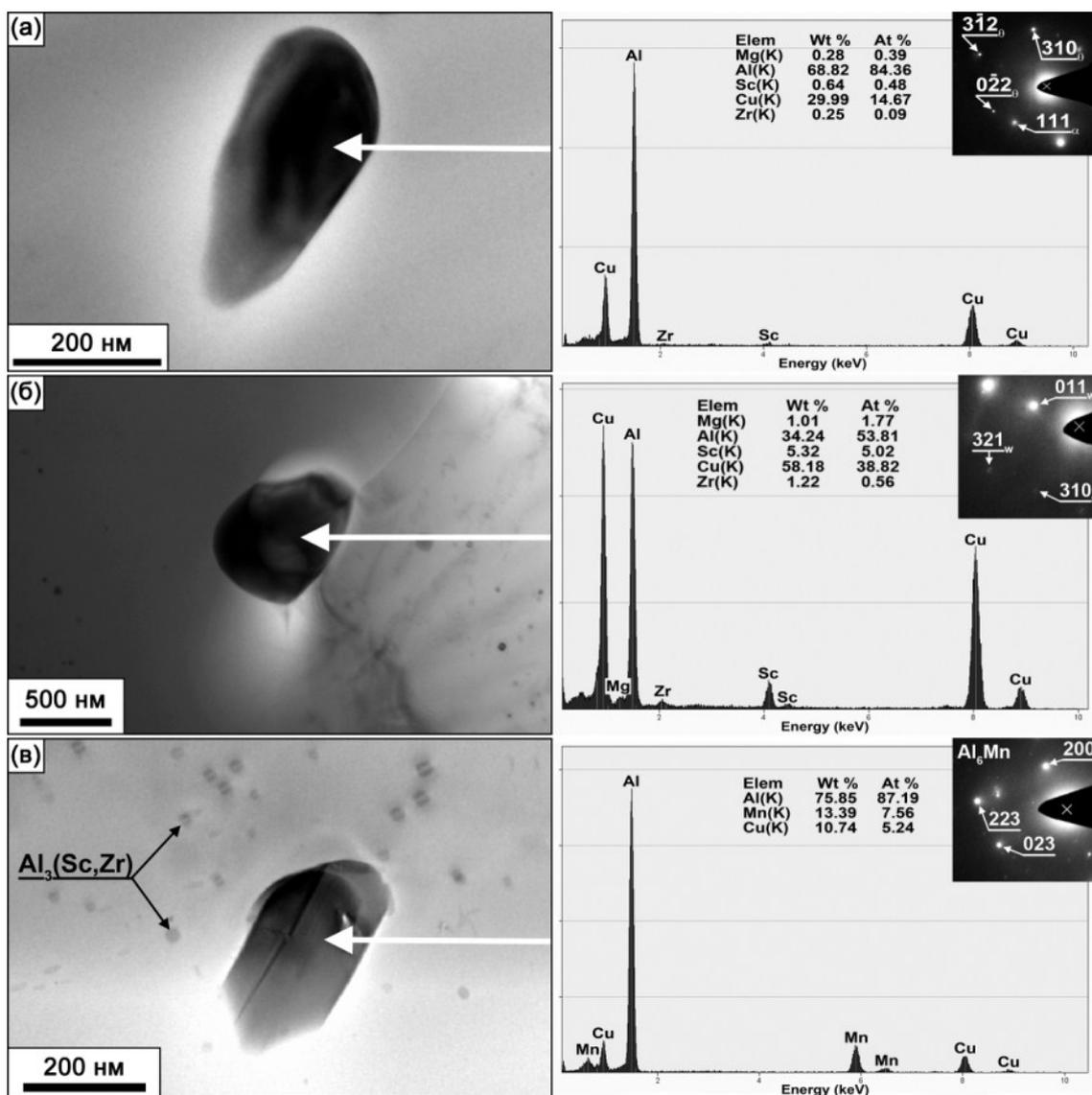


Рисунок 4.14 – Фазовый состав сплава после перестаривания при 380°C:
 θ -фаза (а), W-фаза (б), Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$ (в)

Следует отметить, что после отжига при 380°C по границам зерен наблюдаются равноосные частицы W-фазы (рисунок 4.14б). Частицы данной фазы содержат в среднем ~5,3 масс. % скандия и ~1,2 масс. % циркония. Однако, при проведенных микроструктурных исследованиях не обнаружено различий в объемной доле, морфологии и химическом составе между частицами W-фазы в закаленном и отожженном состояниях сплава. Очевидно, что эти частицы W-фазы формируются в сплаве после гомогенизации.

После отжига при 250°C в течение 5 часов в теле зерен наблюдается выделение дисперсных частиц метастабильных фаз – преимущественно происходит равномерное выделение гексагональных пластин Ω -фазы диаметром $125,6 \pm 56,7$ нм и толщиной $4,7 \pm 0,9$

нм, ориентированных вдоль плоскостей габитуса $\{111\}_\alpha$ (рисунок 4.13д). Эти пластины имеют когерентные и полукogerентные межфазные границы с алюминиевой матрицей.

В структуре также наблюдается незначительная объемная доля другой фазы в виде относительно тонких пластин вдоль плоскостей габитуса $\{100\}_\alpha$ (рисунок 4.13д). На основании морфологии и плоскости габитуса эти пластины идентифицированы как θ' -фаза (метастабильная конфигурация θ -фазы), имеющая полукogerентные межфазные границы [1,52,138]. Однако, характерные для θ' -фазы рефлексy на электронограммах не были обнаружены. Это может иметь место в результате незначительной объемной доли θ' -фазы. При температурах отжига (старения) близких к 250°C , имеет место быстрое огрубление частиц θ' -фазы (рисунке 4.13д). Одновременно, происходит трансформация когерентной структуры плоской межфазной границы вдоль плоскости габитуса в полукogerентную [138]. Некogerентная θ -фаза, как известно, не способна зарождаться на межфазной поверхности θ'/α [1]. Однако, доказательств выделения относительно крупных частиц равновесной θ -фазы в теле зерен не обнаружено.

4.2.2 Деформация при 300°C

4.2.2.1 Эволюция микроструктуры и фазового состава в состоянии №1 Al-Cu-Mg-Ag сплава

Эволюция микроструктуры. На рисунках 4.15 и 4.16 представлены результаты анализа EBSD и снимки ПЭМ структуры исходно закаленного сплава (№1) после РКУ прессования на различные степени деформации (ϵ). После $\epsilon \sim 1$, в исходных зернах, которые вытягиваются вдоль направления сдвига матрицы РКУ прессования (рисунок 4.15а) [34], обнаружено формирование границ, имеющих малоугловую разориентировку. Эти МУГ являются геометрически необходимыми границами (ГНГ), которые формируются между различными областями деформации кристалла, развернутых друг относительно друга, для согласования соответствующего различия объемов и формы заготовки в процессе РКУ прессования [139]. Расстояние между МУГ составляет $\sim 2,8$ мкм; средняя плотность дислокаций в теле вытянутых субзерен достигает $\sim 3,5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 4.2).

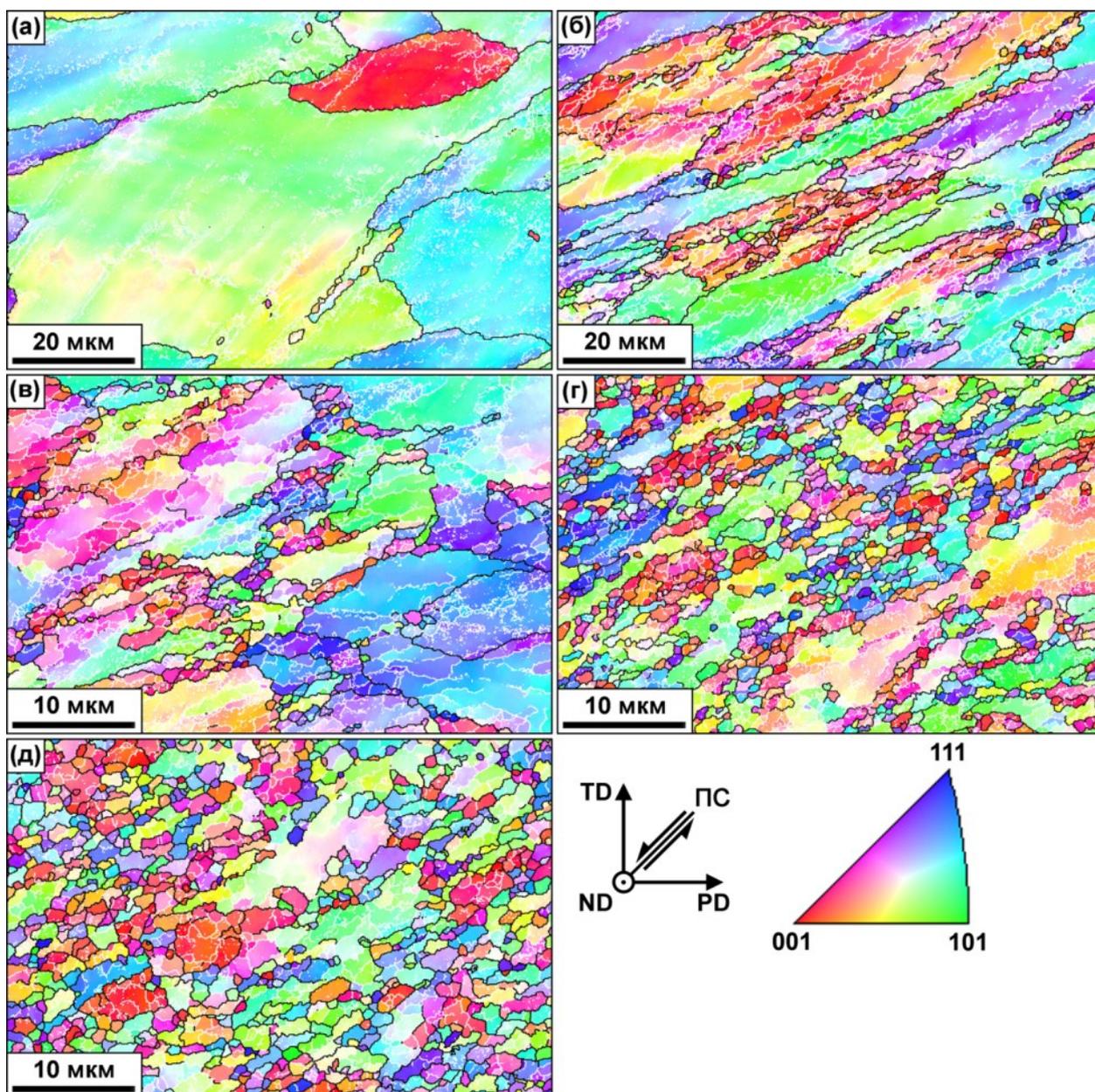


Рисунок 4.15 – Результаты анализа EBSD микроструктуры сплава после закалки и РКУ прессования при 300°C: $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д).

После $\varepsilon \sim 2$, в структуре сплава наблюдаются субзерна, вытянутые вдоль плоскости сдвига матрицы (рисунок 4.15б и 4.16б). Среднее расстояние между границами составляет 1,5-2,5 мкм. Вторым проходом РКУ прессования приводит к увеличению плотности ГНГ, имеющих малоугловую разориентировку. Плотность случайно распределенных дислокаций в теле зерен/субзерен увеличивается в ~ 2 раза и достигает $\sim 6,0 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (таблица 4.2). К тому же, вытянутые субзерна разбиваются случайными дислокационными границами (СДГ), являющимися результатом перераспределения и случайного захвата подвижных дислокаций [60].

Таблица 4.2 – Средняя плотность дислокаций в сплаве после РКУ прессования при 300°C

Количество проходов РКУ прессования	исходное состояние	
	Закаленное, м^{-2}	Перестаренное, м^{-2}
1	$3,5 \times 10^{13}$	1×10^{13}
2	$6,0 \times 10^{13}$	4×10^{13}
4	$5,5 \times 10^{13}$	3×10^{13}
8	$2,5 \times 10^{13}$	$1,5 \times 10^{13}$
12	2×10^{13}	$1,5 \times 10^{13}$

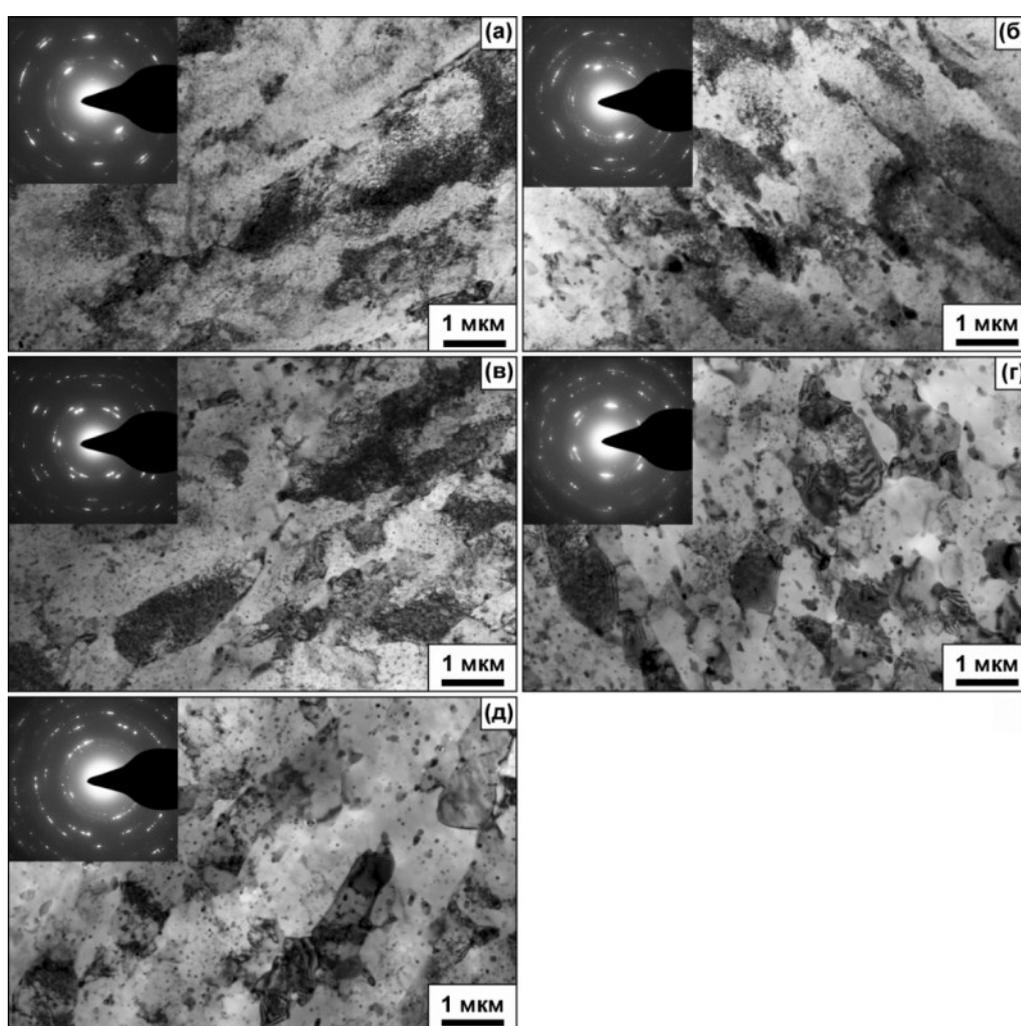


Рисунок 4.16 – Снимки ПЭМ микроструктуры состояния №1 сплава после РКУ прессования при 300°C: $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д)

После $\varepsilon \sim 4$, структура преимущественно состоит из пересекающихся деформационных полос, разделенных ГНГ. Средняя толщина этих деформационных полос составляет ~ 1 мкм (рисунки 4.15в и 4.16в).

После $\varepsilon \sim 8$, увеличивается доля областей рекристаллизованных зерен [140] (рисунок 4.16г). (Суб)зерна и зерна приобретают преимущественно равноосную форму (рисунок 4.16г). В нерекристаллизованных областях наблюдаются ГНГ. Происходит снижение плотности дислокаций в теле зерен (таблица 4.2).

Неравномерное формирование рекристаллизованных зерен в теле исходных зерен приводит к тому, что после 12 проходов РКУ прессования в материале наблюдаются некристаллизованные области (рисунок 4.15д). Основным механизмом измельчения зерен в состоянии №1 сплава в ходе РКУ прессования при 300°C является НДР. Формирование новых рекристаллизованных зерен происходит неравномерно в локальных областях пересечения деформационных полос. Данный процесс НДР не заканчивается даже после $\varepsilon \sim 12$.

Эволюция фазового состава. Анализ снимков ПЭМ показал, что после 1 прохода РКУ прессования происходит выделение пластин, имеющих плоскость габитуса $\{111\}_\alpha$ и когерентные плоские межфазные границы (рисунок 4.17а). Эти частицы были идентифицированы как Ω фаза [4,6,52,141]. Средний размер пластин составил $\sim 36,2$ нм в диаметре и $\sim 5,6$ нм в толщину. На снимках ПЭМ наблюдаются характерный контраст от упругих искажений кристаллической решетки матрицы, который связан с когерентной структурой межфазных границ $\Omega/\alpha(\text{Al})$ -фазами.

После $\varepsilon \sim 2$, пластины Ω фазы имеют средний диаметр $\sim 31,9$ нм и толщину $\sim 9,8$ нм (рисунок 4.17б и 4.18а). Следовательно, при втором проходе РКУ прессования толщина пластин Ω -фазы увеличивается до $\sim 9,8$ нм. Аналогичная толщина пластин Ω -фазы была получена после кратковременного старения при 300°C [120,141]. Диспергирование пластин Ω -фазы происходит в результате перерезания их дислокациями (рисунок 4.19в) [6,52]. Для данного состояния сплава характерна более сильная локализация дислокационного скольжения в первичной системе скольжения при 300°C по сравнению с деформацией при комнатной температуре [52,140]. Данный вывод сделан на основании того, что расстояние между отдельными участками среза пластин Ω фазы при 300°C составляет ~ 20 нм, что в 4 раза больше расстояния, наблюдаемого после деформации при комнатной температуре [52,140].

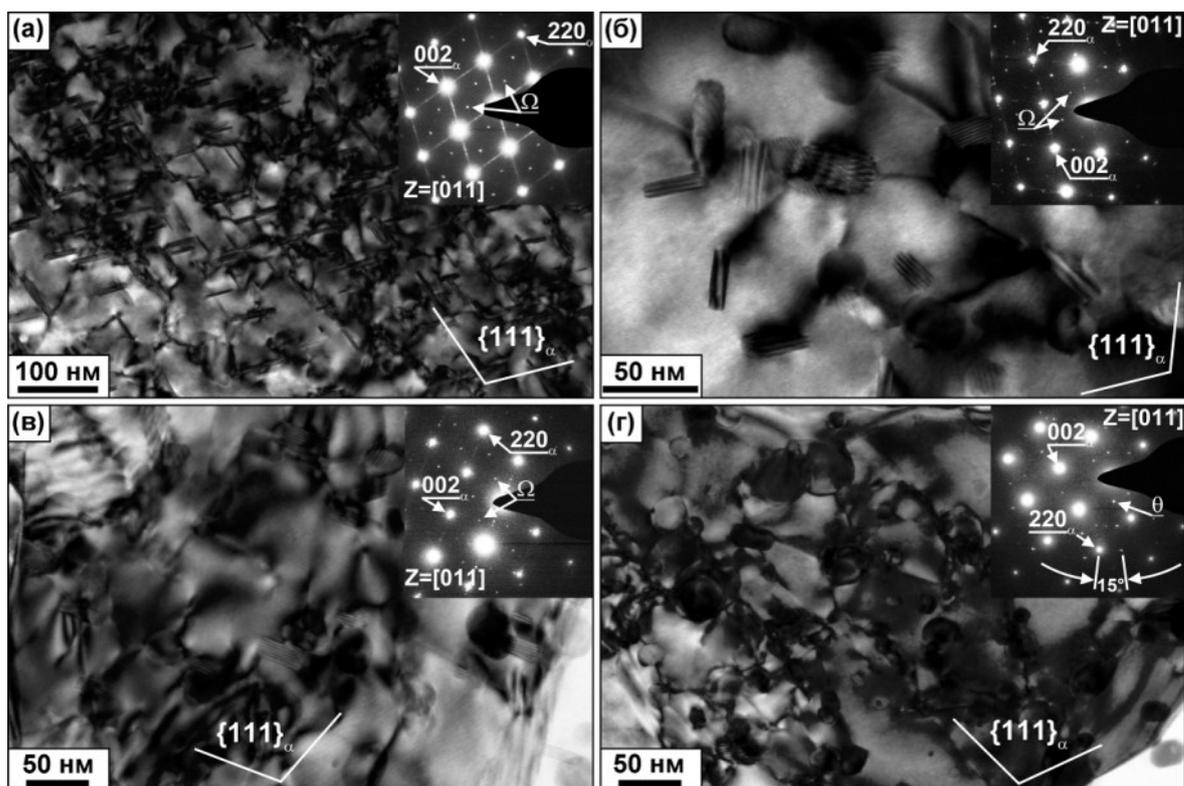


Рисунок 4.17 – Снимки ПЭМ частиц Ω -фазы после закалки и РКУ прессования при 300°C : $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в) и $\varepsilon \sim 8$ (г). Ось зоны $Z=[011]_\alpha$.

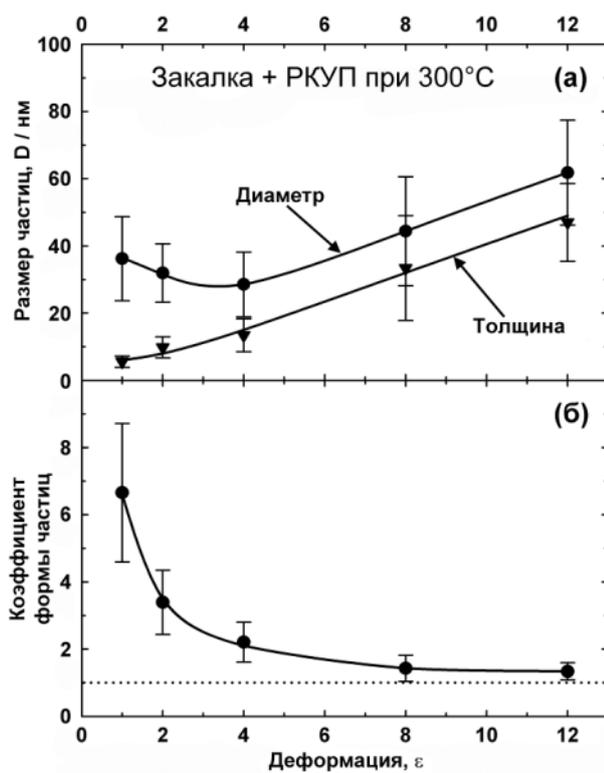


Рисунок 4.18 – Влияние степени деформации при 300°C размеры (а) и коэффициент формы частиц (б) в состоянии №1 сплава

Анализ фазового состава в ПЭМ показывает, что имеет место гетерогенное зарождение частиц S-фазы (Al_2CuMg) на торцах пластин Ω -фазы (рисунки 4.19а и б). Установлено, что ориентационное соотношение частиц S-фазы соответствует одному из эквивалентных ориентационных соотношений $[001]_\alpha//[100]_s$, $[02\bar{1}]_\alpha//[010]_s$ и $[012]_\alpha//[100]_s$ [142].

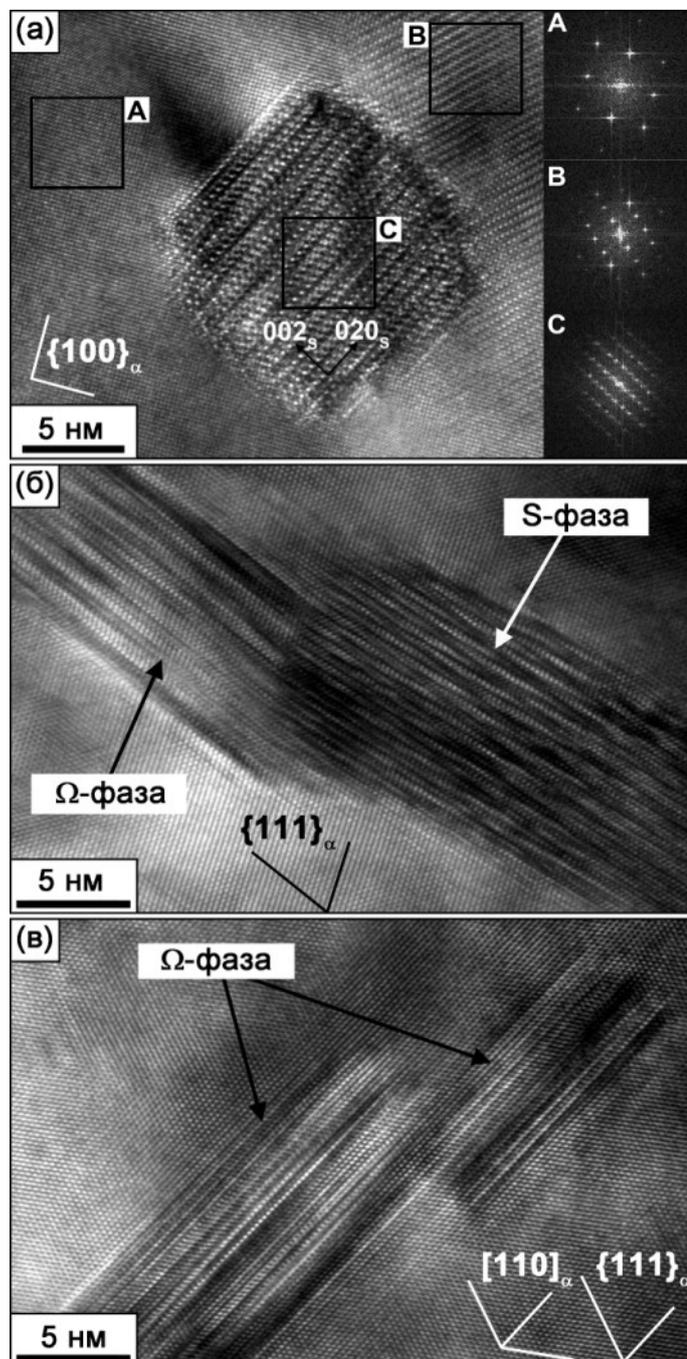


Рисунок 4.19 – Частицы Ω и S-фаз в сплаве после закалки и 2 проходов РКУ прессования:
Al (A), Ω -фаза (B) и S-фаза (C). Ось зоны $[001]_\alpha$ (а) и $[011]_\alpha$ (б,в)

С увеличением степени деформации, наблюдается потеря ориентационного соотношения Ω -фазы с матрицей, что приводит *in situ* превращению $\Omega \rightarrow \theta$ (рисунок 4.17г).

Как видно, частицы Ω -фазы, имеющие пластинчатую форму и когерентные/полукогерентные межфазные границы, соседствуют с равноосными частицами θ -фазы со средним размером ~ 40 нм (рисунки 4.18а и б). Частицы θ -фазы имеют некогерентные межфазные границы и преимущественно расположены по границам зерен. К тому же, после деформации РКУ прессованием частицы различного происхождения приобретают преимущественно равноосную форму (рисунок 4.20). Однако, также наблюдается формирование незначительного количества грубых частиц S-фазы, которые имеют вытянутую форму (рисунок 4.20).

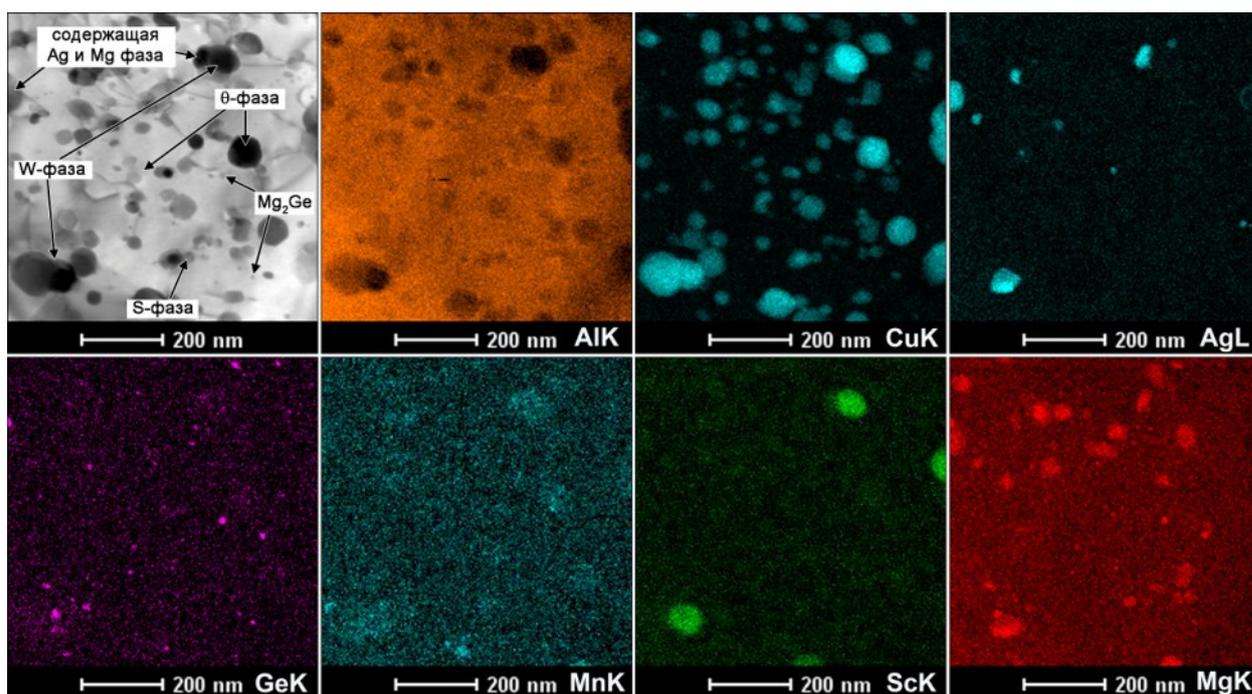


Рисунок 4.20 – Снимок СПЭМ и распределение легирующих элементов в состоянии №1 сплава после 8 проходов РКУ прессования

После $\epsilon \sim 12$, в структуре имеет место увеличение плотности выделений частиц θ и S-фаз, имеющих средний размер ~ 60 нм (рисунок 4.18). После $\epsilon \sim 12$, присутствие пластин Ω -фазы не подтверждается.

Таким образом, при начальных этапах РКУ прессования происходит выделение Ω -фазы, имеющей когерентные плоские межфазные границы. С увеличением степени деформации, частицы данной фазы теряют когерентную структуру межфазной границы, что приводит к формированию дисперсных частиц θ - и S-фаз, имеющих некогерентную структуру межфазных границ (рисунки 4.18 и 4.20). При 300°C Ω -фаза менее термодинамически стабильна чем θ - и S-фазы, что приводит к их росту в результате растворения Ω -фазы в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [114]. Анализ карт распределения скандия, магния и серебра выявил частицы двух других фаз, содержащих

данные элементы (рисунок 4.20). Также обнаружены дисперсные частицы фазы, содержащей германий.

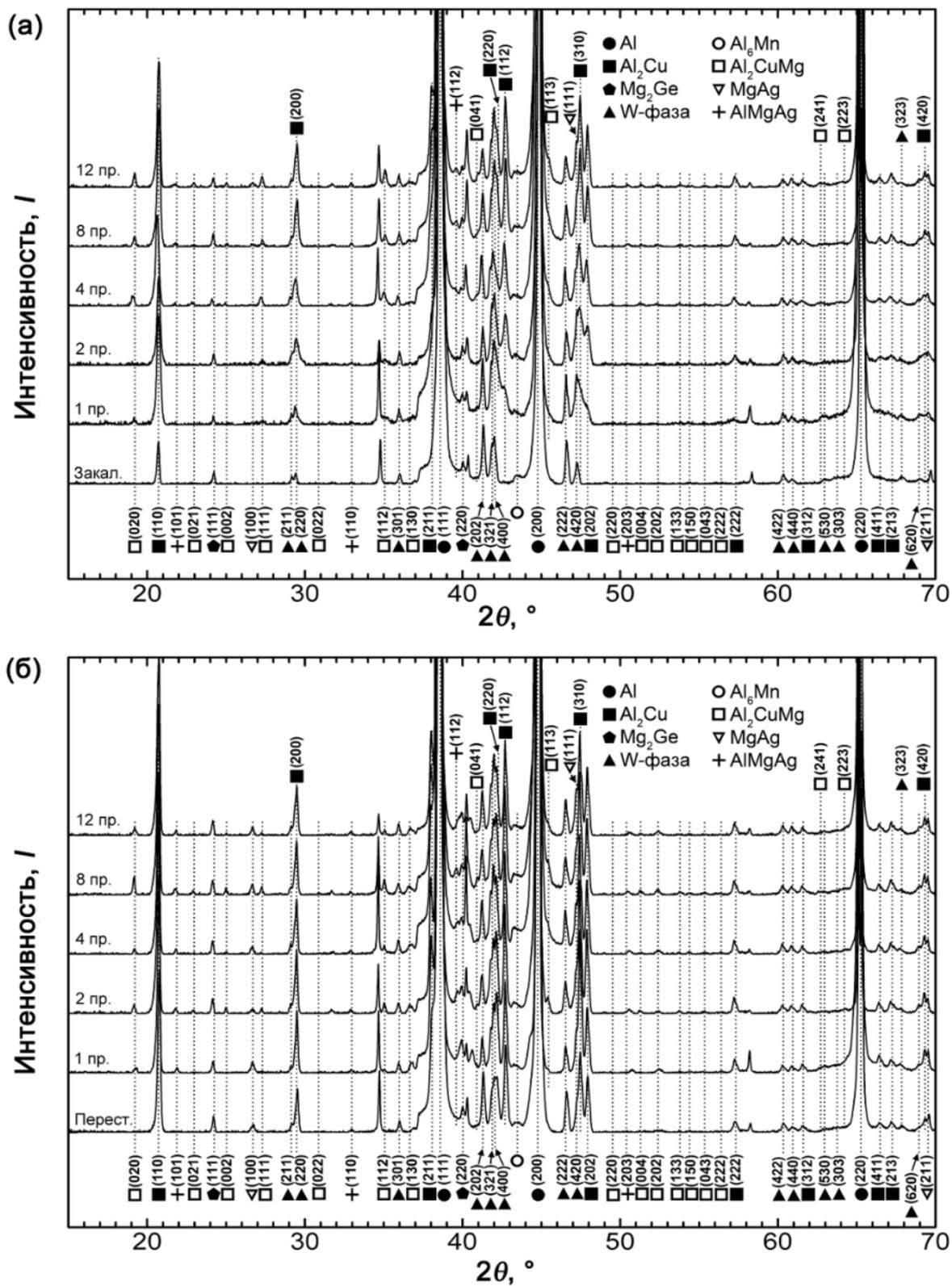


Рисунок 4.21 – Дифрактограммы образцов состояния №1 (а) и №3 сплава (б) после РКУ прессования при 300°C

Результаты рентгенофазового анализа (рисунок 4.21а) подтвердили результаты, полученные методом ПЭМ. Обнаружены характерные дифракционные пики от кристаллических структур θ -, Mg_2Ge , W - и Al_6Mn фаз. Следует отметить, дифракционные пики от $S(Al_2CuMg)$, $\beta'(MgAg)$ и $U(AlMgAg)$ -фаз, наблюдаются только после РКУ прессования. U -фаза имеет гексагональную кристаллическую структуру $P6_3/mmc$. Таким образом, пластическая деформация приводит к дополнительному выделению содержащих магний и серебро фаз, таких как $\beta'(MgAg)$ и $U(AlMgAg)$ [136]. Анализ литературных данных подтверждает возможное их присутствие при $300^\circ C$ [108].

4.2.2.2 Эволюция микроструктуры и фазового состава в состоянии №3 сплава

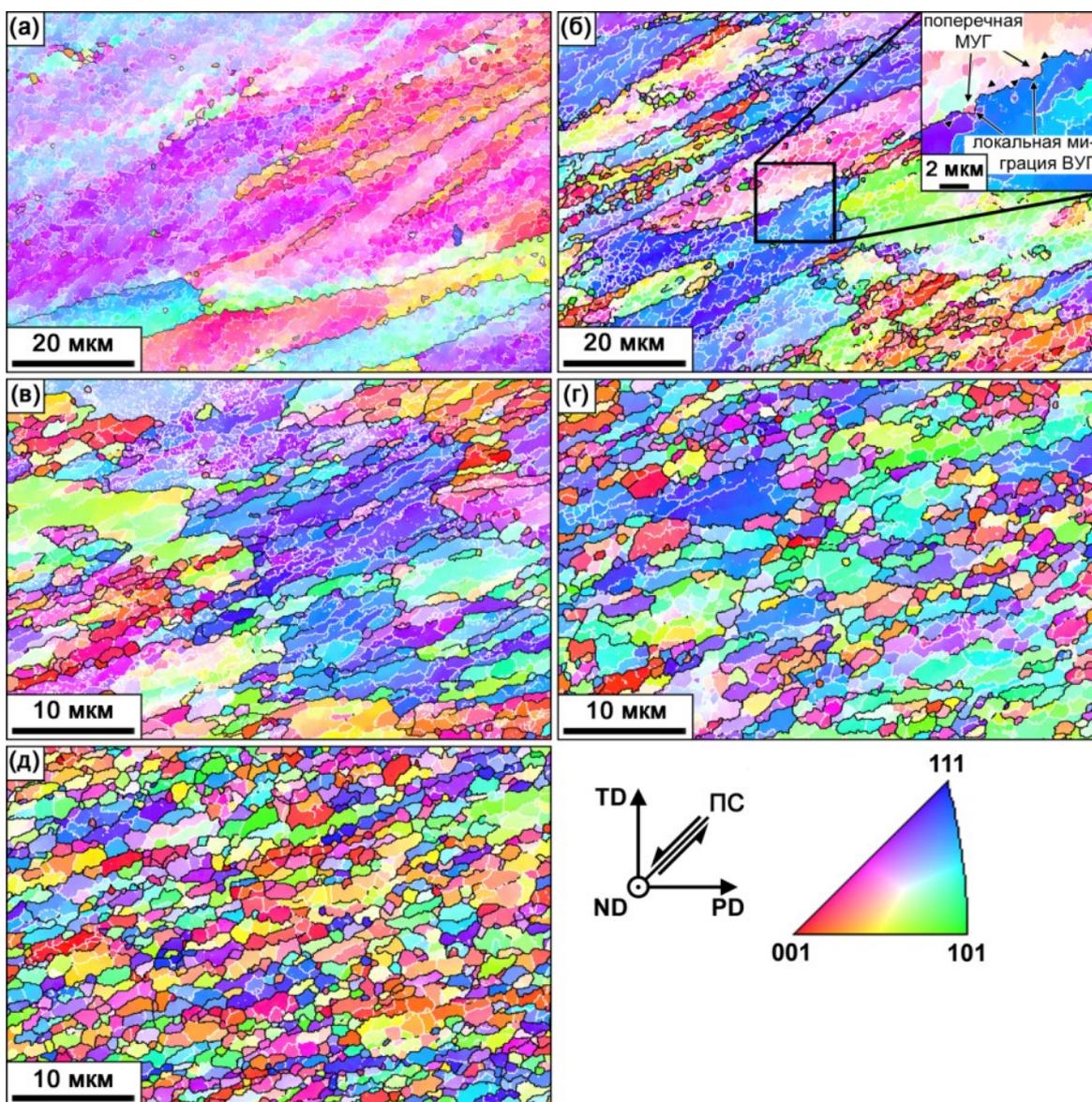


Рисунок 4.22 – Результаты EBSD анализа микроструктуры в состоянии №3 сплава после РКУ прессования при $300^\circ C$: $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д).

Эволюция микроструктуры. Эволюция зеренной структуры в состоянии № 3 сплава при РКУ прессовании отличается от структурных изменений, наблюдаемых в состоянии №1. На рисунках 4.22 и 4.23 представлены результаты EBSD анализа и снимки ПЭМ микроструктур после РКУ прессования в интервале степеней деформации от ~ 1 до ~ 12 . После $\varepsilon \sim 1$, наблюдается развитие равномерной пространственной сетки МУГ в теле исходных зерен (рисунок 4.22а). Формирование деформационных полос, окруженных ГНГ, происходит под углом $\sim 26^\circ$ к направлению РКУ прессования. МУГ разбивают эти деформационные полосы на равноосные субзерна и (суб)зерна (рисунок 4.23а). Сравнительный анализ микроструктуры после малых степеней деформации методом РКУ прессования показывает, что присутствие относительно грубых частиц различных фаз в состоянии №3 сплава способствует более равномерному формированию сетки МУГ в объеме материала по сравнению с состоянием №1.

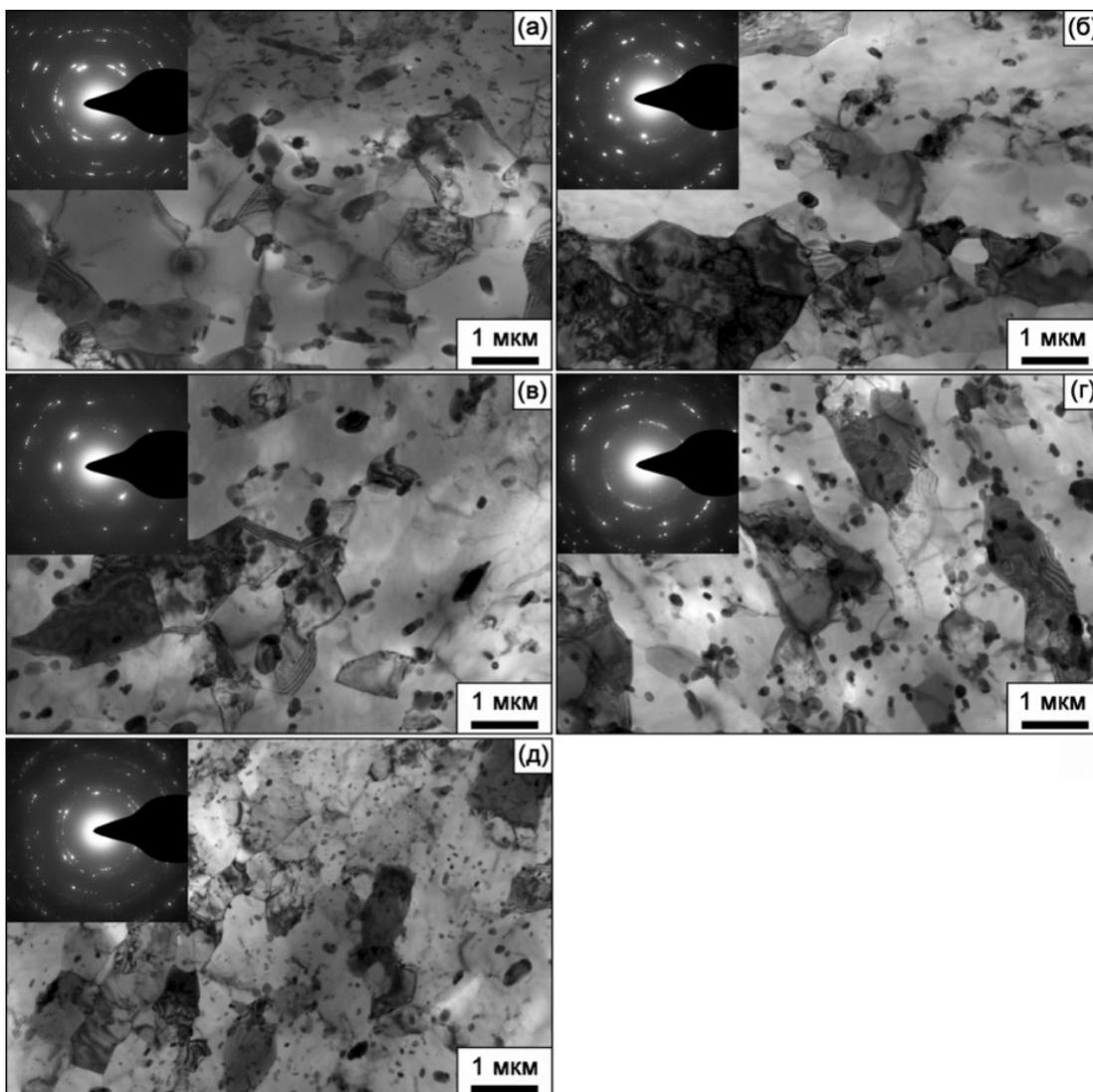


Рисунок 4.23 – Снимки ПЭМ микроструктуры состояния №3 сплава после РКУ прессования при 300°C: $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д)

Следует также отметить, что в ходе РКУ прессования при 300°C для границ исходных зерен характерна зубчатость (рисунок 4.22а и б). Как видно, формирование новые (суб)зерен и зерен наблюдается в локальных областях пересечения деформационных полос в результате поворота заготовки между проходами РКУ прессования. Основным действующим механизмом рекристаллизации в состоянии №3 сплава является НДР. Скорость НДР увеличивается в результате формирования равномерной сетки МУГ при малых степенях деформации образцов. Следует отметить, количественный анализ структуры в ПЭМ состояния №3 Al-Cu-Mg-Ag сплава после РКУ прессования свидетельствует о том, что плотность дислокаций невысока по сравнению с состоянием №1 (таблица 4.2). Видимо, это связано со стоком дислокаций в формирующиеся границы в процессе деформации и межоперационных прогревах образцов.

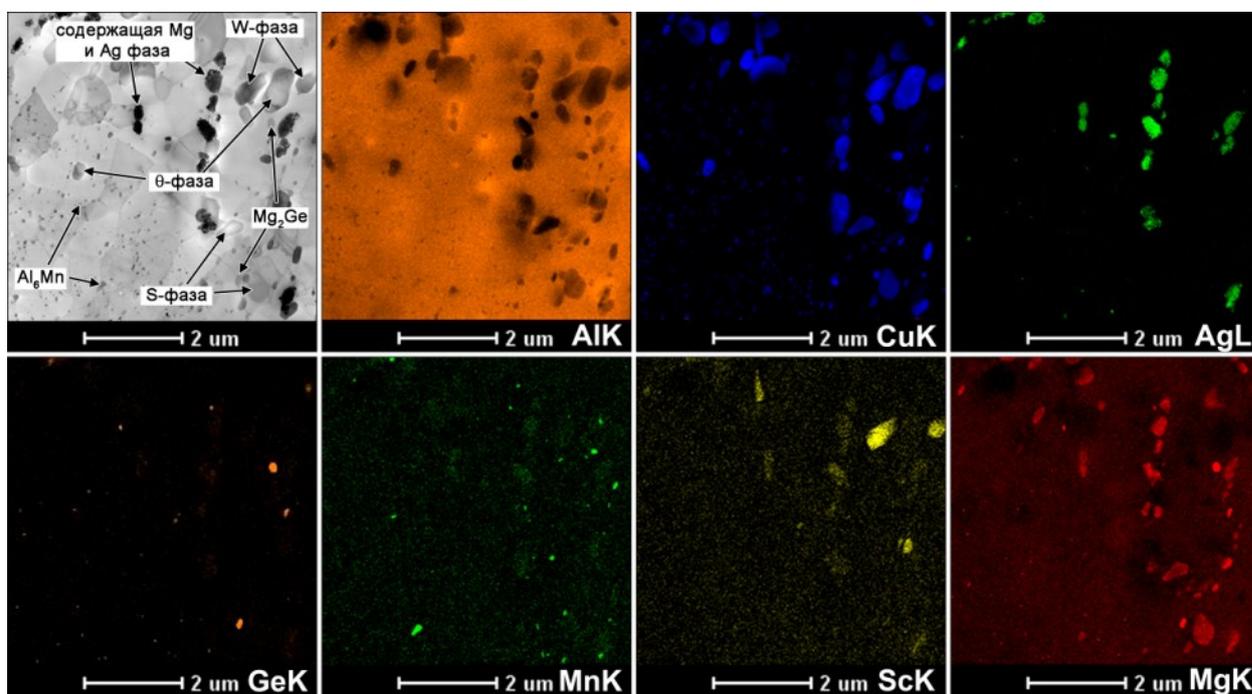


Рисунок 4.24 – Снимок СПЭМ и распределение легирующих элементов в состоянии №3 сплава после 12 проходов РКУ прессования при 300°C

После $\varepsilon \sim 4$, формируется частично рекристаллизованная структура (рисунок 4.22в). Отдельные рекристаллизованные зерна развиваются в теле исходных зерен. Плотность дислокаций увеличивается незначительно (таблица 4.2).

Дальнейшая деформация приводит к увеличению объемной доли рекристаллизованных зерен (рисунок 4.22г). При $\varepsilon \sim 8$, отдельные равноосные кристаллиты в теле исходных зерен по-прежнему окружены МУГ. С увеличением степени деформации от ~ 4 до ~ 8 плотность дислокаций уменьшается в ~ 2 раза (таблица 4.2). Известно [60], что

стоками для дислокации являются МУГ, которые в результате данного процесса увеличивают угол разориентировки. Как следствие, МУГ, расположенные в теле исходных зерен, трансформируются в ВУГ. После $\varepsilon \sim 12$ происходит формирование практически полностью рекристаллизованной структуры, которая более однородна в состоянии №3 сплава, чем в состоянии №1 (рисунки 4.15д и 4.22д).

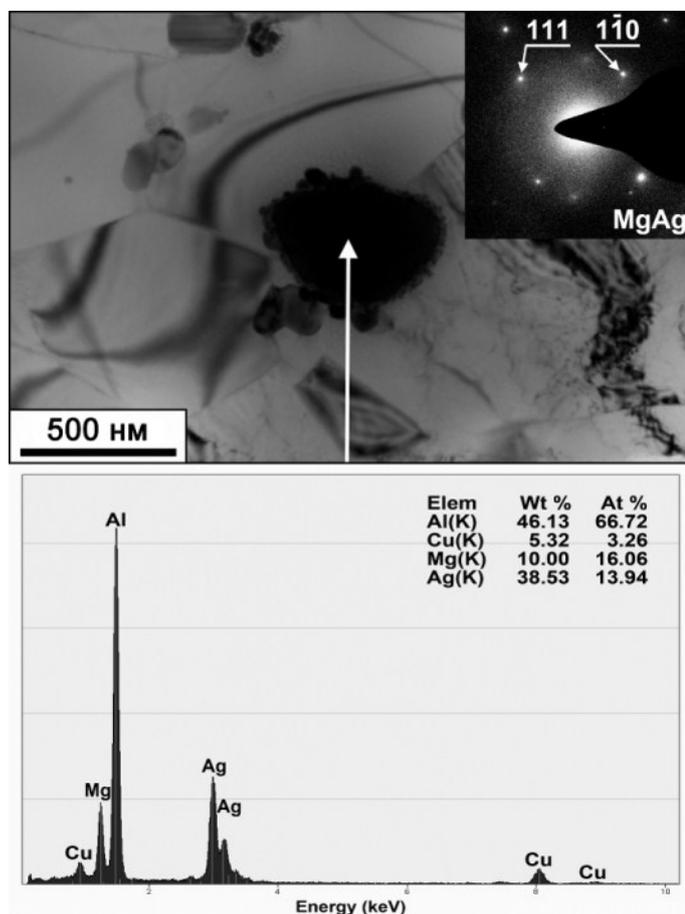


Рисунок 4.25 – Снимок ПЭМ и химический состав частицы β' -фазы (MgAg) в состоянии №3 сплава после 12 проходов РКУ прессования при 300°C.

Эволюция фазового состава. После $\varepsilon \sim 1$, изменения в морфологии частиц различных фаз не обнаружены. После 2 проходов РКУ прессования частицы данных фаз, расположенные по границам деформационного происхождения, приобретают равноосную форму и (рисунок 4.23б).

На рисунке 4.24 представлен снимок ПЭМ и распределение легирующих элементов в состоянии №3 сплава. Как видно, частицы θ -фазы имеют равноосную форму и средний размер ~ 50 нм. При РКУ прессовании частицы фазы Mg_2Ge , образующиеся при кристаллизации расплава, сохраняют исходный размер и морфологию. Морфология частиц W -фазы также не изменяется. Обнаружено, что при РКУ прессовании происходит

растворение содержащей скандий θ -фазы [136], выделение по границам деформационного происхождения частиц W -фазы и дисперсных частиц не содержащих скандий θ -фазы. При использованных методах исследования микроструктуры формирование зародышей S -фазы выявить не удалось.

Результаты рентгенофазового анализа перестаренного сплава после РКУ прессования представлены на рисунке 4.21б. На дифрактограмме выявляются характерные пики от S , β' (MgAg) и U -фаз. На рисунке 4.25 представлена характерная электронограмма от частицы фазы, содержащей магний и серебро. Данная фаза была индицирована как β' -фаза (MgAg) ($Pm\bar{3}m$). При $\varepsilon \sim 12$ средний размер этих частиц достигает $\sim 0,5$ мкм. Выделение U -фазы при РКУ прессовании подтверждается только по результатам рентгенофазового анализа.

4.2.2.3 Влияние степени деформации при РКУ прессовании на параметры микроструктуры

Влияние деформации на долю ВУГ и средний угол разориентировки (θ_{av}) границ деформационного происхождения представлено на рисунке 4.26. На рисунках 4.26а и б видно, что на зависимости θ_{av} и доли ВУГ от степени деформации могут быть выделены стадии эволюции микроструктуры для состояний №1 и №3 сплава, свойственные для механизма НДР – постепенное увеличение угла разориентировки границ с увеличением степени пластической деформации [31,96]. В состоянии №3 сплава при $\varepsilon \leq 4$, имеет место быстрый рост θ_{av} и доли ВУГ; данный процесс замедляется с увеличением степени деформации (рисунок 4.26а и б). В состоянии №1 сплаве во всем интервале степеней деформации, увеличение среднего угла разориентировки границ можно аппроксимировать линейной функцией $\Delta\theta_{av} \sim 1,5^\circ \times \varepsilon$. В то время как в состоянии №3 сплава, быстрое начальное увеличение углов разориентировок границ обеспечивает более высокий уровень θ_{av} при дальнейшей деформации, по сравнению с состоянием №1. Таким образом, наличие выраженной первой стадии эволюции микроструктуры оказывают влияние на формирование полностью рекристаллизованной структуры в состоянии №3.

Очевидно, что первая стадия эволюции микроструктуры в состоянии №3 является результатом формирования равномерной объемной сетки МУГ (рисунки 4.20а и б, 4.23а и б). На второй стадии, скорость формирования новых зерен контролируется трансформацией МУГ в ВУГ. В состоянии №3 при $\varepsilon \geq 4$, этот процесс обеспечивает формирование полностью рекристаллизованной структуры с объемной долей ВУГ $\sim 0,72$

(рисунок 4.26а), и средним размером кристаллитов $\sim 1,2$ мкм (рисунок 4.26г). В состоянии №1 сплава, полностью рекристаллизованная структура не развивается даже после $\varepsilon \sim 12$; доля ВУГ и θ_{av} достигает $\sim 0,59$ и $\sim 25^\circ$, соответственно (рисунки 4.26а и б).

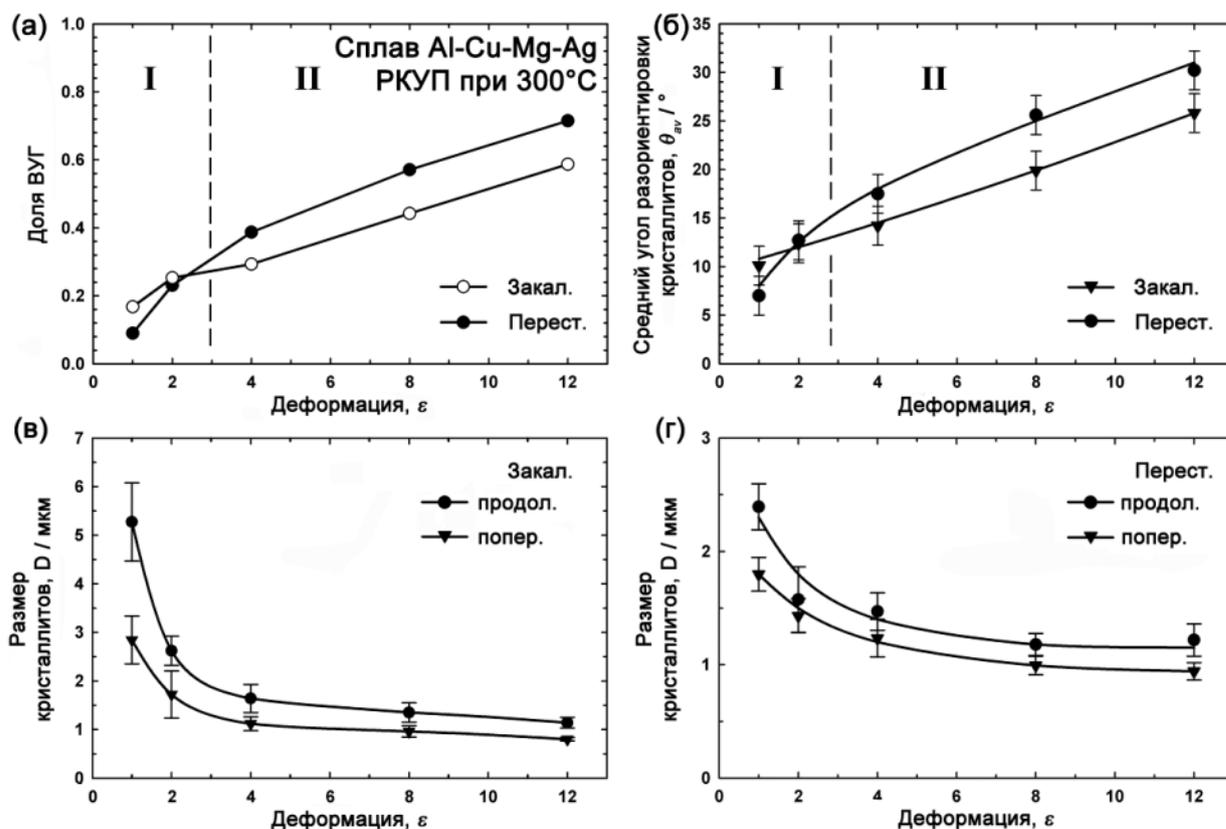


Рисунок 4.26 – Влияние степени деформации в ходе РКУ прессования при 300°C на долю ВУГ (а), средний размер кристаллитов, θ_{av} (б), и размеры кристаллитов в состоянии №1 (в) и №2 сплава (г)

При $\varepsilon \leq 2$, коэффициент формы зерна (соотношение размера зерна в продольном и поперечном направлениях) в состоянии №1 значительно превосходит аналогичную величину для состояния №3 (рисунки 4.26в и г). С увеличением степени деформации имеет место уменьшение размера кристаллитов. При $\varepsilon > 4$ для состояния №1 сплава и при $\varepsilon > 2$ для состояния №3 сплава размер кристаллитов характерна установившейся стадия, при которой данные параметры существенно не изменяются (рисунки 4.26в и г). Следует отметить, что при $\varepsilon \sim 12$, размер кристаллитов одинаков для обоих состояний сплавов (рисунки 4.26в и г).

4.2.2.4 Обобщение полученных результатов

Эволюция микроструктуры. Таким образом, при РКУ прессовании в состояниях №1 и №3 сплава наблюдается измельчение зеренной структуры. Однако, в состоянии №3

сплава кинетика измельчения зеренной структуры выше в результате того, что данный процесс контролируется скоростью формирования равномерной объемной сетки МУГ при $\epsilon \leq 2$. Как показано выше, в представленном сплаве наблюдается преимущественное развитие механизма НДР. Однако, главным действующим механизмом измельчения зерен при РКУ прессовании в обоих сплавах является НДР. Отличие в кинетике развития процесса динамической рекристаллизации в обоих сплавах связано с равномерностью и согласованностью дислокационного скольжения. К тому же, в состоянии №3 сплава, который включает относительно крупные частицы различных фаз, имеющих некогерентные межфазные границы, наблюдается характерная зубчатость исходных границ зерен в ходе РКУ прессования при 300°C.

С другой стороны, равномерное формирование МУГ в виде объемной сетки является необходимым условием для их быстрой трансформации в ВУГ с дальнейшим увеличением степени деформации. В состоянии №3 сплава, присутствие первой стадии эволюции микроструктуры связано с тем, что относительно крупные частицы обеспечивают равномерное дислокационное скольжение в теле зерен. Эта равномерность значительно уменьшает длину свободного пробега дислокаций, требуемую для их перераспределения в результате переползания или поперечного скольжения для стока в СДГ, и облегчает накопление дислокаций в МУГ.

НДР в состоянии №1 сплава происходит неравномерно в результате выделения мелких деформируемых пластин Ω -фазы, имеющих когерентные/полуккогерентные межфазные границы. Известно [52,140], что перерезание частиц определенным количеством дислокаций приводит к уменьшению размера этих частиц. К тому же, напряжение в полосе, необходимое для перерезания частиц следующими дислокациями, уменьшается; дислокационное скольжение в данной полосе облегчается [52,140]. По этой причине, деформационные полосы развиваются в состоянии №1 сплава в результате локализации дислокационного скольжения. Эти деформационные полосы являются областями для формирования новых рекристаллизованных зерен.

Аналогичный размер зерен и (суб)зерен в состояниях №1 и №3 сплава при $\epsilon > 4$ связан с индцированными деформацией выделениями в состоянии №1 и незначительными изменениями в дисперсности различных фаз в состоянии №3. Относительно мелкие частицы эффективно сдерживают развитие процессов миграции границ зерен [31,98]. Как результат, развивается равномерная сетка инициированных деформацией границ, а рекристаллизованная структура формируется главным образом по механизму НДР в обоих состояниях сплава системы Al-Cu-Mg-Ag.

Формирование относительно мелких частиц, которое наблюдается в состоянии №3 сплава, способствует развитию зубчатости исходных границ [31,96]. Эта конфигурация с выпученной границы является нестабильной [31,96]. Многочисленные частицы, появляющиеся в результате межоперационной выдержки при повышенной температуре, тормозят исходные границы и приводят к образованию волнистой структуры. Более того, межоперационная выдержка при повышенной температуре облегчает формирование поперечных МУГ [31,96].

Дальнейшее увеличение области выпячивания границ в окружающую деформированную матрицу не происходит в результате того, что деформационная структура содержит относительно низкий уровень накопленной энергии в форме повышенной плотности дислокаций. Движущая сила при повышенной плотности дислокаций [31] была подсчитана методом, представленным в работе [31,98], и равна относительно низкой величине – $\sim 4,8 \times 10^4 \text{ Н} \times \text{м}^{-2}$ и $\sim 3,2 \times 10^4 \text{ Н} \times \text{м}^{-2}$ для состояний №1 и №3 сплава после $\varepsilon \sim 2$, соответственно.

Эволюция фазового состава. Известно [85,98,103], что РКУ прессование подавляет выделение частиц метастабильных фаз. Часто, во время и после РКУ прессования в сплавах системы Al-Cu наблюдается гетерогенное зарождение термодинамически равновесных фаз по границам зерен [85,98,103]. Доказательства формирования метастабильных фаз не были обнаружены. Однако, в ходе РКУ прессования наблюдается уникальная последовательность выделения фаз.

В процессе РКУ прессования при 300°C в состоянии №1 сплава имеет место следующая последовательность выделения фаз:



Это связано с тем, что, во-первых, РКУ прессование облегчает распад пересыщенного твердого раствора (ПТР) и приводит к равномерному выделению частиц метастабильной Ω -фазы. Присутствие сегрегаций серебра и магния на межфазной поверхности $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$ уменьшает вдоль данной когерентной границы уровень напряжений, и, тем самым, замедляет скорость коагуляции частиц Ω -фазы при температурах $T < 300^\circ\text{C}$ [6,141]. Известно [140], что дислокации, скользящие в матрице, перерезая Ω -фазу приводят к образованию поперечной антифазной границы в результате сдвига отдельных участков пластины друг относительно друга и формирования ступеньки. На образовавшейся ступеньке антифазной границы имеет место высокий уровень искажений кристаллической решетки матрицы, что повышает энергию частицы (рисунок 4.27) [140]. Однако, по сравнению с деформацией при комнатной температуре [140], при повышении температуры происходит миграция ступеньки, в результате

перераспределения слоев серебра и магния, а также диффузии меди из окружающего твердого раствора (рисунок 4.27) [6,141]. Таким образом, сдвиг пластин Ω -фазы (рисунок 4.27) приводит к сильной локализации дислокационного скольжения в состоянии №1 сплава, содержащего пластины Ω -фазы при $\varepsilon \leq 2$.

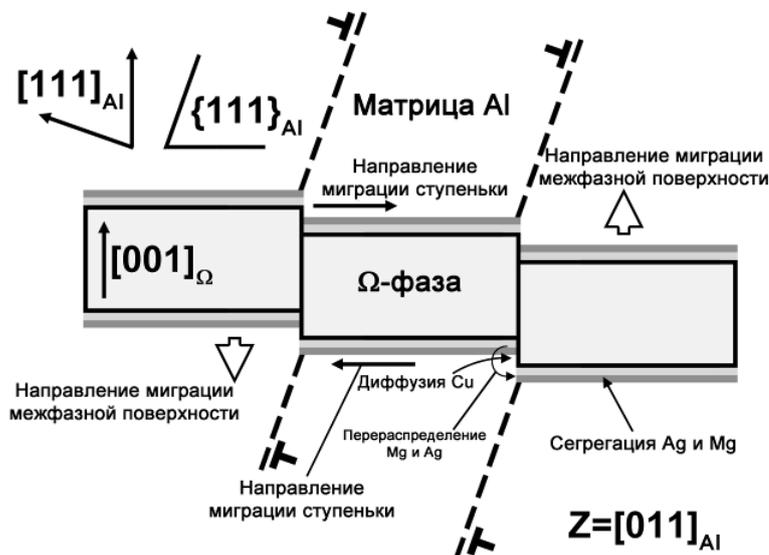


Рисунок 4.27 – Схема процесса роста пластин Ω -фазы во время деформации при повышенной температуре.

С ростом степени деформации увеличивается плотность дислокаций в объеме материала, которые перерезают пластины Ω -фаз, что приводит к образованию ступенек на плоской межфазной границе. Миграция данных выступов, приводит к росту и коагуляции частиц (рисунок 4.27) [6]. Перерезание сопровождается образованием двух ступенек на обеих плоских сторонах пластины (рисунок 4.27). Высота и количество ступенек имеют тенденцию к увеличению с увеличением степени деформации. Межоперационная выдержка при повышенной температуре приводит к утолщению пластин Ω -фазы. Таким образом, укрупнение пластин приводит к потере когерентности боковой (торцевой) межфазной границы из-за присутствия несоответствия ($\sim 9,3\%$ [6,141]) между кристаллическими решетками алюминия и Ω -фазы, и дальнейшей *in situ* трансформации $\Omega \rightarrow \theta$ в результате поворота кристаллической решетки частицы. Следует отметить, что некогерентная Ω -фаза, содержащая магний и серебро является метастабильной и может также растворяться в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [40]. Появление равновесной θ -фазы может также происходить по механизму гомогенного зарождения в теле зерен или гетерогенное зарождение по границам зерен [4,85]. *In situ* трансформация $\Omega \rightarrow \theta$, происходящая в результате поворота частиц Ω -фазы протекает одновременно с диффузией атомов серебра и магния от данной частицы к другим выделяющимся фазам и в окружающую матрицу. Гетерогенное зарождение частиц S-фазы имеет место на

межфазной границе Ω/α . В работе [40,44] было показано, что выделение S-фазы происходит при искусственном старении в Al-Cu-Mg-Ag сплавах с соотношением содержания Cu/Mg близким к 10. Очевидно, что пластическая деформация способствует формированию S-фазы в 2XXX сплавах с высоким соотношением Cu/Mg. Кроме того, выделение содержащих серебро равновесных фаз (таких как β' и U) поглощает серебро, которое выделилось в результате распада Ω -фазы. Следует отметить, что при статическом старении при повышенных температурах формирование фаз, содержащих серебро и магний, подавляется в присутствии метастабильной Ω -фазы. Таким образом, пластическая деформация обеспечивает формирование высокой плотности выделений частиц, которые инициируют Зиннеровскую силу торможения границ [31] в состоянии №1 сплава.

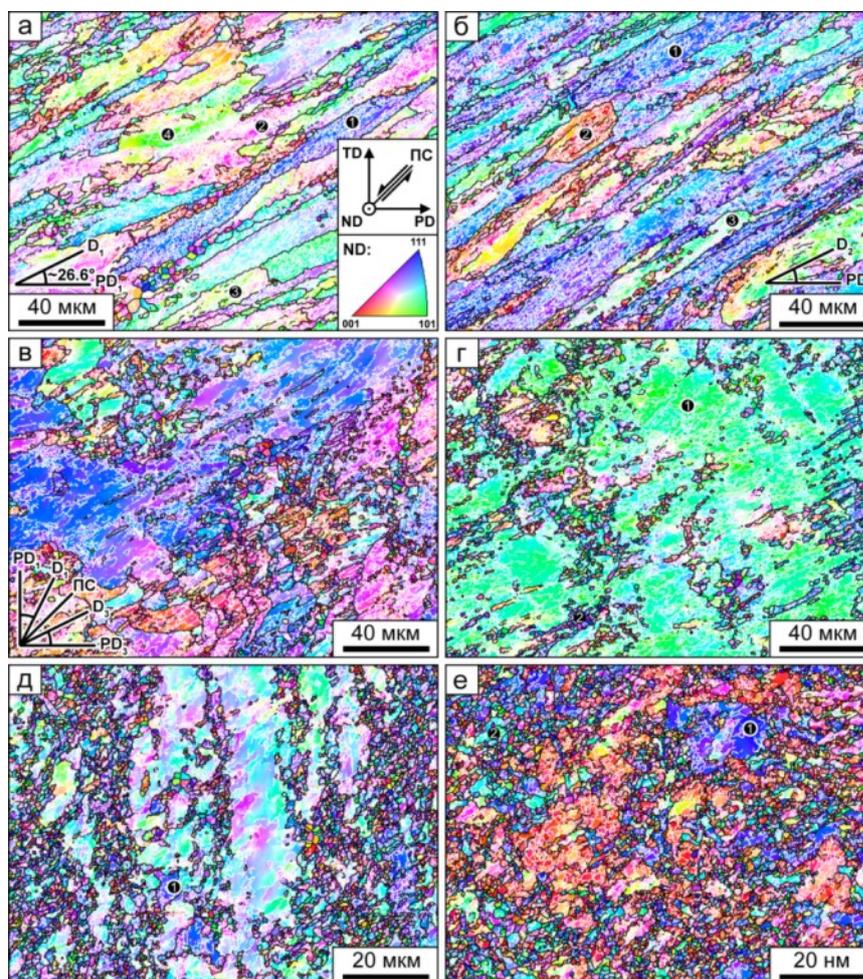


Рисунок 4.28 – Эволюция микроструктуры в плоскости НН/ND для состояния №1 сплава после РКУ прессования при 250°C до степеней деформации $\epsilon \sim 1$ (а), $\epsilon \sim 2$ (б), $\epsilon \sim 3$ (в), $\epsilon \sim 4$ (г), $\epsilon \sim 8$ (д) и $\epsilon \sim 12$ (е).

Основным процессом, происходящим в состоянии сплава №3 сплаве в ходе РКУ прессования при повышенной температуре, является растворение крупных частиц θ фазы, как обогащенной, так и обедненной скандием. Очевидно, что содержащая скандий θ -фаза (0,6-1,5%Sc) является метастабильной фазой [131]. Формирование инициированных

деформацией границ способствует выделению дисперсных частиц равновесной θ -фазы. По этой причине, пластическая деформация оказывает существенно влияние на морфологию стабильных фаз. Выделяющиеся в процессе деформации дисперсные частицы θ -фазы инициируют Зиннеровскую силу торможения, которая препятствует миграции МУГ или ВУГ, деформационного происхождения.

Таким образом, анализ экспериментальных данных показывает, что пластическая деформация приводит к выделению содержащих серебро и магний равновесных фаз β' и U. Их формирование не наблюдается после продолжительного старения сплава без промежуточной деформации. Таким образом, РКУ прессование приводит к формированию содержащих серебро и магний фаз, которые обычно не наблюдаются после длительного статического старения.

Таблица 4.3 Средняя плотность дислокаций, ρ_d (м^{-2}) в сплаве после РКУ прессования при 250°C

Количество проходов	Исходные состояния сплава		
	QA	OA	HA
1	$3,0 \times 10^{14}$	$2,5 \times 10^{14}$	$2,5 \times 10^{13}$
2	$4,0 \times 10^{14}$	$3,0 \times 10^{14}$	$6,0 \times 10^{13}$
4	$3,5 \times 10^{14}$	$2,0 \times 10^{14}$	$5,0 \times 10^{13}$
8	$2,0 \times 10^{14}$	$1,5 \times 10^{14}$	$3,0 \times 10^{13}$
12	$1,5 \times 10^{14}$	$1,5 \times 10^{14}$	$3,0 \times 10^{13}$

4.2.3 Деформация при 250°C

4.2.3.1 Эволюция микроструктуры и фазового состава в состоянии №1 сплава

Эволюция микроструктуры. Микроструктуры состояния №1 сплава после РКУ прессования представлены на рисунках 4.28-4.30. В макромасштабе при $\varepsilon \sim 1$ наблюдается формирование деформационных полос вытянутых вдоль плоскости сдвига (ПС) [33,34,101,102,143] (рисунок 4.28а). Два пика, связанные с МУГ и ВУГ могут быть различимы на гистограммах разориентировок границ (рисунок 4.29). Пик в области малых углов разориентировок (рисунок 3), связанные с плоскими границами и расположенные под небольшим углом к ПС/НС (рисунки 4.28а и 4.30). Пик в области высоких углов разориентировки относится к полосам сдвига (II) вытянутым в направлении D_1 (рисунок 4.28а) и плоскостью параллельной $\{110\}_\alpha$ (рисунок 4.30, A(II)). Данное распределение разориентировок границ зерен является нетипичным для НДР [31,96]. Линии пересечения ВУГ и МУГ в соседней области матрицы отклоняются более чем на 10° [143] от линий

проекций плоскостей $\{110\}_\alpha$ на плоскость снимка (рисунок 4, В(І) и С(І)). На микромасштабе, дислокационные границы с типичной разориентировкой менее 2° вытягиваются вдоль плоскостей $\{110\}_\alpha$ (рисунок 4.30). Таким образом, наблюдаются три типа инициированных деформацией плоских границ, отличающихся друг от друга углом разориентировки и кристаллографической ориентацией. Формирование развитой субзеренной структуры не наблюдается. Данная деформационная структура является типичной для холодной деформации ПТР [85]. Плотность дислокаций $3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, которая не изменяется значительно с деформацией (таблица 4.3), подтверждает данный факт.

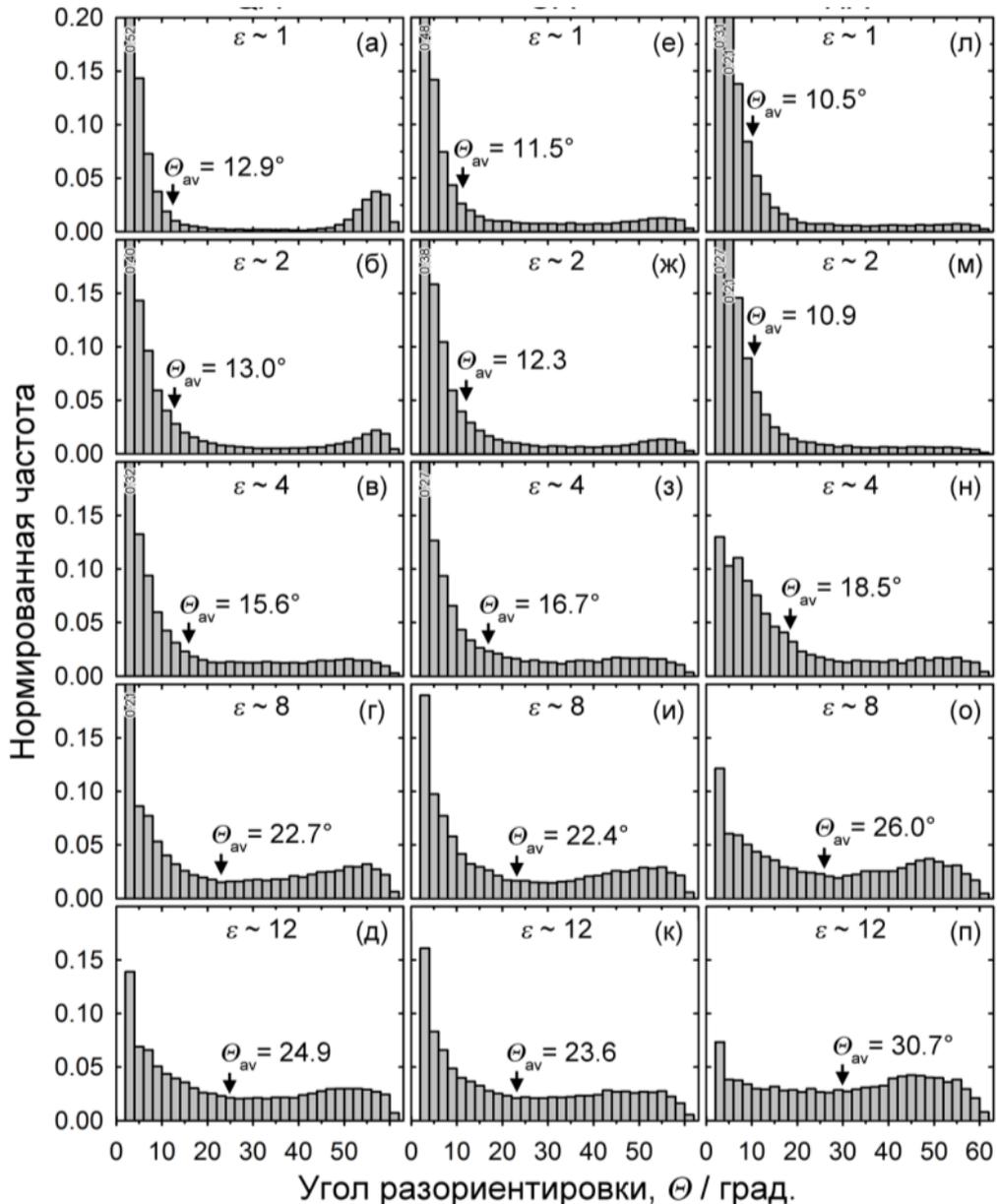


Рисунок 4.29 – Влияние РКУ прессования на распределения углов разориентировок границ в плоскости НН/ND для состояний №1 (а-д), №2 (е-к) и №3 (л-п) сплавов. Масштаб осей аналогичен для всех состояний сплава.

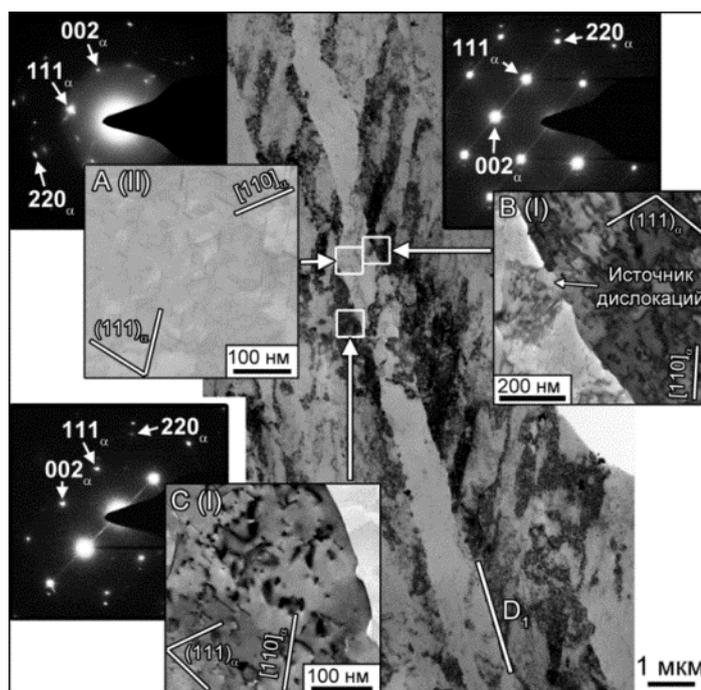


Рисунок 4.30 – Снимок ПЭМ микроструктуры в плоскости НН/ND для состояния №1 сплава после однократного прохода РКУ прессования. Ориентация полос сдвига А(II), вытянутых вдоль направления D₁, соотносится с ориентацией соседних областей матрицы С(I) и В(I).

В интервале степеней деформации 1-4, средний угол разориентировки границ практически не изменяется (рисунок 4.31а), плотность ВУГ увеличивается (рисунок 4.31г), а доля МУГ с углом разориентировки от 2 до 6° падает (рисунки 4.31а-в). МУГ приобретают более высокие углы разориентировки, некоторые из них трансформируются в ВУГ с ростом степени деформации (рисунки 4.28б-г). На рисунках 4.28б-г и 4.29а-в наблюдается формирование новых МУГ с углами разориентировок более 2°. При $\varepsilon \sim 2$, половина плоских ГНГ являются высокоугловыми, в то время как другие ~50% ГНГ демонстрируют разориентировку в средне- и высокоугловом диапазоне. Одно семейство деформационных полос, окруженных ГНГ, вытягивается вдоль плоскостей $\{110\}_\alpha$, которые, в свою очередь, расположены вдоль плоскости сдвига штампа (матрицы) (рисунок 4.28б). При $\varepsilon \geq 3$ выделяются цепочки (суб)зерен и зерен, имеющих неправильную форму (рисунок 4.28в и г). Очевидно, что формирование случайных дислокационных границ (СДГ) с малоугловой разориентировкой [33,144,145] или «схлопывание» волокнистой структуры в результате поверхностного натяжения [31] не обеспечивают вклад в формирование равномерной объемной сетки границ. Формирование (суб)зерен и зерен прямоугольной формы связано с последовательным формированием новых семейств деформационных полос (вытянутых вдоль D₃), которые пересекают существующие деформационные полосы, сформировавшиеся после первого прохода

прессования (вдоль D_1) (рисунок 4.28в) [112]. В микромасштабе, даже при $\varepsilon \sim 4$ в теле исходных зерен и деформационных полос развиваются мелкие деформационные полосы, окруженные МУГ с углами разориентировок менее 2° и толщиной ≤ 400 нм.

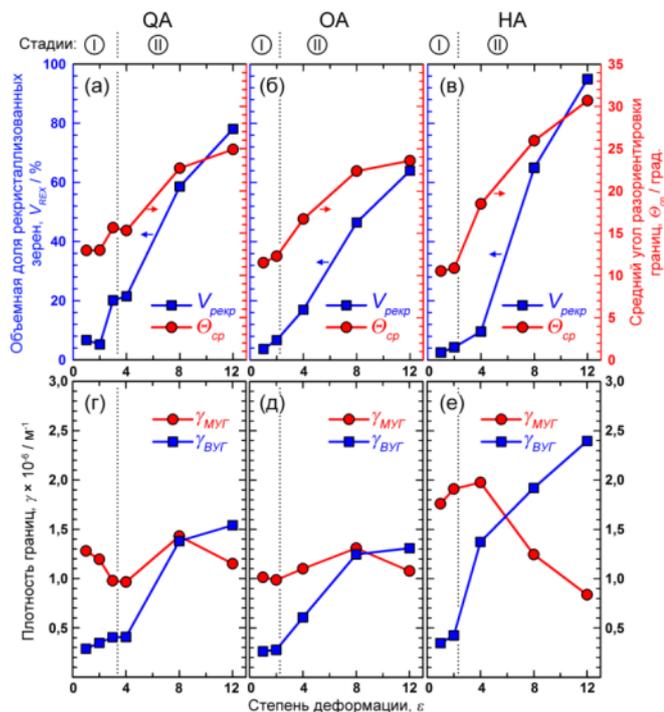


Рисунок 4.31 – Влияние степени деформации на объемную долю рекристаллизованных зерен, $V_{рекp}$, и средний угол разориентировки границ, θ_{cp} (а-в); плотность МУГ и ВУГ, $\gamma_{МУГ}$ и $\gamma_{ВУГ}$, соответственно; (г-е) в состояниях №1 (а,г), №2 (б,д) и №3 (в,е) сплава

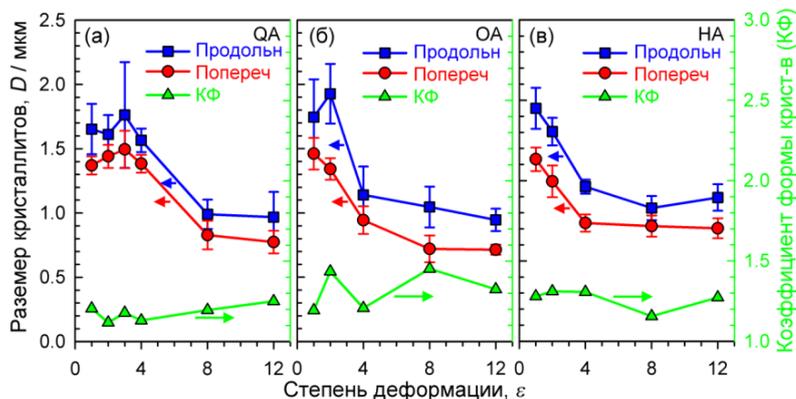


Рисунок 4.32 – Влияние степени деформации на размер кристаллитов, D , в продольном и поперечном направлениях, и коэффициента формы кристаллитов в состояниях №1 (а), №2 (б) и №3 (в).

При $\varepsilon > 4$, частицы $S(Al_2CuMg)$ и θ -фаз [55] эффективно сдерживают миграцию инициированных деформацией границ и скольжение подвижных дислокаций, которые закрепляются на межфазных границах частиц, свидетельствуя о существовании значительных силы взаимодействия между этими дислокациями и межфазными

границами при 250°C [146]. При степенях деформаций $\varepsilon \sim 4 \dots 8$, сетка из МУГ и ВУГ развивается во всем объеме исходных зерен (рисунки 4.28г-е). В данном интервале степеней деформации изменение распределения углов разориентировок границ является типичным для НДР [96]. Увеличение среднего угла разориентировки границ (рисунки 4.29в-д и 4.31а) происходит в результате формирования новых деформационных полос и последующим их разделением на кристаллиты равноосной формы и средним размером ~ 1 мкм (рисунок 4.32а). При $\varepsilon \sim 8$, развиваются полосы рекристаллизованных зерен, которые располагаются под различными углами к плоскости сдвига штампа (матрицы) (рисунок 4.28д). Области рекристаллизованных зерен перемежаются с (суб)зернами и субзернами и располагаются как вдоль исходных границ, так и в теле исходных зерен [31]. С дальнейшей деформацией имеет место незначительное увеличение доли ГНГ (рисунок 4.28е) и плотности границ деформационного происхождения; средней угол разориентировки и гистограммы углов разориентировок границ остаются практически неизменными (рисунки 4.31а и 4.29, соответственно). Увеличение доли рекристаллизованных зерен происходит в результате постепенной трансформации МУГ в ВУГ.

Эволюция фазового состава. В состоянии №1 сплава, пересыщенный твердый раствор является нестабильным при 250°C и в течение 10 минут перед РКУ прессованием происходит его распад с выделением пластин Ω -фазы, имеющих размеры $15,4 \pm 8,5 / 1,0 \pm 0,3$ нм в продольном/поперечном направлениях и когерентные межфазные границы вдоль плоскости габитуса $\{111\}_\alpha$ (Рисунок 4.33).

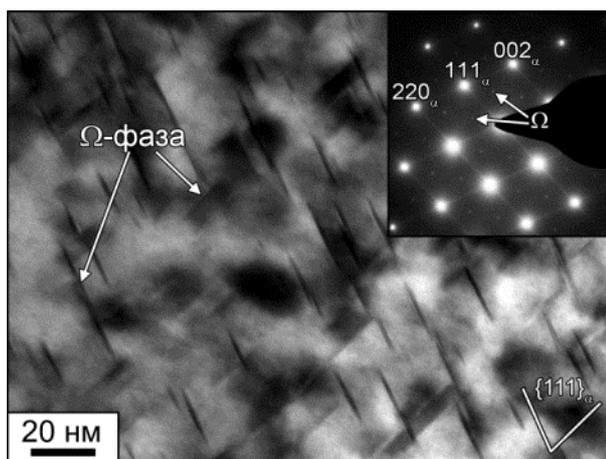


Рисунок 4.33 – Снимок ПЭМ микроструктуры состояния №1 сплава после выдержки при 250°C в течение 10 минут (ПЭМ)

Первый проход сопровождается ускоренным распадом ПТР, что приводит к дальнейшему выделению пластин Ω -фазы в теле исходных зерен (рисунки 4.34а и 4.35).

Их размеры в продольном и поперечном направлениях увеличиваются до $22,6 \pm 9,8$ нм и $2,7 \pm 1,1$ нм, соответственно (коэффициент формы составляет ~ 8) (рисунок 4.36а). При первом проходе скользящие дислокации приводят к перерезанию отдельных пластин Ω -фазы (Рисунок 4.34а) [97]. Однако, при $\varepsilon \sim 1$, данный процесс играет незначительную роль в эволюции морфологии частиц. Обнаружено присутствие сильных полей упругих искажений кристаллической решетки матрицы от когерентных межфазных границ Ω -фазы.

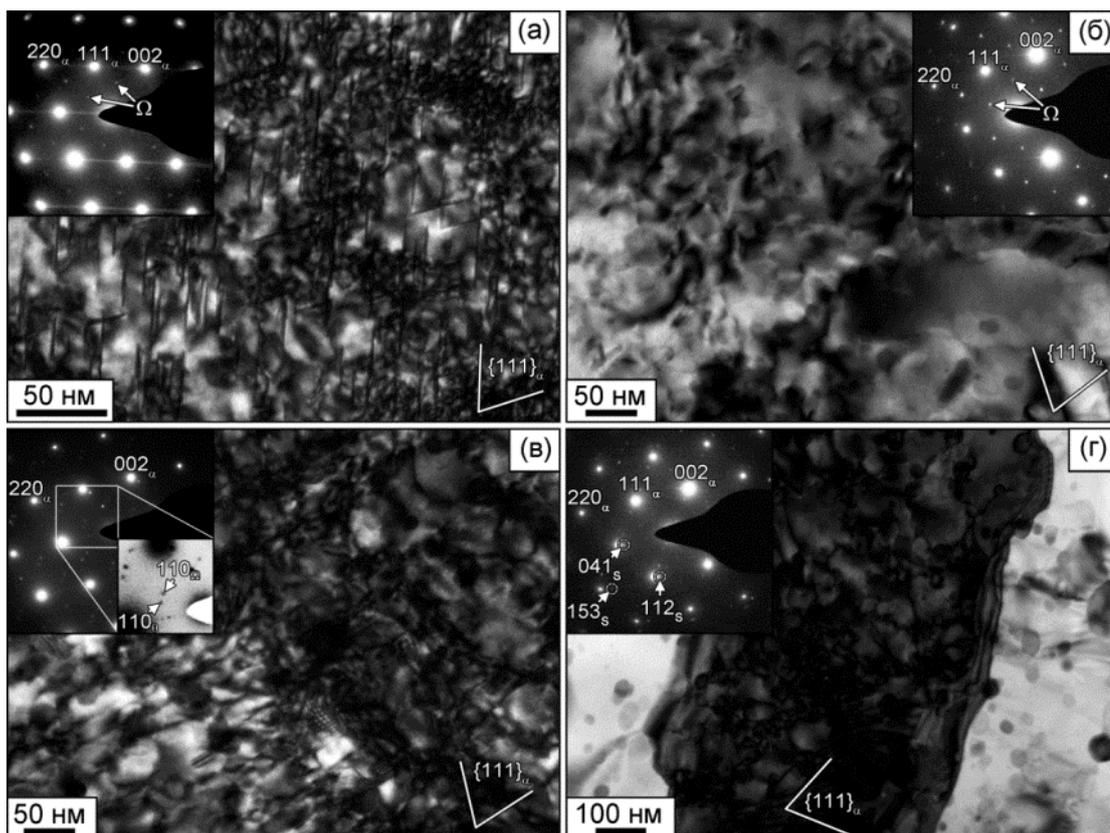


Рисунок 4.34 – Снимок ПЭМ частиц Ω -фазы в состоянии №1 сплава после РКУ прессования со степенью деформации $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 8$ (в) и $\varepsilon \sim 12$ (г). Ось зоны – $\langle 011 \rangle_\alpha$

Кроме того, стержнеобразные частицы формируются на дислокациях или межфазных границах $\alpha(\text{Al})/\Omega$ в прилегающих областях матрицы (рисунок 4.37а). Эти частицы были идентифицированы как выделения S-фазы со стехиометрическим составом - Al_2CuMg [97,134,135]. Имеет место незначительная объемная доля частиц S-фазы. Отметим, что выделение частиц S-фазы было инициировано деформацией, поскольку формирование этой фазы не было обнаружено после статического старения в течение 5 часов при 250°C (Рисунок 4.13д). К тому же, инициированные деформацией выделения S-фазы показывают характерное ориентационное соотношение (ОС) с алюминиевой матрицей [132,134,135]. На рисунке 4.37б представлена электронограмма (ось зоны –

$\langle 001 \rangle_\alpha$) с дифракционными рефлексами от частиц S-фазы, имеющих орторомбическую *Стст* структуру [97,132,134,135]. Анализ экспериментальных и расчетных электронограмм показывает, что экспериментальное ОС имеет следующий вид: $[100]_\alpha // [100]_S$, $[02\bar{1}]_\alpha // [010]_S$ и $[012]_\alpha // [001]_S$.

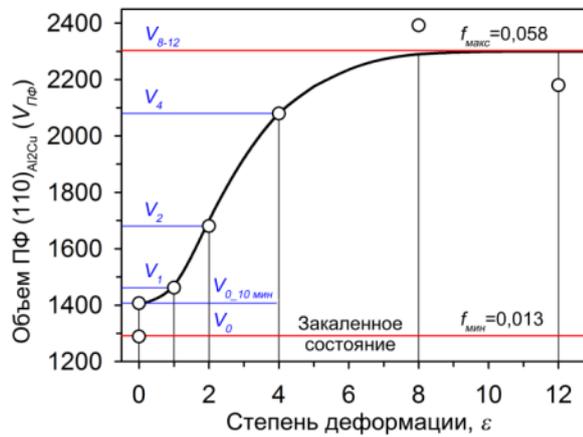


Рисунок 4.35 – Влияние степени деформации на объемную долю θ -/ Ω -фаз в состоянии №1 сплава

Дальнейшая деформация приводит к ускоренной фрагментации пластины Ω -фазы в результате перерезания, приводящего к распаду этих частиц на дисперсные частицы, имеющие прямоугольную форму в проекции оси зоны $\langle 011 \rangle_\alpha$, и/или к их растворению (рисунок 4.34б). При $\epsilon \sim 2$, формирование цепочек фрагментированных частиц Ω -фазы пластинчатой формы не происходит. Продольный размер (диаметр) пластин Ω -фазы уменьшается, в то время как поперечный (толщина) постепенно увеличивается в соответствии с линейной функцией, описываемой как $t \propto 2.26 \times \epsilon$ (нм) (рисунок 4.36а); таким образом, при $\epsilon \sim 2$ коэффициент формы пластин Ω -фазы уменьшается до ~ 4 . Похоже, что частицы Ω -фазы приобретают равноосную форму. В работах [6,54,97] показано, что изменение длины пластин Ω -фазы контролируется перерезанием в результате прохода нескольких дислокаций в одной плоскости скольжения через частицы. Анализ рисунка 4.36а показывает, что при 250°C, расстояние между этими плоскостями среза меньше, чем во время деформации при 300°C [97], и значительно больше, чем при комнатной температуре [134]. По этой причине, продольный размер пластин Ω -фазы при $\epsilon \leq 2$ зависит от температуры деформации (рисунок 4.36а).

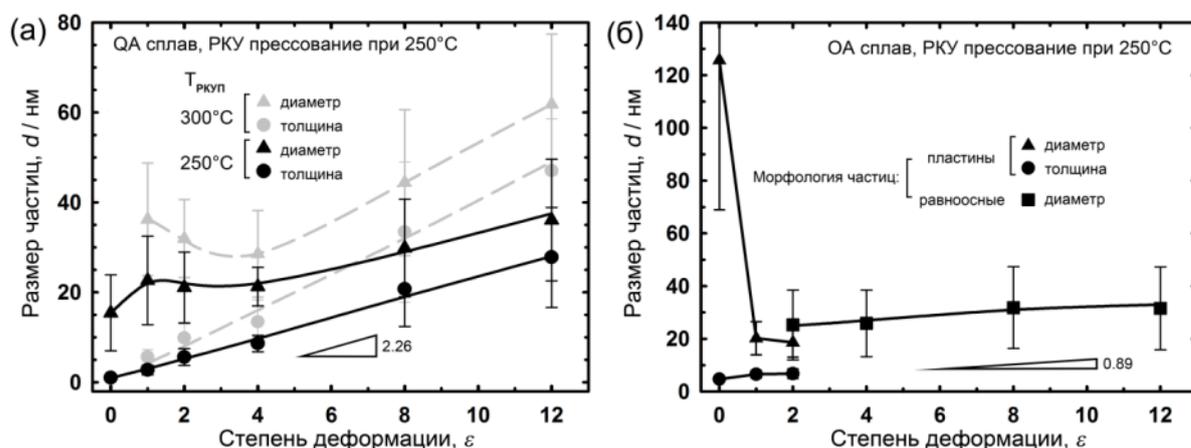


Рисунок 4.36 – Влияние степени деформации на размер частиц в состоянии №1 сплава при 300°C [11] и 250°C (а) и состоянии №2 при 250°C (б).

При $\epsilon \sim 4$, объемная доля Al_2Cu достигает максимального значения и остается неизменной с дальнейшей деформацией (рисунок 4.35). С увеличением степени деформации частицы Ω -фазы начинают коагулировать. Средняя толщина пластин Ω -фазы увеличивается до $8,6 \pm 1,8$ нм (рисунок 4.36а). Толщина пластин аналогична величине, полученной в сплаве Al-4Cu-0,3Mg-0,2Ag (в масс. %) после старения при 250°C в течение 10 часов [6]. По этой причине, РКУ прессование при повышенной температуре ускоряет процесс огрубление пластин Ω -фазы по сравнению со статическим старением. Дислокации взаимодействуют с частицами различных фаз (рисунок 4.38), что приводит к их закреплению на межфазных границах. Как результат, дислокации, закрепленные на межфазных границах частиц Ω -, S- и θ -фаз, ускоряют трубчатую диффузию элементов между этими частицами. Таким образом, распад Ω -фазы и рост вышеупомянутых фаз происходит в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [40].

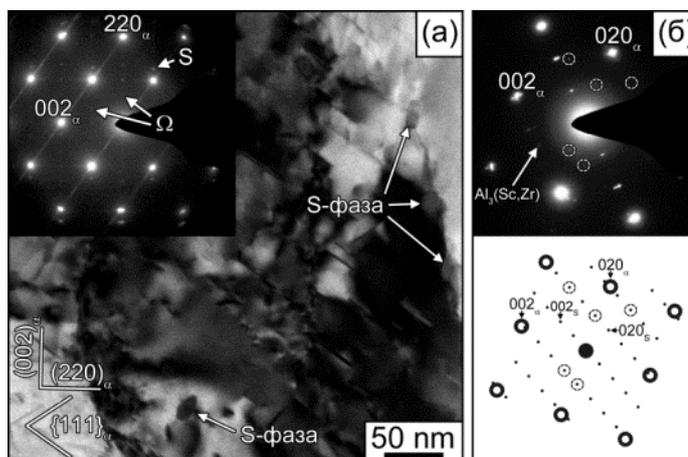


Рисунок 4.37 – Снимки ПЭМ (ось зоны $[011]_\alpha$) частиц S-фазы после $\epsilon \sim 1$ (а), экспериментальные и теоретические картины дифракций данной фазы в оси зоны $\langle 001 \rangle_\alpha$ (б)

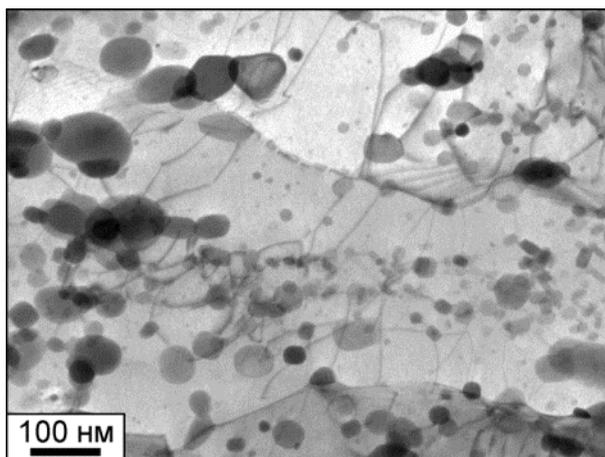


Рисунок 4.38 – Взаимодействие дислокаций с межфазными границами частицами различных фаз в состоянии №1 сплава после $\epsilon \sim 4$

При $\epsilon \sim 8$, подробный анализ электронограммы (рисунок 4.34в) показывает, что дифракционные рефлексы Ω - и θ -фаз, которые имеют подобные кристаллические текстуры, могут наблюдаться в непосредственной близости друг от друга. Такое совместное положение дифракционных рефлексов этих фаз может быть результатом поворота частиц Ω -фазы на угол $\sim 15^\circ$ вокруг оси зоны матрицы – $\langle 011 \rangle_\alpha$, ориентированной вдоль направления НН/ND (рисунок 2.1). Подобное расположение дифракционных рефлексов не наблюдается с дальнейшим увеличением степени деформации (рисунок 4.34г). По этой причине, в ходе РКУ прессования, сдвиг отдельных участков пластин Ω -фазы приводит к их сфероидизации и *in situ* превращению в θ -фазу. Ориентационное соотношение (ОС) между θ - и $\alpha(\text{Al})$ -фазами не наблюдается. На картинах дифракции (рисунок 4.34г) были обнаружены рефлексы от частиц S-фазы, которая имеет орторомбическую *Стст* структуру. Однако, обнаруженное ОС не соответствует ни одному из представленных в работах [97,132,134,135].

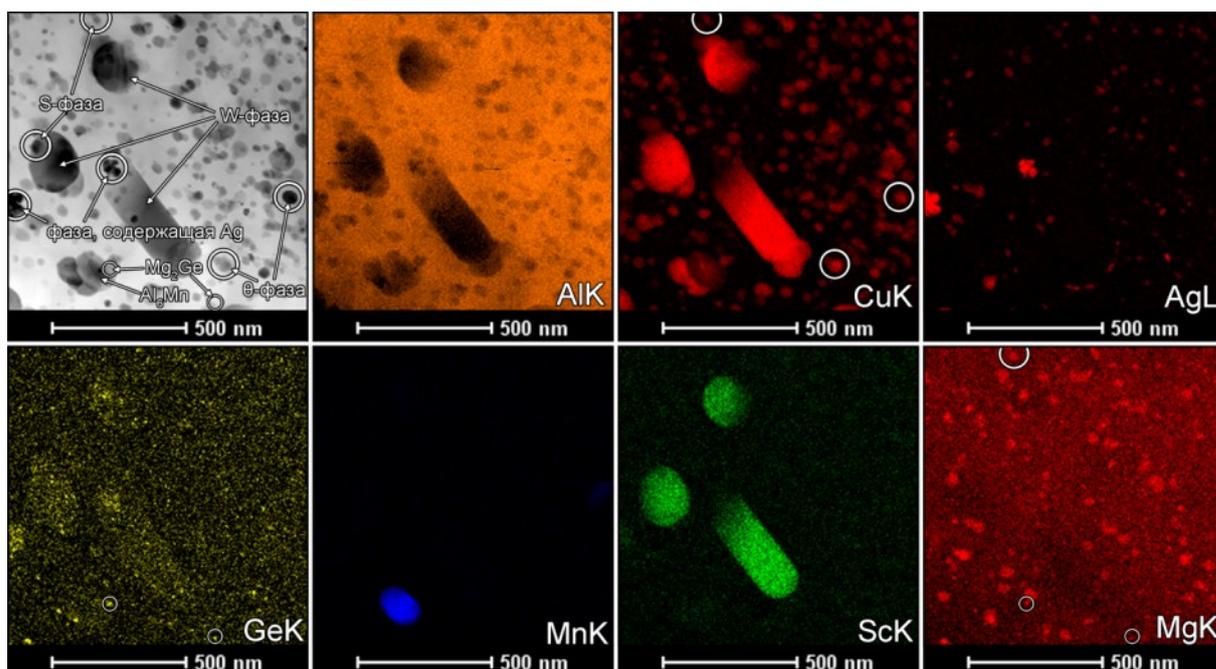


Рисунок 4.39 – Снимок СПЭМ микроструктуры и распределение Al, Cu, Ag, Ge, Mn, Sc и Mg в выбранной области после 12 проходов РКУ прессования состояния №1 сплава

На рисунке 4.39 представлен снимок СПЭМ с картами распределения Cu, Ag, Ge, Mn, Sc и Mg. После 12 проходов РКУ прессования было обнаружено шесть типов различных фаз. Первый и второй типы фаз являются частицами равноосной формы, которые гипотетически могут быть θ - и S-фазами (Al_2CuMg). В работе [97] было показано, что S-фаза в аналогичном сплаве может зарождаться на торцах пластины Ω -фазы во время РКУ прессования при 300°C . В данной работе, гетерогенное зарождение S-фазы наблюдается на межфазных границах равновесной W-фазы, в дополнение к гетерогенному зарождению в теле зерен, по границам зерен и на дислокациях (рисунок 4.37а). На рисунке 4.39 представлено возможное зарождение S- и θ -фаз, происходящее независимо от пластин Ω -фазы. Третий, четвертый, и пятый тип частиц, представленные в структуре сплава перед деформацией и остающийся неизменным при РКУ прессовании, являются частицы фаз Mg_2Ge , W и Al_6Mn [97] (рисунок 4.39). Шестым типом частиц являются содержащие серебро и магний фазы, которые выделяются только после $\varepsilon \sim 12$. Средний диаметр данных фаз составляет ~ 20 нм. Сегрегации магния также наблюдаются в твердом растворе, тогда как медь и серебро преимущественно концентрируются в частицах (рисунок 4.39).

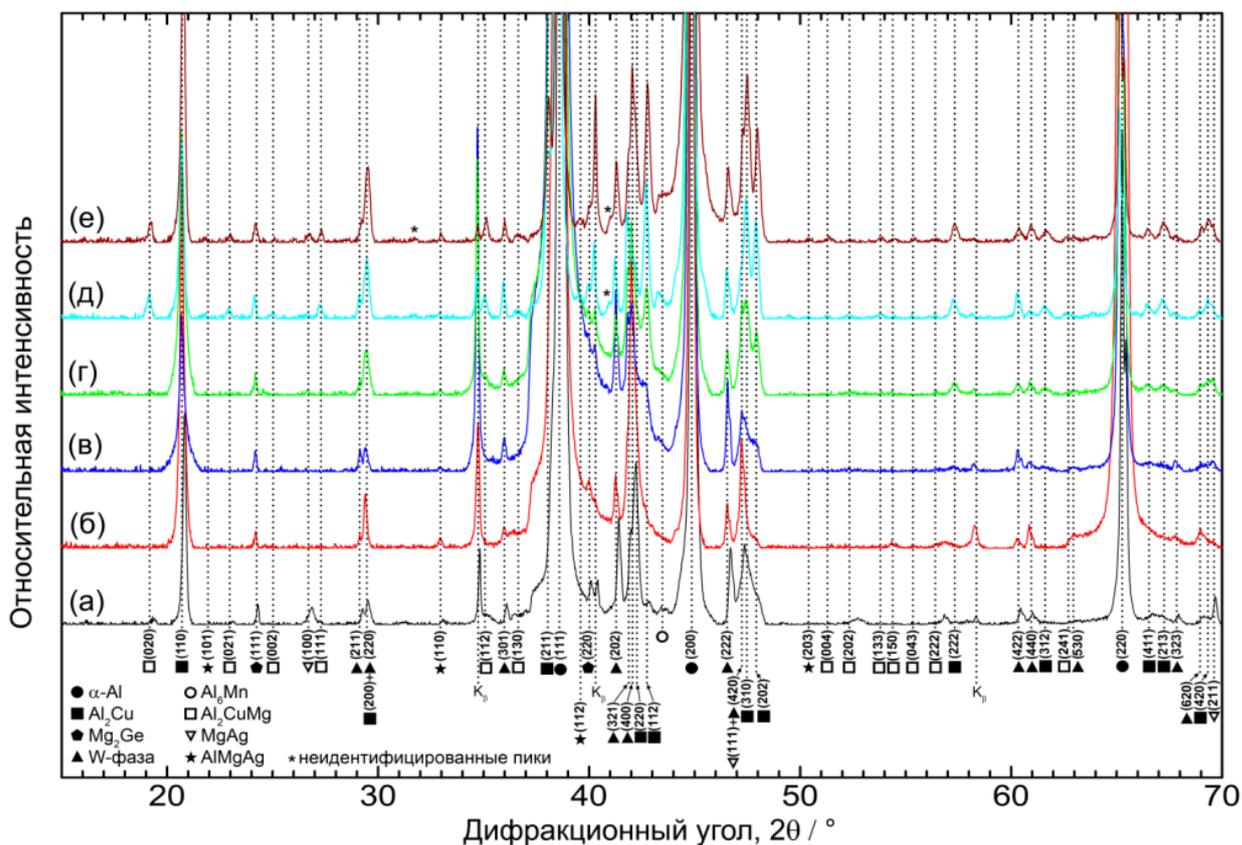


Рисунок 4.40 – Диффрактограмма состояния №1 сплава после РКУ прессования со степенью деформации 0 (а), ~1 (б), ~2 (в), ~4 (г), ~8 (д) и ~12 (е).

Данные рентгенофазового анализа (рисунок 4.40) подтверждают выводы о присутствии фаз θ , Mg_2Ge , W и Al_6Mn . Диффракционные пики от этих фаз могут наблюдаться в исходном состоянии и после РКУ прессования состояния №1 сплава. Пики от β' ($MgAg$) и U ($AlMgAg$)-фаз также явно проявляются только после двенадцати проходов при $300^\circ C$ [97]. Объемная доля S -фазы (Al_2CuMg) превосходит инструментальной погрешности рентгеновского дифрактометра, чем и обусловлено появление диффракционных пиков только при $\epsilon \geq 4$ (рисунок 4.40).

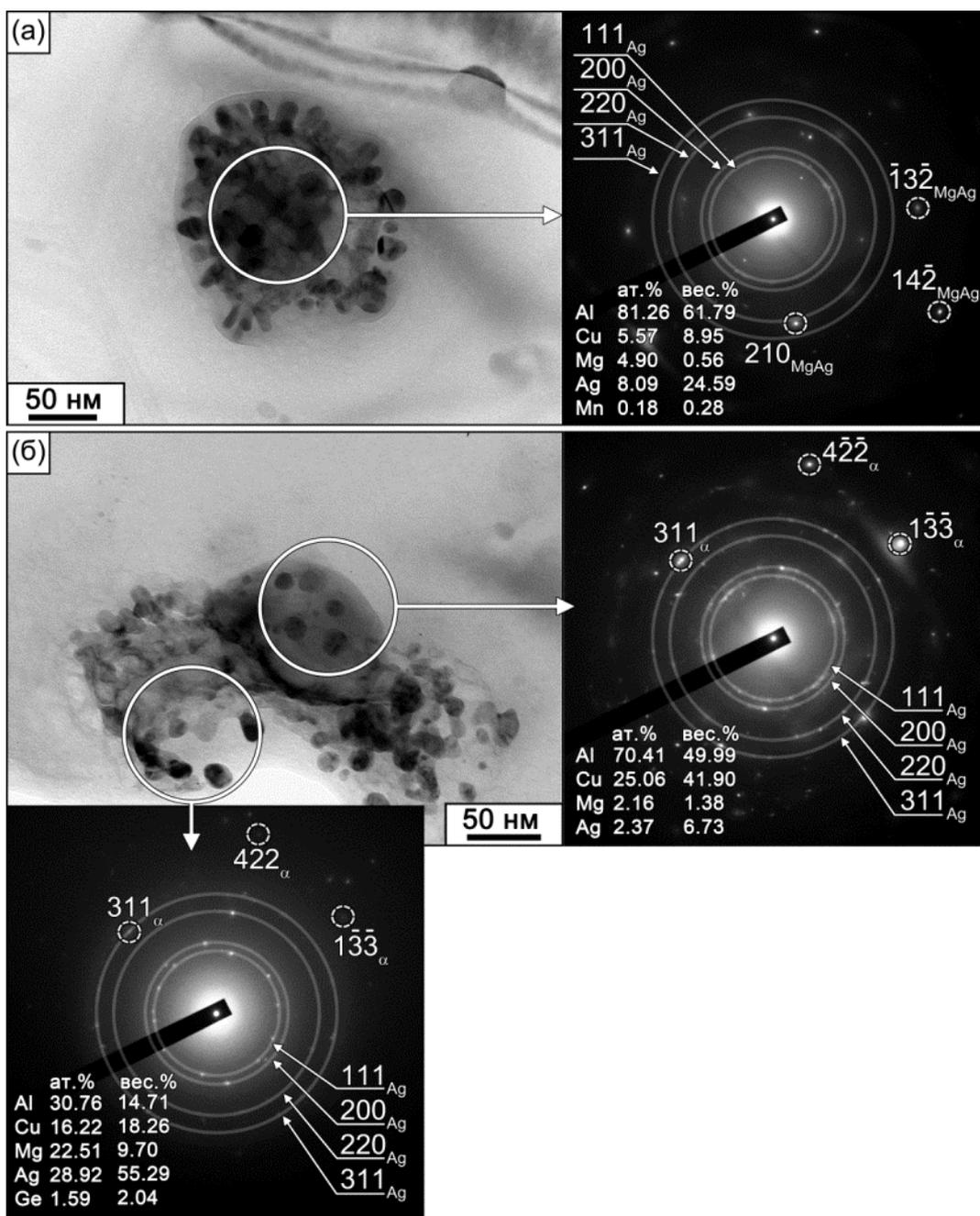


Рисунок 4.41 – Снимок ПЭМ частиц MgAg фазы (а) и зародыша Ag-фазы (б) после 12 проходов РКУ прессования и отжига при 250°C в течение 100 часов.

Таким образом, имеют место следующие закономерности изменения в фазовом составе и морфологии состоянии №1 сплава в процессе РКУ прессования при 250°C:

(1) Выделение в результате полного распада пересыщенного твердого раствора и последующее перерезание пластин Ω -фазы, что приводит к их фрагментации и повороту кристаллической решетки (in situ превращение $\Omega \rightarrow \theta$ -фазу).

(2) Выделение содержащих серебро фаз, таких как β' (MgAg) и U(AlMgAg).

(3) Иницированное деформацией гетерогенное зарождение S-фазы на дислокациях и межфазных границах, и последующий ее рост.

(4) Коагуляция частиц не содержащей скандий θ -фазы.

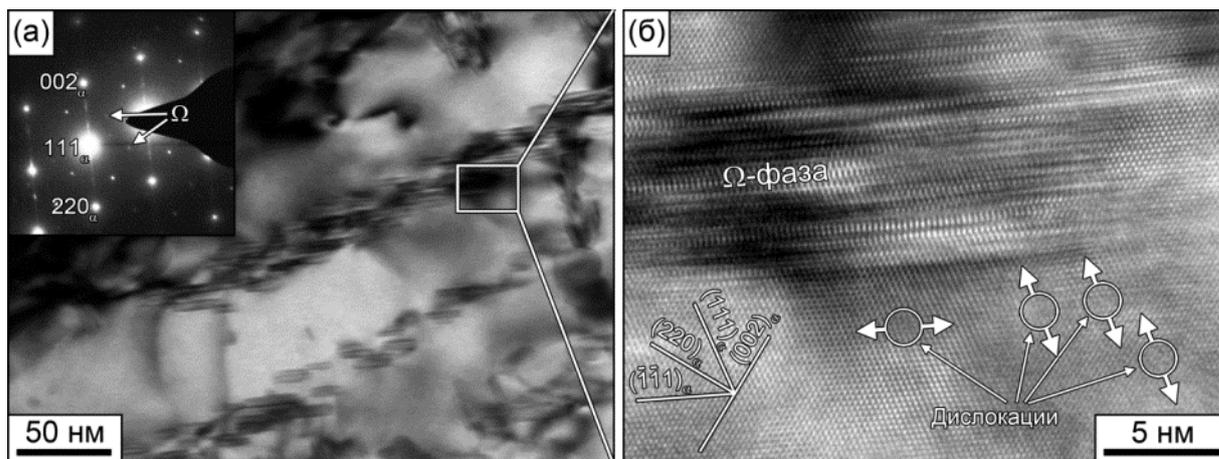


Рисунок 4.42 – Снимок ПЭМ (а) и прямое разрешение (б) фрагментированных частиц Ω -фазы в состоянии №2 сплава после $\epsilon \sim 1$. Ось зоны - $[011]_{\alpha}$.

Снимки ПЭМ, соответствующие картины дифракции и результаты анализа химического состав содержащих серебро фаз в состоянии №1 сплава после 12 проходов РКУ прессования и отжига при 250°C в течение 100 часов представлены на рисунке 4.11. Анализ электронограммы (рисунок 4.41а) показывает, наличие четких рефлексов от частиц с кубической решеткой, идентифицируемых как β' -фаза – MgAg ($Pm\bar{3}m$) и слабые рефлекссы от кубической решетки серебра ($Fm\bar{3}m$, $a=0,4086$ нм). Присутствие β' -фазы после продолжительной выдержки при температуре деформации свидетельствует о том, что данные частицы, выделение которых инициировано деформацией, являются термодинамически равновесными. На рисунке 4.41б представлено доказательство гетерогенного зарождения частиц серебра на межфазной границе других фаз. Следует отметить, что данные частицы различных фаз также содержат небольшое количество легирующих элементов, таких как медь, магний, марганец и германий.

4.2.3.2 Эволюция микроструктуры и фазового состава в состоянии №2 сплава

Эволюция микроструктуры. На рисунках 4.43 и 4.44а-б представлены карты EBSD и снимки ПЭМ микроструктуры в состоянии №2 сплава. В общем, параметры эволюции микроструктуры, наблюдаемые в состояниях №1 и №2 сплава, аналогичны. При $\epsilon \leq 2$ в состоянии №2 сплава, формирование инициированных деформацией границ также затруднено (рисунки 4.43а-б). В первую очередь, формируются плоские ГНГ вдоль плоскости сдвига матрицы (рисунок 2.2). Как результат, увеличение среднего угла разориентировки границ не происходит (рисунки 4.29е-ж и 4.31б). Изменение гистограмм

распределения углов разориентировок границ, представленных на рисунках 4.29е-ж, также не типично для НДР [96]. В микромасштабе, только при $\varepsilon \sim 2$ выявлено формирование деформационных полос, окруженных границами с очень малыми углами разориентировки (рисунки 4.43а-б). По-видимому, пластины Ω -фазы препятствуют образованию ГНГ при РКУ прессовании до степеней деформации, когда происходит трансформация $\Omega \rightarrow \theta$ [55]. Плотность дислокаций достигает $\sim 2,5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и не изменяется существенно с дальнейшим увеличением количества проходов (таблица 4.3).

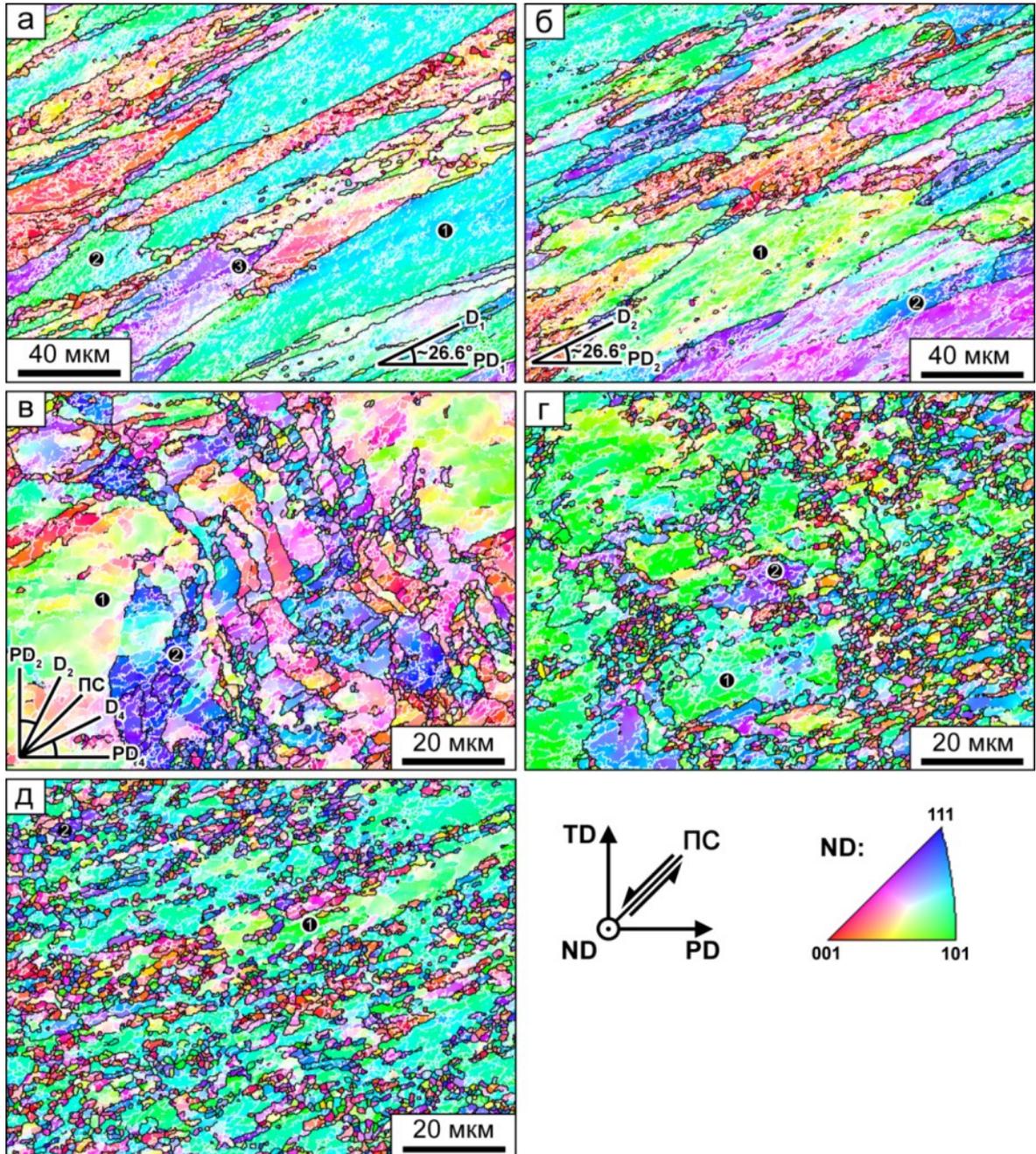


Рисунок 4.43 – Эволюция микроструктуры в плоскости НН/ND для состояния №2 сплава после РКУ прессования до степеней деформации $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д).

При $\varepsilon \sim 4$, происходит формирование протяжённых ГНГ, вытянутых вдоль плоскости сдвига (рисунок 4.43в). В общем, при $\varepsilon \geq 4$, имеется тенденция к медленному увеличению угла разориентировки границ (рисунки 4.29з-к и 4.31б), что является типичным для механизма НДР [96]. Цепочки новых кристаллитов появляются в результате пересечения деформационных полос (рисунок 4.43в). Однако, этот процесс протекает медленно с ростом степени деформации из-за формирования преимущественно одного семейства деформационных полос. После $\varepsilon \geq 8$ происходит формирование частично рекристаллизованной структуры (рисунки 4.43г-д) в виде мелких рекристаллизованных зерен равноосной формы, чередующихся с новыми зернами или (суб)зернами вытянутой формы и нерекристаллизованными областями. При $\varepsilon \sim 12$, цепочки рекристаллизованных зерен разбивают нерекристаллизованную матрицу (рисунок 4.43д), которая существенно отличается от той, что наблюдается в состоянии №1 сплава на рисунке 4.28е.

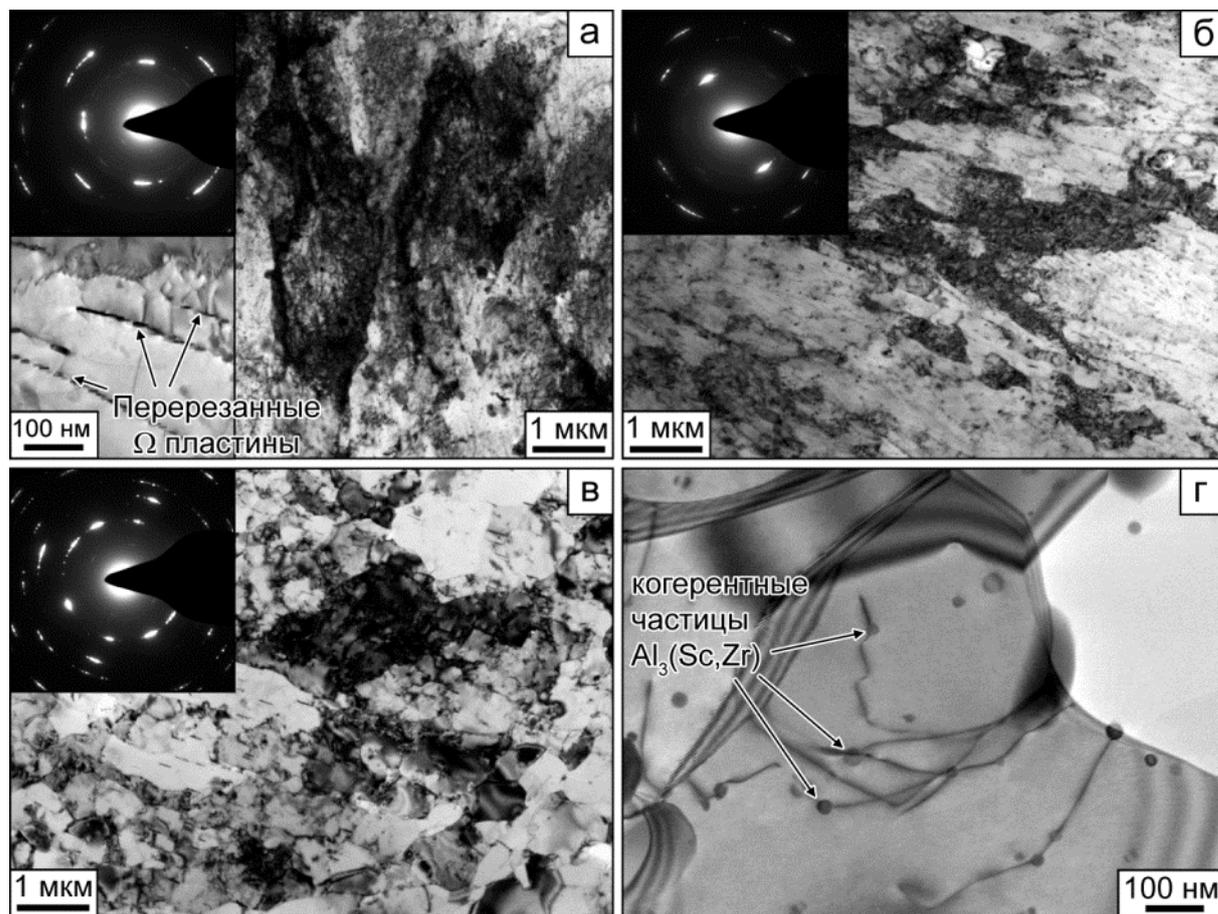


Рисунок 4.44 – Снимки ПЭМ микроструктуры в плоскости ND для состояний №2 (а-б) и №3 (в-г) сплава после РКУ прессования до степеней деформации $\varepsilon \sim 1$ (а, в), $\varepsilon \sim 2$ (б) и $\varepsilon \sim 12$ (г).

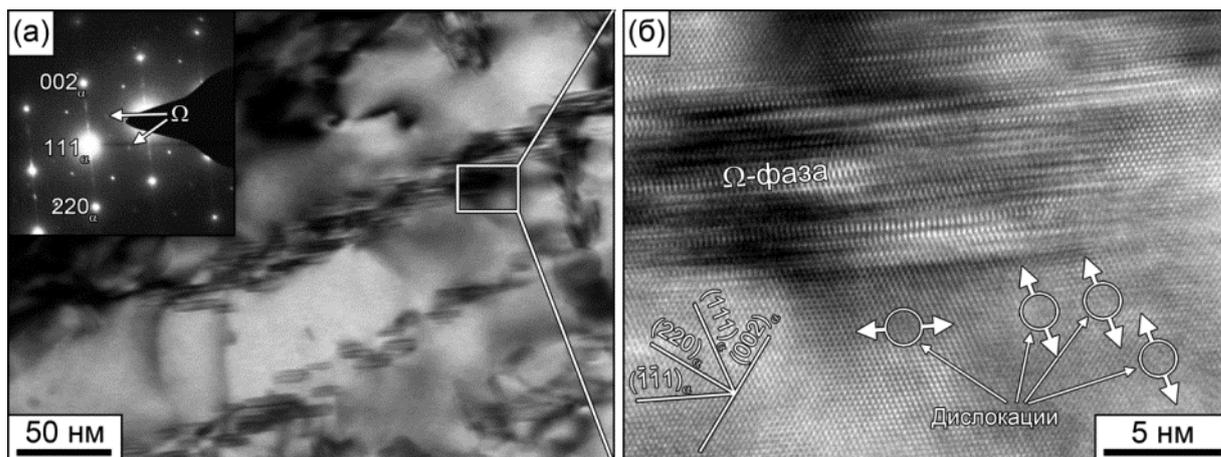


Рисунок 4.45 – Снимок ПЭМ (а) и прямое разрешение (б) фрагментированных частиц Ω -фазы в состоянии №2 сплава после $\varepsilon \sim 1$. Ось зоны – $\langle 011 \rangle_\alpha$

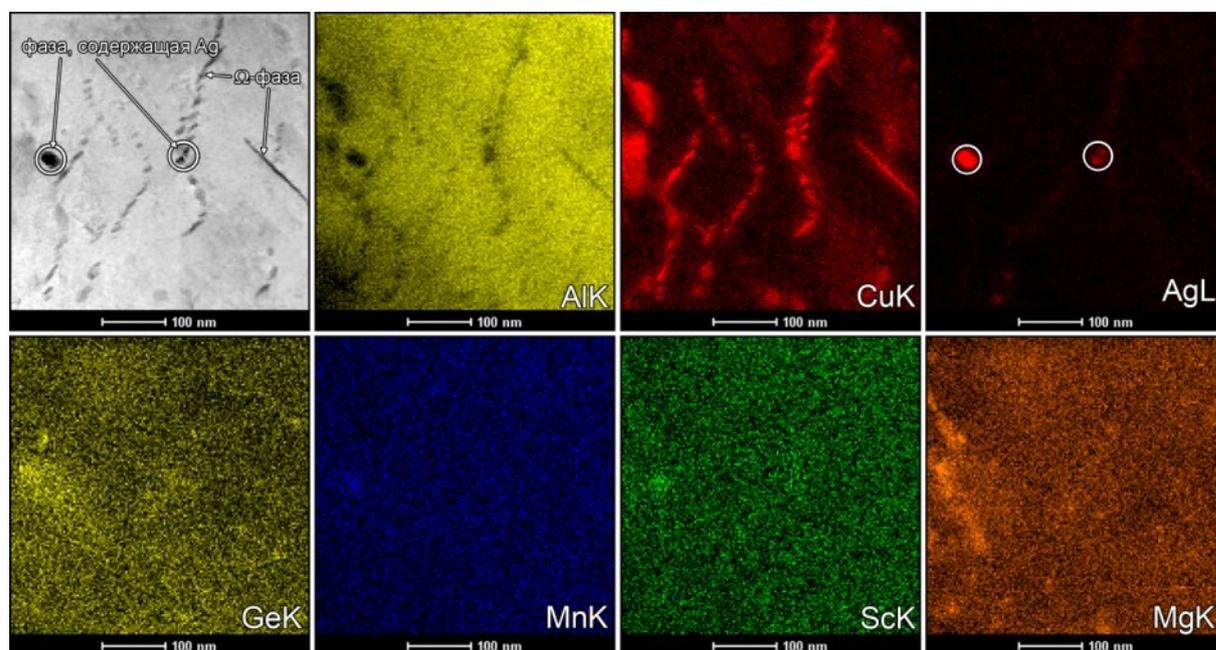


Рисунок 4.46 – Снимок СПЭМ микроструктуры и распределение Al, Cu, Ag, Ge, Mn, Sc и Mg в выбранной области в состоянии №2 сплава после $\varepsilon \sim 1$.

Эволюция фазового состава. Исходный фазовый состава в состоянии №2 сплаве отличается от состояния №1, во-первых, наличием грубых частиц Ω -фазы и, во-вторых, полным распадом пересыщенного твердого раствора. При $\varepsilon \sim 1$, относительно крупные пластины Ω -фазы перерезаются скользящими дислокациями (рисунки 4.45а и б), что приводит к формированию цепочек диспергированных пластин ($20,4 \pm 6,3$ нм в длину (рисунок 4.36б)), присутствие в которых магния и серебра не обнаружено методом энергодисперсионного анализа (рисунок 4.46). В состояниях №1 и №2 сплава длина

диспергированных пластин Ω -фазы одинакова после $\varepsilon \sim 1 \dots 2$ (рисунок 4.36б). Стоит отметить, что взаимодействие между межфазными границами Ω -фазы и дислокациями приводит к повышению последних (рисунок 4.45б). В общем, магний более равномерно распределяется в твердом растворе, чем серебро, которое локально сосредоточено в непосредственной близости к крупным частицами Ω -фазы (рисунок 4.46). Количество обособленных частиц различных фаз, содержащих магний и серебро, незначительно. Одновременно, происходит размытие скоплений атомов меди вокруг диспергированных частиц Ω -фазы.

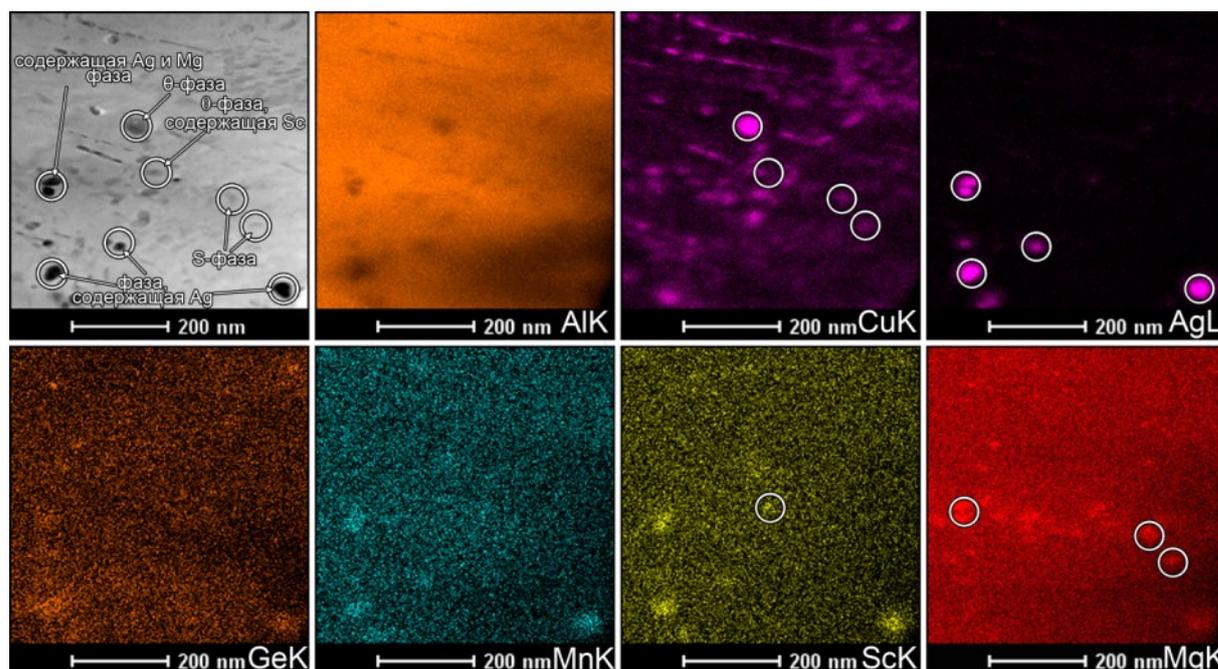


Рисунок 4.47 – Снимок СПЭМ микроструктуры и распределение Al, Cu, Ag, Ge, Mn, Sc и Mg в выбранной области в состоянии №2 сплава после $\varepsilon \sim 2$

С дальнейшим увеличением степени деформации, диспергированные частицы Ω -фазы приобретают равноосную формы (рисунок 4.47), однако сохраняющих характерное ориентационное соотношение для Ω -фазы [6,132,134,135,138]. Обнаружено формирование наноразмерных частиц обогащенной скандием θ -фазы. После $\varepsilon \sim 2$ наблюдаются частицы S-фазы пластинчатой формы и располагающиеся на дислокациях. Обширное перемешивание приводит к равномерному распределению меди (рисунок 4.47). При $\varepsilon \sim 4$, анализ картин дифракции показал, что пластинчатые частицы Ω -фазы распадаются на отдельные частицы (рисунок 4.45), что приводит к их *in situ* превращению в θ -фазу (рисунок 4.46). Этот процесс инициируются поворотом частиц Ω -фазы, имеющих преимущественно равноосную форму. Доказательством поворота кристаллической решетки фаз является поворот дифракционных рефлексов вокруг нормали к плоскости

НН/ND (плоскости снимка) на угол более чем 50° (рисунок 4.48а), предполагающие, что данный поворот играет важную роль в превращении Ω в θ -фазу. Сравнение этой трансформации, происходящей в состояниях №1 и №2 сплава показывает, что увеличение толщины пластин коррелирует с увеличению угла поворота кристаллической решетки Ω -фазы. Следует отметить, что данный процесс сопровождается выделением мелкодисперсных частиц, имеющих равноосную форму и содержащих серебро и серебро/магний (рисунок 4.47). На рисунках 4.46 и 4.47 видно, что размеры и форма диспергированных частиц Ω -фазы, а также частиц θ -фаз, содержащих серебро и серебро/магний, близки. По этой причине, частицы θ -фазы, содержащей серебро и серебро/магний, могут также возникать в результате *in situ* превращения из Ω -фазы, а не отдельного зарождения и роста этих фаз в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [1,40,54,61]. Отметим, что как для θ -фазы, расположенной в теле исходных зерен, так и фаз, содержащих серебро и серебро/магний, ориентационные соотношения с матрицей не наблюдаются.

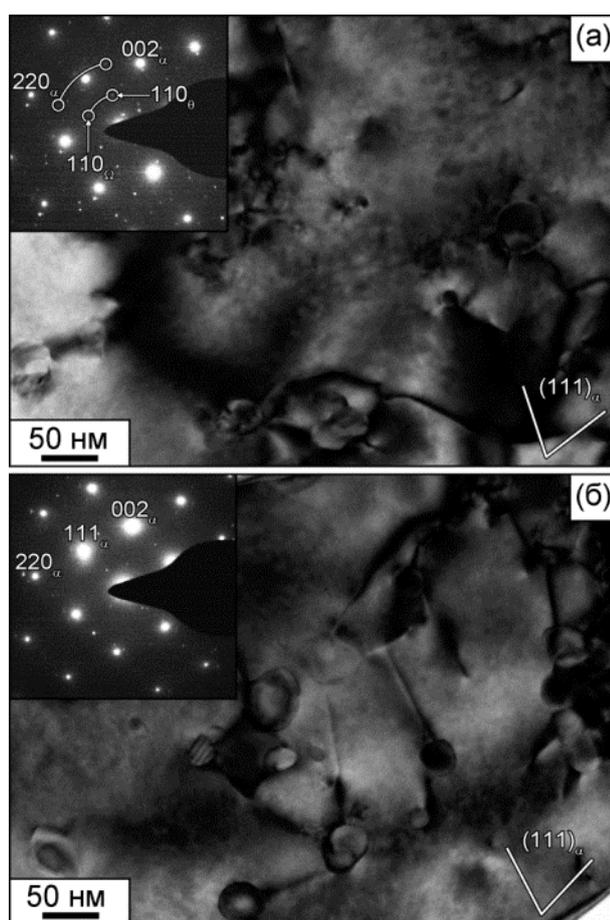


Рисунок 4.48 – Снимок ПЭМ микроструктуры частиц в состоянии №2 сплава после РКУ прессования до степеней деформации $\varepsilon \sim 4$ (а) и $\varepsilon \sim 8$ (б).

При $\varepsilon \sim 8$, были выявлены частицы Ω -фазы, имеющие характерное ориентационное соотношение [6,132,134,138]. Обнаружено присутствие в структуре дисперсных частицы

сферической формы (рисунок 4.48б и 4.49). Количество частиц S-фазы, имеющих равноосную форму и расположенные в теле зерен, выше чем частиц θ -фазы; магний преимущественно скапливается в относительно крупных частицах S-фазы (рисунок 4.49). Некоторые частицы θ -фазы укрупняются. Рост относительно крупных частиц θ -фазы, расположенных по исходным границам, возможно, происходит путем растворения мелких частиц этой фазы, которые появились в результате растворения Ω -фазы и расположенных в теле зерен (рисунок 4.49). Обнаружены также относительно крупные частицы двух других фаз, содержащих магний и серебро. При $\epsilon \sim 8$, средний размер сферических частиц достигает $25,3 \pm 13,2$ нм, который увеличивается с дальнейшим увеличением степени деформации (рисунок 4.36б).

Рентгенофазовый анализ доказывает присутствие кристаллических структур θ , W, Mg_2Ge , Al_6Mn -фаз (рисунок 4.50). Обнаружены также дифракционные пики от S, β' и U-фаз. Дифрактограммы для состояний №1 и №2 сплава подобны после $\epsilon \sim 12$. В состоянии №2 сплава объемная доля S-фазы относительно невысока, как и в состоянии №1. Явные доказательства присутствия S-фазы появляются при $\epsilon \geq 8$. По этой причине, увеличение размера пластин Ω -фазы и/или уменьшение степени пересыщенности твердого раствора перед деформацией смещает инициированное деформацией выделение частиц S-фазы к большим степеням.

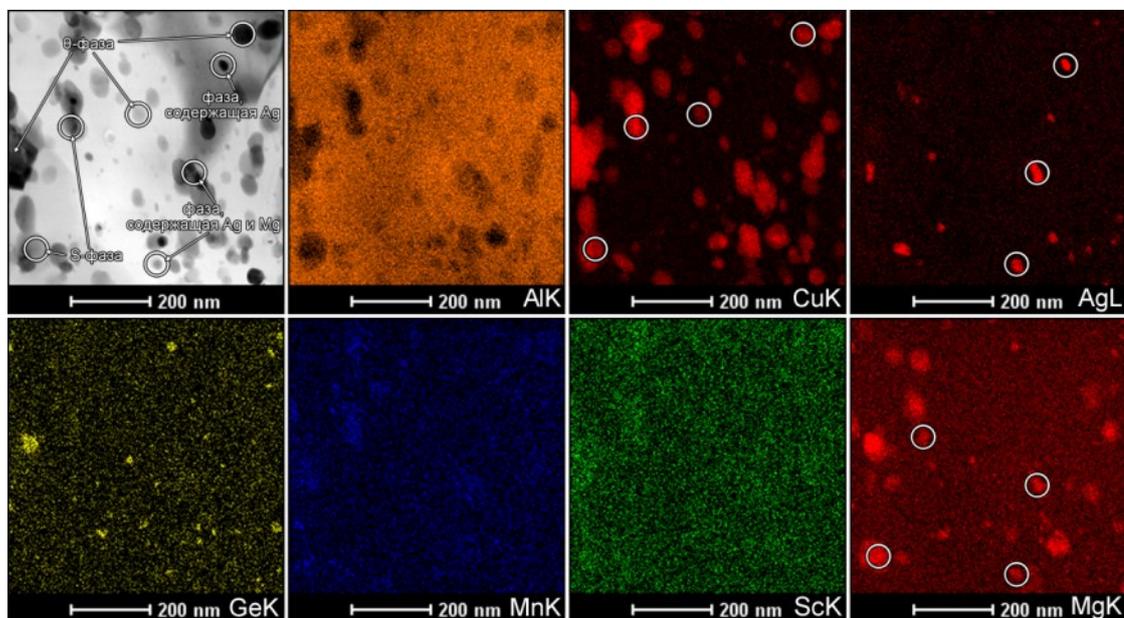


Рисунок 4.49 – Снимок СПЭМ микроструктуры и распределение Al, Cu, Ag, Ge, Mn, Sc и Mg в выбранной области в состоянии №2 сплава после $\epsilon \sim 8$

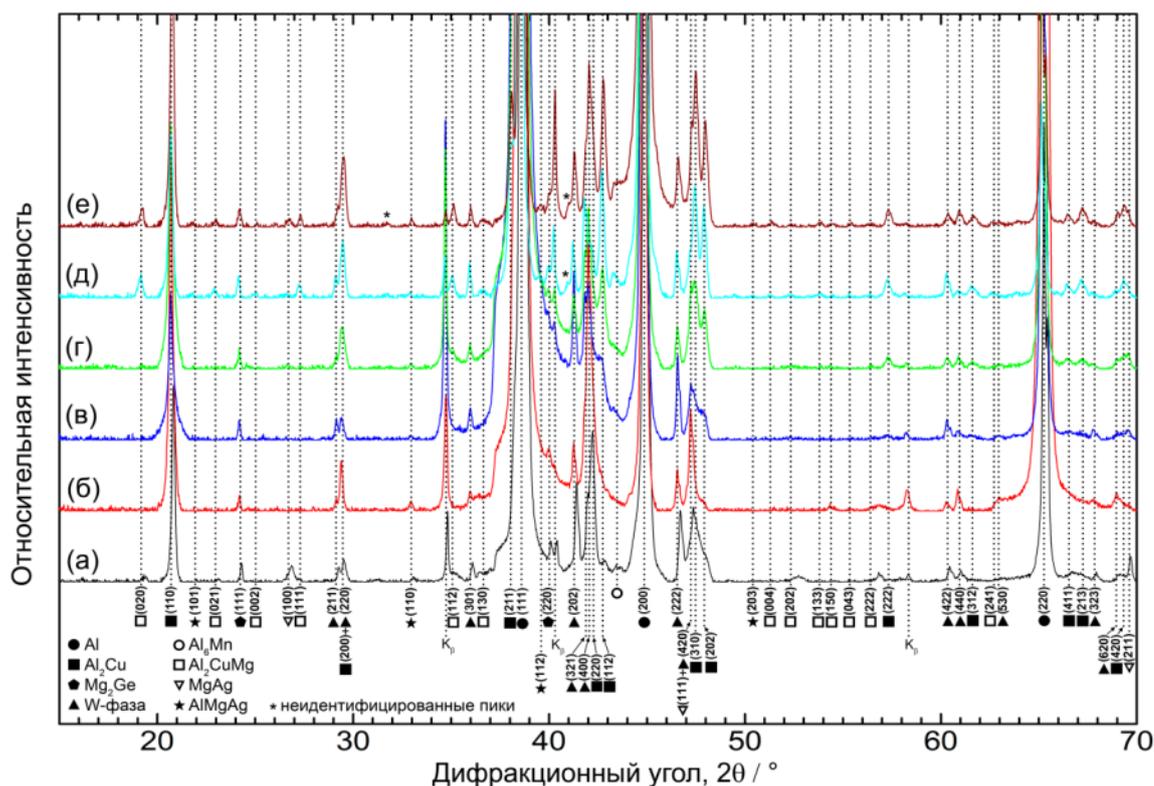


Рисунок 4.50 – Дифрактограмма состояния №2 сплава после РКУ прессования со степенью деформации 0 (а), ~1 (б), ~2 (в), ~4 (г), ~8 (д) и ~12 (е).

4.2.3.2 Эволюция микроструктуры и фазового состава в состоянии №3 сплава

Эволюция микроструктуры. В макромаштабе, формируется равномерная объемная сетка МУГ с углами разориентировки $\geq 2^\circ$ в теле исходных зерен, имеющих определенную кристаллографическую ориентацию (рисунок 4.51а) при $\varepsilon \sim 1$ и во всех исходных зернах, имеющих различную ориентацию относительно плоскости сдвига матрицы, при $\varepsilon \sim 2$ (рисунок 4.51б). Преимущественная ориентация МУГ, вытянутых вдоль направления D_i , не наблюдается. Обнаружено явное доказательство ориентации инициированных деформацией границ вдоль плоскостей $\{112\}_\alpha$. При $\varepsilon \leq 4$, происходит одновременное увеличение плотности МУГ (рисунок 4.31е) в результате равномерного формирования объемной сетки МУГ в теле зерен, исходно устойчивых к развитию механизма НДР [101,102]. Данный факт также подтверждается высокой скоростью увеличения среднего угла разориентировки границ (рисунок 4.31в). Инициированные деформацией МУГ постепенно трансформируются в ВУГ, приводя к формированию частично рекристаллизованной структуры при $\varepsilon \sim 4$ (рисунки 4.51а-в). Рекристаллизованные зерна, сферической формы, чередуются с равноосными субзернами/(суб)зернами, имеющими

средний размер ~ 1 мкм (рисунки 4.32в и 4.51в). Пики на гистограммах распределения углов разориентировок границ постепенно смещаются от малых $2-4^\circ$ к высоким углам (рисунки 4.29л-н).

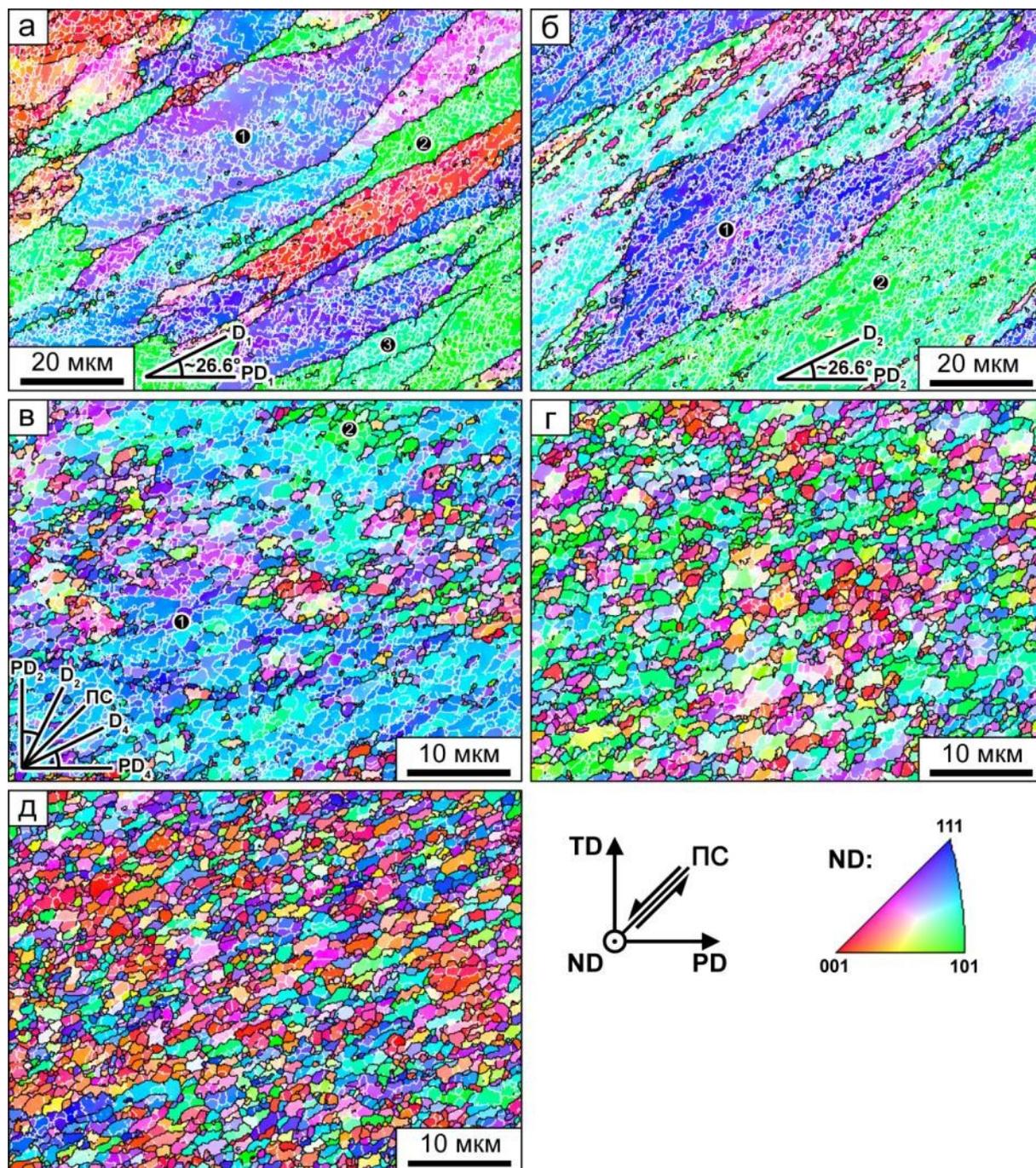


Рисунок 4.51 – Эволюция микроструктуры в плоскости НН/ND для состояния №3 сплава после РКУ прессования до степеней деформации $\varepsilon \sim 1$ (а), $\varepsilon \sim 2$ (б), $\varepsilon \sim 4$ (в), $\varepsilon \sim 8$ (г) и $\varepsilon \sim 12$ (д)

В микромасштабе, при $\varepsilon \sim 1$, деформационные полосы чередуются с субзернами, сферической формы (рисунок 4.44в). В теле субзерен наблюдается низкая плотность дислокаций ($\rho \sim 2.5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$) (таблица 4.3). Увеличение степени деформации от $\varepsilon \sim 1$ до $\varepsilon \sim 2$

приводит в разделению деформационных полос на вытянутые субзерна (рисунки 4.51 и 4.32в). После $\varepsilon \sim 2$ плотность дислокаций увеличивается в 2 раза, по сравнению с $\varepsilon \sim 1$, и незначительно падает с дальнейшим увеличением степени деформации (таблица 4.3). При $\varepsilon \sim 1$, большинство субзерен имеют близкую к равноосной форму, а полосах обнаруживаются вытянутые субзерна (рисунок 4.32в и 8в).

При $\varepsilon > 4$, происходит незначительное дополнительное формирование новых инициированных деформацией границ (рисунки 4.51г и д). Существующие МУГ постепенно трансформируются в ВУГ – снижается плотность МУГ и повышается плотность ВУГ (рисунок 4.31е). Как результат, новые рекристаллизованные зерна формируются равномерно в объеме материала. В микромасштабе, кристаллиты, полностью окруженные ВУГ, чередуются с субзернами и (суб)зернами (рисунок 4.51г). После $\varepsilon \sim 12$ наблюдается формирование полностью рекристаллизованной структуры (рисунок 4.51д). Следует отметить, что почти все ВУГ свободны от зернограницных дислокаций, что является отличительным признаком от других состояний сплава. Подвижные дислокации закрепляются на межфазных когерентных границах частица фазы $Al_3(Sc, Zr)$ и некогерентных межфазных границах других фаз (рисунок 4.4г) [146]. Таким образом, характерные особенности эволюцию микроструктуры в состоянии №3 сплава являются типичными для механизма НДР (рисунки 4.29л-п).

Эволюция фазового состава. В общем, влияние РКУ прессования при 250 и 300°C на распределение вторых фаз в гетерогенизированном материале аналогично. Результаты рентгенофазового анализа и ПЭМ демонстрируют присутствие θ -, W-, Mg_2Ge , Al_6Mn , S- и β' -фаз после деформации.

4.2.3.3 Эволюция текстуры

На рисунке 4.52 представлены функции распределения ориентировок (ФРО) для $\varphi_2 = 45^\circ$, полученные для различных состояний сплава после РКУ прессования при 250°C. Полусферические фигуры (ПФ), полученные с плоскости $\{111\}_\alpha$, показаны на рисунке 4.52, где также для описания текстурных компонент приведена идеальная ориентация, описывающая простейший сдвиг при однократном проходе РКУ прессования с использованием штампа (матрицы) с углом пересечения каналов 90° [147]. Черные и белые круги, обозначенные цифрами, на ПФ (рисунок 4.53) и на картах EBSD (рисунки 4.28, 4.43 и 4.51) соответствуют ориентации кристаллов отдельных зерен на положительной и отрицательной полусфере стереографической проекции. Текстуры после одного прохода РКУ прессования, которые хорошо описываются простым сдвигом, по

существо, являются аналогичными для всех трех состояний сплава, когда плоскости $\{111\}_\alpha$ параллельны плоскости сдвига для текстурного α -волокна, а направления $\langle 110 \rangle_\alpha$ параллельны направлению сдвига для текстурного β -волокна равномерной интенсивности (рисунок 4.53) [147]. Известно [147], что эти два волокна соединяются в ориентационных положениях A_θ и \bar{A}_θ . Ориентация большинства нерекристаллизованных зерен на рисунках 4.28а, 4.43а и 4.51а с небольшими отклонениями совпадают с этими идеальными ориентировками (рисунок 4.53) [147]. Главной особенностью текстуры после РКУ прессования является формирование текстурного γ -волокна, которое определяется как линия с координатами $\Phi=54.74^\circ$, $\varphi_1=0-360^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$ в пространстве Эйлера (рисунок 4.52) и включает текстурные компоненты B/\bar{B} , определенные для простого сдвига в ГЦК материале [147,148,149]. γ -волокно, для которого характерна ориентация плоскостей $\{112\}$ //ПС и направлений $\langle 111 \rangle$ //НС, также является идеальным компонентом текстуры при простом сдвиге ГЦК материала [147,150,151].

Состояние сплава оказывают существенное влияние на эволюцию текстуры с увеличением степени деформации (рисунок 4.52). После второго прохода, переориентация кристаллографических плоскостей к идеальным положениям, связанным с α -волокном, затруднено. Формирование β -волокна и непрерывного γ -волокна не происходит. Однако, большинство нерекристаллизованных зерен имеют ориентацию аналогичную идеальным компонентам B_θ и \bar{B}_θ для всех состояний сплава. В состояниях №1 и №2 сплава, наблюдаются незначительные отклонения от идеальных положений $A_{2\theta}^*$ и C_θ . (рисунок 4.52). Доказательств формирования α - и β -волокна в состоянии №3 сплава не обнаружено. Однако, в данном состоянии сплава сплаве, имеет место явное формирование γ -волокна на начальных стадиях деформирования и дальнейшее его размытие при степенях деформации $\varepsilon \sim 8$, при которых начинает происходить разделение непрерывного γ -волокна с повышением интенсивности идеальных компонентов B_θ и \bar{B}_θ . В состояниях №2 и №3 сплава, некоторые зерна имеют ориентацию аналогичную C_θ/\bar{A}_θ и тогда как другие - \bar{A}_θ (рисунок 4.53).

При $\varepsilon > 2$, наблюдается тенденция увеличения интенсивности γ -волокна в состояниях №1 и №2 сплава (рисунок 4.52). В состоянии №1 сплава при $\varepsilon \sim 4$, ориентация зерен с небольшими отклонениями распределяется между компонентами A_θ/\bar{A}_θ и B_θ/\bar{B}_θ (рисунки 2г и 4.52). Зерна, с ориентациями A_θ/\bar{A}_θ сопротивляются развитию механизма НДР, что приводит к появлению прерывистого γ -волокна. При $\varepsilon \geq 8$, большинство зерен ориентируются преимущественно близко к идеальными компонентами B_θ и \bar{B}_θ (рисунок 4.52), и наблюдается формирование полунепрерывного γ -волокна (рисунок 4.53). α -

волокно снова появляется только после деформации $\varepsilon \sim 12$. В состоянии №2 сплаве, не наблюдается формирование α - или γ -волокон. Зерна, в которых происходит развитие ГНГ, имеют ориентации B_θ/\bar{B}_θ , а зерна, в которых происходит развитие только одного семейства ГНГ, имеют ориентации $A_{1\theta}/\bar{A}_{1\theta}$ (рисунок 4.53).

Расчетная величина интенсивности текстуры представлена на рисунке 4.54. В интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 1 \dots 2$ интенсивность текстуры является аналогичной для всех трех состояний сплава, которая увеличивается с увеличением степени деформации. С дальнейшей деформацией, максимальное значение текстурного индекса $T=11,6$ было достигнуто в состоянии №2 сплава после четырех проходов РКУ прессования. Максимальные величины текстурного индекса в состояниях №1 и №3 сплава были достигнуты при $\varepsilon \sim 3$ и $\varepsilon \sim 2$, соответственно. Дальнейшая деформация приводит к частичному размытию текстуры, и, при $\varepsilon > 8$, формирование мелкозернистой структуры приводит к падению интенсивности текстуры в состояниях №1 и №3 сплава, тогда как в состоянии №2 текстурный индекс достигает существенной величины $\sim 8,7$ при $\varepsilon \sim 12$.

Таким образом, явное формирование α и β -волокон связано с формированием ГНГ и увеличением среднего угла разориентировки границ, θ_{cp} , тогда как быстрое увеличение объемной доли рекристаллизованных зерен, $V_{рекр}$, и плотности ВУГ, $\gamma_{ВУГ}$, (рисунки 4.31а-е) связано с появлением неустойчивых ориентаций между устойчивыми компонентами B_θ/\bar{B}_θ , что обеспечивает образование непрерывного γ -волокон.

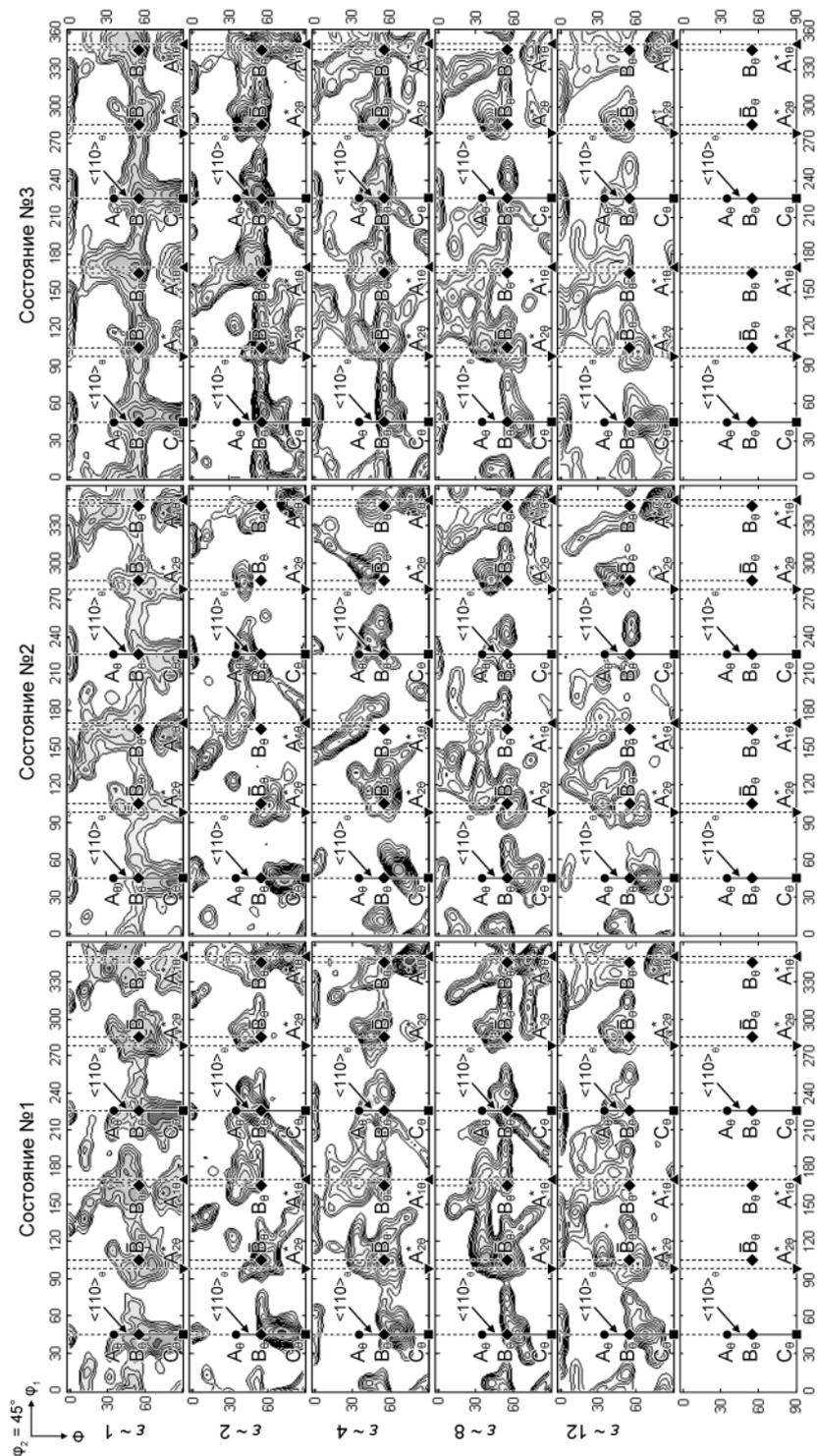


Рисунок 4.52 – Секция ФРО с $\varphi_2 = 45^\circ$ текстуры, измеренной в состояниях №1, №2 и №3 сплава после различного количества проходов при 250°C ; контуры соответствуют интенсивностям 1/1.4/2/2.8/4/5.6/8/11/22/40. Представлены также идеальные ориентации текстурных компонентов для ГЦК металла при однократном проходе РКУ прессования с углом пересечения каналов 90°

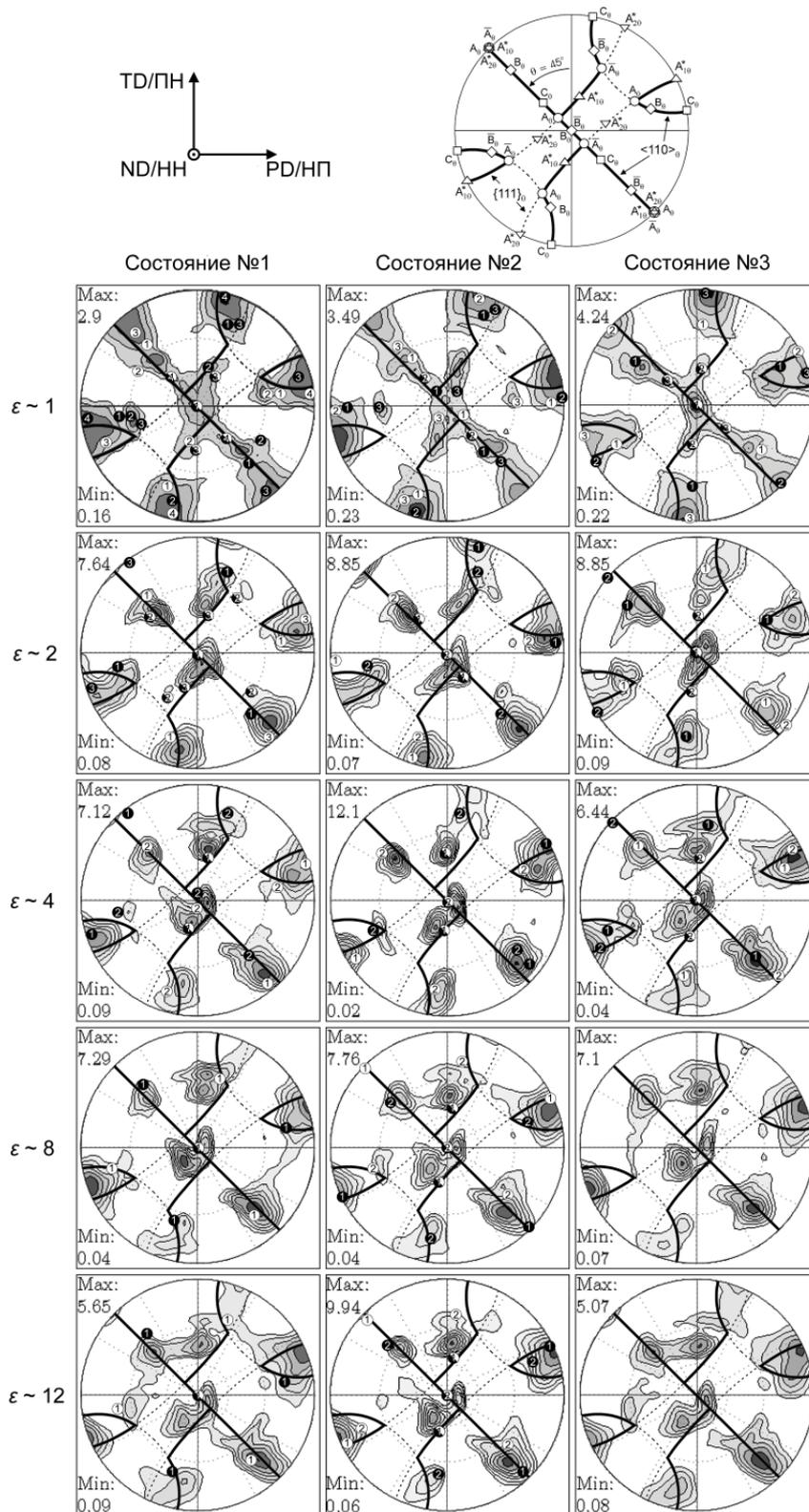


Рисунок 4.53 – ПФ $(111)_\alpha$ различных текстур в состояниях №1, №2 и №3 сплава после различного количества проходов при 250°C по маршруту B_C (контуры: 1/1.4/2/2.8/4/5.6/8/11). Приведены также идеальные ориентации (символы) и текстурные волокна (толстая сплошная линия) для ГЦК металла при однократном проходе РКУ прессования с углом пересечения каналов 90° [148,151]

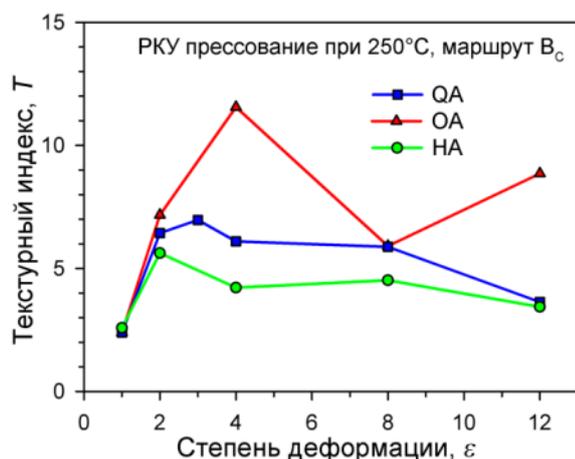


Рисунок 4.54 – Зависимость текстурного индекса, T , от степени деформации при РКУ прессовании экспериментального сплава с различным исходным распределением частиц различных фаз

4.2.3.4 Обобщение полученных результатов

Эволюция микроструктуры. Подробный анализ полученных экспериментальных данных показал, что распределение частиц оказывает сильное влияние на формирование равномерной сетки ГНГ во процессе РКУ прессования по маршруту B_c при 250°C . С ростом температуры деформации до 300°C данный эффект становится менее выраженным. К тому же, скорость трансформации МУГ в ВУГ сильно зависит от дисперсности частиц различных фаз.

Анализ данных текстуры показал, что система скольжения $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ является активной во всех трех состояниях сплава. Однако, подобие дислокационного скольжения не соотносится с параметрами ГНГ, несмотря на существование универсальных соотношений между системами скольжения и дислокационной структурой [152]. Подобное поведение материала связано с морфологией частиц различных фаз, которые оказывают сильное влияние на формирование равномерной объемной сетки границ через взаимодействие свободных дислокаций, которые собираются в плоские ГНГ для минимизации своей энергии [33,145,152]. В состояниях №1 и №2 сплава, концентрация дислокационного скольжения в одной плоскости $\{111\}_\alpha$ приводит к перерезанию пластин Ω -фазы. При данных условиях, ГНГ могут развиваться только в результате сильной локализации дислокационного скольжения в плоскости $\{111\}_\alpha$, для которых требуются минимальные напряжения для скольжения дислокаций (рисунок 4.55а). Дислокационное скольжение в других плоскостях $\{111\}_\alpha$, с более низкими значениями фактора Тейлора, не может обеспечить перерезание пластин Ω -фазы и, следовательно, формирование плоских

семейств ГНГ второго и более высоких порядков не происходит при первом проходе РКУ прессования. Как результат, имеет место гетерогенное развитие ограниченного количества плоских инициированных деформацией ГНГ при первом проходе РКУ прессования.

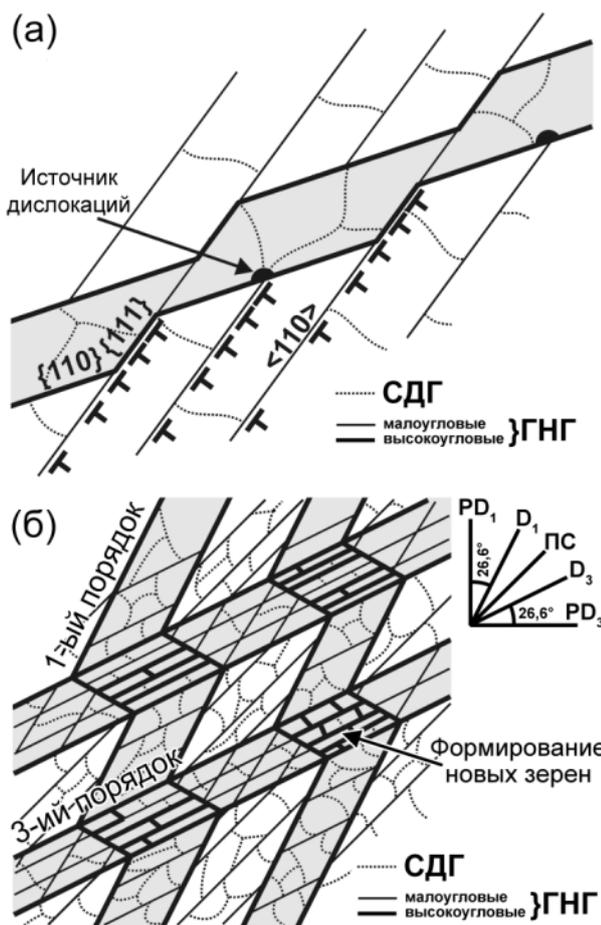


Рисунок 4.55 – Схематическое представление формирования новых зерен в плоскости NN/ND в результате пересечения полос сдвига с ГНГ после однократного прохода РКУ прессования (а) и пересечения ГНГ первого и третьего порядков после $\varepsilon \sim 3$ с поворотом заготовки по маршруту B_C (б)

Формирование объемной сетки ГНГ может происходить только через активацию механизма дислокационного скольжения в различных некопланарных плоскостях типа $\{111\}_\alpha$. Если одиночное и/или некопланарное дислокационное скольжение [152] доминирует, то равномерная сетка границ может быть получена в процессе РКУ прессования в результате поворота заготовки по маршруту B_C [34,101,102]. При преобладании компланарного дислокационного скольжения [152], развитие объемной сетки границ не происходит при первом проходе. В состояниях №1 и №2 сплава, формирование ГНГ высоких порядков затруднено из-за наличия пластин Ω -фазы при $\varepsilon \leq 3$ [55]. Перерезание этих пластин требует значительных усилий [52] и может происходить только в одной плоскости $\{111\}_\alpha$ при первом проходе прессования [55,97]. После

однократного первичного перерезания пластины Ω -фазы последующие дислокации имеют тенденцию скользить в тех же самых плоскостях, что приводит к концентрации дислокационного скольжения в полосах [31]. Похоже, что повторное перерезание в новых плоскостях $\{111\}_\alpha$ при втором и третьем проходах прессования часто требует больших касательных напряжений, чем после первичного перерезания [34,101,102]. В результате, наблюдается сильная локализация дислокационного скольжения в плоскостях $\{111\}_\alpha$ (плоскость с минимальными касательными напряжениями для активизации дислокационного скольжения при первом проходе) при последующих проходах, несмотря на то, что данная плоскость требует значительных напряжений для скольжения дислокаций в результате поворота заготовки по маршруту V_C [34,101,102]. Иногда происходит формирование ГНГ более высоких порядков. В состоянии №1 сплава, формирование новых кристаллитов прямоугольной формы частично связано с пересечением деформационных полос и ГНГ (рисунок 4.55б). По этой причине явные α и β -волокна появляется при $\varepsilon \sim 2$, которое далее размываются с увеличением степени деформации. Пластины Ω -фазы выступают в роли препятствий для формирования объемной сетки ГНГ в результате активации дислокационного скольжения в различных некопланарных плоскостях $\{111\}_\alpha$. До распада пластин Ω -фазы не происходит быстрое увеличение среднего угла разориентировки границ [55]. Таким образом, дисперсные наноразмерные частицы с когерентными межфазными границами, способствующие сильной локализации дислокационного скольжения в одной или двух плоскостях $\{111\}_\alpha$ с относительно низкими величинами фактора Тейлора, по сравнению с плоскостями $\{111\}_\alpha$, требующих максимальных напряжений сдвига, препятствуют формированию сетки МУГ на стадии I механизма НДР в состояниях №1 и №2 сплава.

При $\varepsilon > 4$, трансформация пластин Ω -фазы в труднодеформируемые частицы θ -фазы сферической формы облегчает формирование объемной сетки ГНГ в результате последовательного формирования данных границ в некопланарных плоскостях $\{111\}_\alpha$ и изменения плоскости/направления сдвига при РКУ прессовании [34,101,102]. Этот процесс обеспечивает высокую скорость роста углов разориентировки границ в интервале степеней деформаций $\varepsilon \sim 4 \dots 8$ на стадии II механизма НДР (рисунки 4.29 и 4.31а-в) и приводит к увеличению интенсивности α -волокна, незначительно отклоняющегося от идеальной ориентации (рисунок 4.52). Трансформация объемной сетки ГНГ в зерна равноосной формы происходит неравномерно. Высокая плотность выделения дисперсных частиц позволяет сформировать объемную сетку ГНГ только в теле зерен, имеющих благоприятную ориентацию. Влияние ориентации на формирование ГНГ [152,153] увеличивается с увеличением степени дисперсности частиц. При $\varepsilon \geq 8$, не происходит

формирование новых ГНГ в зернах с промежуточной ориентацией, которые стабильны и сопротивляются развитию механизма НДР. Следует отметить, что в состояниях №1 и №2 сплавах, обнаруживается все стадии развития НДР. Появление плоских ГНГ, формирование объемной сетки МУГ и трансформация МУГ в ВУГ происходят одновременно, но в различных исходных зернах, отличающихся друг от друга ориентацией. Как результат, имеет место низкая общая скорость измельчения зерен, и частично рекристаллизованная структура наблюдается даже после достижения степени деформации $\varepsilon \sim 12$. В состоянии №3 сплава, нет никаких препятствий для скольжения дислокаций [55,97], а локализация дислокационного скольжения в двух плоскостях $\{111\}_\alpha$ с высоким значением фактора Тейлора обеспечивает формирования объемной сетки ГНГ. Далее, эти границы быстро трансформируются в ВУГ и формируется полностью рекристаллизованная структура.

Трансформация ГНГ, которые исходно были малоугловыми [33,145,154], в ВУГ происходит через механизм, описанный в работах [96,105,155,156,157]. Скорость этой трансформации контролируется двумя факторами. Первый, при стекании дислокации в ГНГ, поля упругих напряжений экранируют их друг от друга, несмотря на то, что ГНГ являются низкоэнергетическими дислокационными структурами [33,154]. Поля напряжений, исходящие от ГНГ, также достаточно высоки, чтобы препятствовать встраиванию дислокаций в границу. Перераспределение дислокаций переползанием в ГНГ приводит к их трансформации в плоские границы зерен/субзерен [31], что эффективно уменьшает протяженность полей напряжений [155]. Таким образом, трансформация ГНГ в плоские субзеренные границы активизирует встраивание скользящих дислокаций в данных границах [96,105]. В результате, эти границы быстро приобретают высокоугловую разориентировку на стадии II развития механизма НДР (рисунки 4.26 и 4.31). Наноразмерные частицы и/или высокое содержание легирующих элементов в ПТР затрудняет перераспределение дислокаций переползанием в ГНГ, подавляя их трансформацию в субзеренные границы в состояниях №1 и №2 сплава. Только некоторые ГНГ трансформируются в ВУГ в результате сильной локализации дислокационного скольжения. В состоянии №3 сплава, относительно крупные частицы различных фаз не могут эффективно сдерживать переползание дислокаций, в результате чего ГНГ легко трансформируются в плоские границы. При $\varepsilon > 4$, большинство из всех этих ГНГ приобретают высокоугловую разориентировку.

Второй фактор - формирование ГНГ, имеющих высокоугловую разориентировку, приводит к разбиению исходных зерен на мелкие, сильно разориентированные относительно друг друга фрагменты [33,96,143,144,145], которые имеют связанную

полосовую структуру или округлую форму в состояниях №1/№2 или №3 сплава, соответственно. Поворот кристаллических решеток двух областей связан со значительным накопленным различием ориентировок в активных системах скольжения по обе стороны от общей границы [33,145,154]. Очевидно, в состояние №3 сплава при $\varepsilon > 4$ одиночное скольжение или компланарное скольжение [152] может иметь место в определенных областях, что приводит к появлению α и β -волокон с незначительными отклонениями от идеальных ориентаций. Однако, компланарное скольжение [152] преобладает только в микромасштабе. В результате, появление явного γ -волокна связано с тем, что МУГ, которые окружают данные области, быстро увеличивают свою разориентировку из-за компланарного скольжения [152]. Разделение непрерывного γ -волокна на отдельные неустойчивые ориентационные положения между идеальными компонентами B_θ/\bar{B}_θ связано с формированием (суб)зерен и зерен. Этот вывод подтверждается данными, полученными в работе [158], и механизм НДР протекает с относительно более высокой скоростью при ориентации плоскостей $\langle 111 \rangle_\alpha$ вдоль плоскости сдвига штампа (матрицы) (рисунок 2.1).

В состояниях №1 и №2 сплава, при $\varepsilon > 2$, формирование полосовой структуры обеспечивает стабильность промежуточной ориентации исходных зерен, которые сопротивляются развитию механизма НДР. В этом отличие от низколегированного алюминиевого сплава [156,158], где наблюдается миграция границ деформационного происхождения. Очевидно, что множественное компланарное скольжение [152] активируется в «остаточных» исходных зерен, что приводит к появлению кристаллитов, окруженных СДГ с малыми углами разориентировок (рисунок 4.55б), из-за случайного захвата движущихся дислокаций границами [145]. Эти кристаллиты не имеют возможность быстро увеличить разориентировку окружающих границ при увеличении степени деформации [159] в результате преимущественной аннигиляции дислокаций с противоположными знаками [160]. По этой причине, формирование протяженных плоских ГНГ играет важную роль в инициировании НДР в состояниях №1 и №2 сплава.

Высокая дисперсность частиц различных фаз должна активизировать значительную Зиннеровскую силу торможения [31] для подавления роста зерен или субзерен в процессе РКУ прессования, которое необходимо для поддержания высокой скорости развития НДР [3,96,97,98,105,157]. Кроме того, дисперсность частиц должна быть эффективной в подавлении вторичной и/или собирательной рекристаллизации во время промежуточных отжигов в процессе РКУ прессования [98]. Рассмотрим способность к миграции границ зерен по результатам анализа баланса движущих сил и Зиннеровских сил торможения

границ. Движущая сила рекристаллизации связана с повышенной плотностью дислокаций и может быть вычислена как [31]:

$$P_d = 0,5 \times \rho \times G \times b^2 \quad (4.4)$$

где $b = 2.86 \times 10^{-10}$ м - вектор Бюргерса [98]; $G = 2.24 \times 10^{10}$ Н/м² – модуль сдвига алюминия при 250°C [146]. При подстановке данных величин в уравнение (4.4) оценена величина P_d в различных состояниях сплава: 3.7×10^5 Н×м⁻² в состояниях №1/№2 и 5.5×10^4 Н×м⁻² в №3 для различных плотностей дислокаций, ρ , равных 4×10^{14} м⁻² и 6×10^{13} м⁻², соответственно.

Зиннеровская сила торможения в результате закрепления границ на равномерно распределенных равноосных частицах, окруженных некогерентными межфазными границами, может быть вычислена как [31]:

$$P_p = 3 \times F_v \times \gamma / d \quad (4.5)$$

где $F_v = 0,065$ – объемная доля всех частиц различных фаз, которая был вычислена с использованием программного комплекса Thermo-Calc; $\gamma = 0.32$ Дж м⁻² – удельная поверхностная энергия границ [161]; и $d = 35$ нм – максимальный диаметр дисперсных сферических частиц для состояний №1 и №2 сплава, обеспечивающих минимальную величину тормозящих сил. Средний размер относительно грубых частиц различных фаз ~170 нм был взят для состояния №3 сплава. Подстановка этих величин в уравнение (4.5) позволяет вычислить P_p , которая равна $1,8 \times 10^6$ Н×м⁻² для состояний №1/№2 сплава и $3,7 \times 10^5$ Н×м⁻² для №3. Факт, что $P_p \gg P_d$ подтверждает, что нормальный рост зерен полностью подавляется в процессе межоперационных прогревов образцов во всех трех состояниях сплава [31,98]. Экспериментальные данные также не подтверждают развитие вторичной рекристаллизации [31,98]. Таким образом, дисперсность частиц различных фаз инициирует значительную Зиннеровскую силу торможения границ, подавляя статический и динамический рост зерен. Исходное формирование объемной сетки МУГ, которые устойчивы к миграции при данных динамических условиях из-за высокой плотности выделения частиц, является контролирующим процессом развития механизма НДР в термоупрочняемых алюминиевых сплавах при повышенных температурах.

Эволюция фазового состава. Пластины Ω -фазы чрезвычайно устойчивы к огрублению во время статического отжига (старения) при 250°C в результате низкой межфазной энергии когерентной границы $(001)_{\Omega} \parallel (111)_{\alpha}$ [6,61]. Сдвиг отдельных участков Ω -фазы приводит к формированию поперечных межфазных границ, имеющих некогерентную структуру [6]. Увеличение температуры деформации приводит к пропорциональному увеличению длины (диаметра) отдельных участков пластин Ω -фазы [6,97]. Крупные частицы, как правило, более сильно сопротивляются перерезанию, чем

мелкие частиц, и, следовательно, для их фрагментации первых требуется большее количество дислокаций [108]. Расстояние между срезами находится в обратной зависимости от температуры деформации (рисунок 4.56) [97]. В результате перерезания пластин происходит формирование некогерентных границ, которые образуют ступеньки на плоской межфазной поверхности пластин. Свободная энергия пластин Ω -фазы значительно увеличивается при создании протяженных межфазных границ, имеющих некогерентную структуру, и происходит их огрубление в соответствии со схемой Гиббса-Томсона [40]. Таким образом, частицы Ω -фазы окруженные как когерентными, так и некогерентными границами не сопротивляются огрублению в материале после пластической деформации.

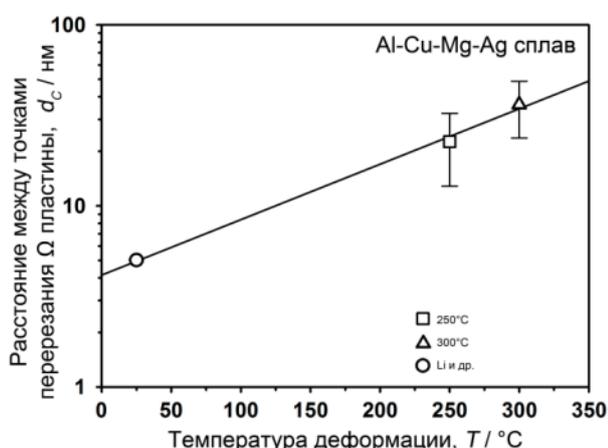
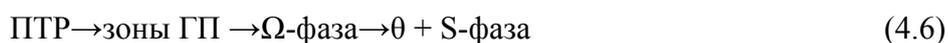


Рисунок 4.56 – Влияние температуры пластической деформации на расстояние между срезами пластин Ω -фазы.

Большая пластическая деформация при температурах, обеспечивающих значительное снижение прочности при кратковременной выдержке («перестаривание»), оказывает сильное влияние на дисперсные частицы метастабильных фаз с когерентными или полукogerентными межфазными границами, которые располагаются в теле исходных зерен, и незначительно влияют на дисперсность крупных частиц, которые располагаются по границам исходных зерен. РКУ прессыование ускоряет процесс растворения метастабильных фаз. Более того, изменяется обычная последовательность выделений, которая имеет место при статическом старении в Al-Cu-Mg-Ag сплавах [61]. Формирование четырех уникальных фаз с некогерентными границами может происходить в ходе РКУ прессыования.

Обычная последовательность выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве с соотношением Cu/Mg=8...10 и Cu/Ag \approx 10 при статическом старении выглядит следующим образом [6,54,61,97,141,162]:



РКУ прессование оказывает незначительное влияние на выделение частиц Ω -фазы из пересыщенного твердого раствора. Это проявляется в том, что деформация при повышенной температуре способствует формированию сегрегаций магния и магния/серебра, которые являются местами гетерогенного зарождения частиц Ω -фазы [53,56,134,162]. Формирование этих сегрегаций в закаленном сплаве не было обнаружено перед выделением Ω -фазы, возможно из-за относительно высокой температуры деформации. Формирование Ω -фазы в состоянии №1 сплава начинает происходить при выдержке перед началом РКУ прессования. РКУ прессование может ускорить распад пересыщенного твердого раствора в результате увеличения концентрации вакансий и увеличения вклада трубочной диффузии в общую скорость диффузионных процессов по сравнению со статическим старением при аналогичной температуре [6,54,56,132,141,163,164]. Однако, доказательства данного факта в представленной работе не получены.

Последовательность выделения фаз (4.6) имеет место при 250°C в ходе продолжительного статического старения [61]. Формирование Ω -фазы при повышенной температуре происходит достаточно быстро [54]. Однако, при 250°C, Ω -фаза замещается θ -фазой, главным образом за счет растворения частиц Ω -фазы, и гетерогенного зарождения и диффузионного роста θ -фазы. Данный диффузионный процесс протекает очень медленно [61]. Выделение частиц θ -фазы начинает происходить после 5 часов, тогда как значительное количество этой фазы появляется только после 500 часов, а трансформация из Ω - в θ -фазу завершается после 2400 часов статического старения при 250°C [61]. Главная особенность θ -фазы, выделяющейся во время РКУ прессования, - это отсутствие ОС с матрицей [61] в результате значительного изменения механизма трансформации $\Omega \rightarrow \theta$ -фаза, и гетерогенного зарождения и роста θ -фазы за счет растворения Ω -фазы. Это связано с *in situ* трансформации Ω -фазы в результате поворота кристаллической решетки частицы относительно матрицы при РКУ прессовании.

В ходе РКУ прессования также происходит выделение незначительного количества S-фазы, как термодинамическом равновесной. Частицы S-фазы появляются в форме реек, имеют плоскость габитуса $\{210\}_\alpha // \{010\}_S$ и ось реек $\langle 112 \rangle_\alpha // [110]_S$ [61]. Основными механизмами выделения S-фазы – гетерогенное зарождение на дислокациях или межфазных границах $\alpha(\text{Al})/\Omega$ -фаза. Дальнейшая деформация приводит к потере ориентационного соотношения S-фазы с матрицей и изменению формы частиц на равноосную.

Отличие механизмов трансформации Ω -фазы в θ - и/или S-фазу может быть связан с различиями в диффузионных потоках атомов магния, меди и серебра. Скорость диффузии магния (коэффициент диффузии равен $\sim 1,24 \times 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$) [165] относительно высока и

достаточна для того чтобы обеспечить равномерное распределение магния в объеме материала. Принимая во внимание, что диффузия меди (коэффициент диффузии равен $\sim 0,65 \times 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$) проходит с меньшей скоростью [165], более эффективным маршрутом для превращения $\Omega \rightarrow S$ является гетерогенное зарождение частицы на межфазной границе, и это связано с тем, что формирование сегрегаций меди происходит только в непосредственной близости к частицам Ω -фазы. Скорость диффузии атомов серебра (коэффициент диффузии $\sim 0,13 \times 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$) [165] на десять порядков величины меньше, чем атомов магния, и, следовательно, обеднение серебром дисперсных частиц Ω -фазы контролирует скорость *in situ* трансформации $\Omega \rightarrow \theta$. Этот диффузионный процесс может быть незначительно ускорен при РКУ прессовании в результате повышения плотности дислокаций, которые приводят к увеличению вклада от трубочной диффузии в общие диффузионные процессы [140]. Основной причиной высокой скорости трансформации $\Omega \rightarrow \theta$ при РКУ прессовании, по сравнению со статическим старением при аналогичной температуре [61] является поворот равноосных частиц Ω -фазы при деформации (*in situ* трансформация). В тоже самое время, эта аллотропная трансформация приводит к появлению содержащих магний и серебро частиц, таких фаз как $\beta'(\text{MgAg})$ и $U(\text{AlMgAg})$ [97] вместо дисперсных частиц Ω -фазы. θ -фаза, содержащая магний и серебро, и имеющая инициированные деформацией некогерентные межфазные границы, является нестабильной при 250°C , что приводит к ее замещению фазами $\beta'(\text{MgAg})$ и $U(\text{AlMgAg})$. Термодинамически равновесная θ -фаза не содержит магний и серебро [48,166].

$\beta'(\text{MgAg})$ -фаза сосуществует с обедненной серебром θ - и S-фазами во время продолжительной выдержки при 250°C , и, по этой причине, может рассматриваться как термодинамически равновесная фаза [54]. Гетерогенное зарождение частиц серебра после продолжительной выдержки при температуре деформации свидетельствует, что эта фаза также является продуктом распада Ω -фазы и может рассматриваться как термодинамически равновесная фаза. Таким образом, для состояниях №1 и №2 сплава последовательность выделения фаз в ходе РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) может быть представлена в следующем виде:



Различие между последовательностями выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве при статическом старении (4.6) и в ходе деформации (4.7) является характерным фактом, что интенсивная деформации инициирует *in situ* трансформацию метастабильной Ω -фазы в термодинамически равновесные фазы.

При $\varepsilon \geq 8$, θ -, β' - и U-фазы, расположенные в теле исходных зерен, сосуществуют с крупными зернограницными частицами обедненной скандием θ -фазы и содержащей скандий W-фазы. В конечном счете крупные частицы W- и θ -фазы появляются за счет растворения θ -, β' - и U-фаз, которые исходно были Ω -фазой. Только относительно крупные частицы S-фазы остаются в состоянии №2 сплаве при $\varepsilon \sim 12$. Однако, эти особенности фазовых превращений не имеют отношения к последовательности выделения фаз (4.7).

4.3 Стабильность рекристаллизованной структуры при нагреве до температур закалки

На рисунках 4.57 и 4.58 представлено влияние температуры отжига в течение 1 часа на микроструктуру состояния №3 сплава после 12 проходов РКУ прессования при 300°C. Как видно, с увеличением температуры отжига наблюдается аномальный рост зерен – вторичная рекристаллизация, при которой отдельные зерна вырастают до больших размеров [31,167], «поедая» свое мелкозернистое окружение. Температура начала проявления вторичной рекристаллизации ($T_{ВТ.Р.}$) соответствует $\sim 480^\circ\text{C}$, ниже которой имеет место собирательная рекристаллизация [31,167]. Размер кристаллитов в процессе собирательной рекристаллизации при 480°C в течение 1 часа увеличивается с ~ 1 мкм до ~ 3 мкм (рисунок 4.57а). С повышением температуры до 500°C доля вторично рекристаллизованных зерен существенно увеличивается (рисунок 4.57б), однако в структуре сохраняется области, имеющие мелкозернистую структуру (рисунок 4.58). Дальнейшее повышение температуры отжига сопровождается уменьшением размера зерна из-за большого количества центров вторичной рекристаллизации (рисунок 4.57в). Подобные микроструктурные изменения, характерные при вторичной рекристаллизации холоднодеформированных сплавов, подробно описаны в работах [31,167].

Как было показано ранее, гомогенизация Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия приводит к формированию относительно грубых частиц W-фазы ($\text{Al}_{8-x}\text{Cu}_{4+x}\text{Sc}$), что уменьшает содержание скандия в твердом растворе для выделения дисперсных когерентных частиц β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$). Как следствие, наблюдается неравномерное выделение данных частиц. Анализ микроструктуры сплава после отжига показывает, что как объемной доли, так и полученного распределения частиц β' -фазы недостаточно для стабилизации мелкозернистой структуры и подавления

рекристаллизационных процессов при нагреве деформированного сплава для обработки на твердый раствор и последующей закалки.

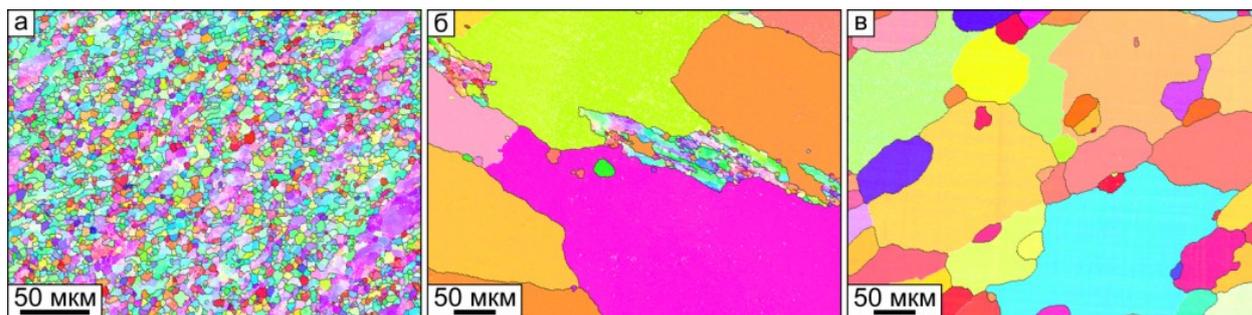


Рисунок 4.57 – Микроструктура состояния №3 сплава Al-Cu-Mg-Ag сплава после РКУ прессования (300°C, 12 проходов) и отжига при температурах 480 (а), 500 (б) и 520°C (в) в течение 1 часа.

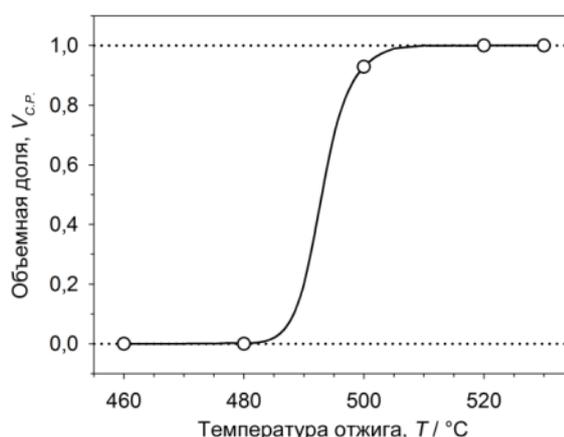


Рисунок 4.58 – Влияние температуры отжига на долю вторично рекристаллизованного объема в состоянии №3 сплава после РКУ прессования (300°C, 12 проходов).

4.4 Выводы по главе

1. Термомеханическая обработка, включающая деформацию при комнатной температуре, приводит к изменению последовательности выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве в процессе старения, которая может быть представлена в виде:

при комнатной температуре: ПТР→зоны ГПБ

при 190°C: ПТР→Ω+θ'+S'

Изменение последовательности выделения фаз при статическом старении связано с растворением кластеров Ag-Mg с медью в процессе пластической деформации. Формирование деформационных полос инициирует выделение по их границам грубых пластин Ω-фазы и частиц S-фазы, имеющих сферическую форму и размер менее 5 нм.

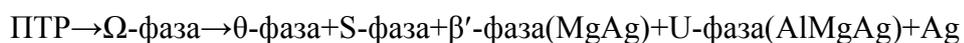
Одна из плоских межфазных поверхностей грубых пластин Ω -фазы является полностью когерентной, в то время как другая – имеет полностью или частично полукogerентную структуру.

2. Исходная термическая обработка оказывает сильное влияние на эволюцию микроструктуры в ходе РКУ прессования при 250 и 300°C до $\varepsilon \sim 12$ Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия. При РКУ прессовании происходит измельчение зеренной структуры во всех исходных состояниях сплавах. Скорость измельчения зеренной структуры выше в состоянии сплава №3. Основной вклад в измельчение зеренной структуры во всех состояниях вносит механизм непрерывной динамической рекристаллизации (НДР).

3. В ходе РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$), в состоянии сплава №3, процесс измельчения зерен классифицируется на две стадии. Для стадии (1) характерно быстрое увеличение доли ВУГ и среднего угла разориентировки, а для стадии (2) постепенное увеличение этих структурных параметров при $\varepsilon \geq 4$. В состоянии №1 и №3, ярко выражена только одна стадия эволюции микроструктуры, при которой происходит постепенное увеличение доли ВУГ и среднего угла разориентировки во всем интервале степеней деформации. При $\varepsilon \leq 4$, в состоянии №3 происходит ускорение НДР в результате формирования равномерной сетки МУГ с последующей их трансформацией в сетку ВУГ. Тогда как в состояниях сплава №1 и №2, в данном интервале степеней деформации происходит формирование микрополос, пересечение которых приводит к формированию новых рекристаллизованных зерен.

4. В процессе больших пластических деформаций Al-Cu-Mg-Ag сплава методом РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) формирование ГНГ после первого прохода связано с образованием α - и β -волокон, тогда как быстрое увеличение среднего угла разориентировки границ, объемной доли рекристаллизованных зерен, плотности ВУГ после второго и последующих проходов коррелирует с появлением неустойчивых ориентаций между устойчивыми компонентами $V_{\theta}/\bar{V}_{\theta}$, что обеспечивает образование непрерывного γ -волокна.

5. В процессе больших пластических деформаций Al-Cu-Mg-Ag сплава методом РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) изменяется последовательность выделения фаз, которая может быть представлена в виде:



Процесс трансформации Ω -фазы в θ , β' (MgAg), Ag и U(AlMgAg)-фазы при РКУ прессовании происходит по механизму *in situ* превращения. Причиной развития данного

механизма превращения является диспергирование пластин Ω -фазы при первом и втором проходах, что приводит к их фрагментации на дискретные сферические частицы при последующих проходах, нарушению ориентационного соотношения между кристаллическими решетками Ω -фазы и матрицы, и полной потере когерентности её межфазной границы.

6. Нагрев состояния №3 сплава с мелкозернистой структурой, характеризующейся относительно низкой плотностью дислокаций после РКУ прессования при 300°C до $\varepsilon \sim 12$, до температур более 480°C для обработки на твердый раствор приводит к интенсивному развитию процессов вторичной рекристаллизации. Объемная доля и распределения частиц β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$), полученных после двухступенчатой гомогенизации Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия и циркония, недостаточно для стабилизации мелкозернистой структуры и подавления рекристаллизационных процессов.

ГЛАВА 5. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА AL-CU-MG-AG СПЛАВОВ ПОСЛЕ ТМО, ВКЛЮЧАЮЩЕЙ БОЛЬШИЕ ПЛАСТИЧЕСКИЕ ДЕФОРМАЦИИ

В данной главе приводятся результаты исследований механических свойств при растяжении, а также параметров жаропрочности Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия после ТМО, включающей деформацию. Оценен вклад различных механизмов упрочнения материала после РКУ прессования при повышенных температурах.

5.1 Влияние холодной пластической деформации и последующего старения на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплавов

5.1.1 Эволюция микротвёрдости

На рисунке 5.1 представлена зависимость микротвердости Al-Cu-Mg-Ag сплава от времени выдержки при старении в состояниях T4, T6, T65X и T8XX. Твердость сплава в закаленном состоянии составляла $\sim 92 \text{ HV}_{0,2}$. При естественном старении, твердость начинает увеличиваться после 2 ч выдержки до максимальной величины $\sim 125 \text{ HV}_{0,2}$ при 20 ч (рисунок 5.1). Таким образом, не наблюдается быстрое повышение твердости, что является характерной особенностью сплавов системы Al-Cu-Mg [62]. Во время искусственном старения, твердость недеформированного образца повышается постепенно до $\sim 166 \text{ HV}_{0,2}$ при 2 ч. Для образца после растяжения на 3% ($\epsilon \sim 0,03$), пик твердости смещается к 6 часам (рисунок 5.1a). Дальнейшее увеличение степени промежуточной деформации смещает пик твердости к меньшим временам выдержки. Однако, пиковая величина твердости $\sim 168 \text{ HV}_{0,2}$ не зависит от степени промежуточной деформации для состояний T65X (рисунок 5.1a). Это противоречит результатам, полученным в работе [62], где промежуточная деформация прокаткой с обжатием 6% приводит к понижению величины пика твердости и смещению его к более длительному времени выдержки во время искусственного старения при 160 и 200°C.

Холодная пластическая деформация методом прокатки является более эффективной для повышения прочности сплава, чем растяжение (рисунок 5.1б). Твердость сплава, подвергнутого холодной прокатке с обжатием 10% ($\epsilon \sim 0,11$), незначительно выше, чем сплава после предварительного растяжения на 10% ($\epsilon \sim 0,10$). Среднее значение твердости сплава после закалки и прокатки постепенно увеличивается до ~ 157 , ~ 168 и $\sim 185 \text{ HV}_{0,2}$

после истинных степеней деформации $\sim 0,11$, $\sim 0,51$, $\sim 0,92$, соответственно. Деформация перед старением на максимальную твердость приводит к ускорению кинетики процесса выделения фаз и увеличению пиковой величины твердости с увеличением степени деформации [81]. Пиковые значения твердости ~ 175 , ~ 182 и ~ 192 $HV_{0,2}$ были достигнуты после 1-2 ч старения. На стадии снижения прочности сплава после длительной выдержки, твердость прокатанных образцов падает быстрее, чем в состояниях T6 или T65X. После 20 ч старения твердость образцов практически одинакова и не зависит от степени промежуточной деформации (рисунок 5.1а).

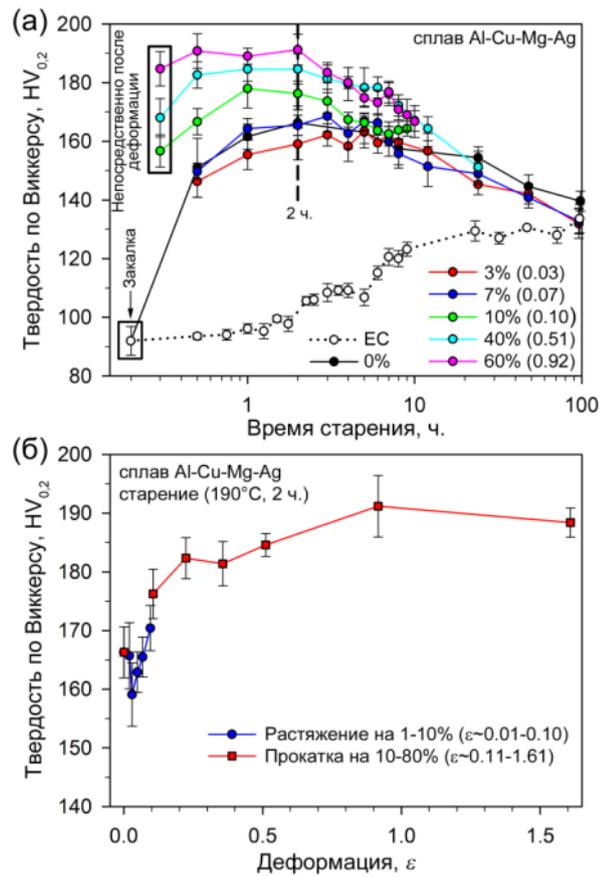


Рисунок 5.1 – Влияние времени старения (а) для сплава после обработки T4 (естественное старение (ЕС)), T6 (деформация 0% + старение при 190°C), T651 (деформация 3% ($\epsilon \sim 0,03$) и 7% ($\epsilon \sim 0,07$) + старение при 190°C) и T8XX (деформация 10% ($\epsilon \sim 0,11$), 40% ($\epsilon \sim 0,51$), 60% ($\epsilon \sim 0,92$) + старение при 190°C) и степени деформации (б) растяжением от 1 до 10% ($\epsilon \sim 0,01-0,10$) и прокаткой с обжатиями от 10 до 80% ($\epsilon \sim 0,11-1,61$) на твердость.

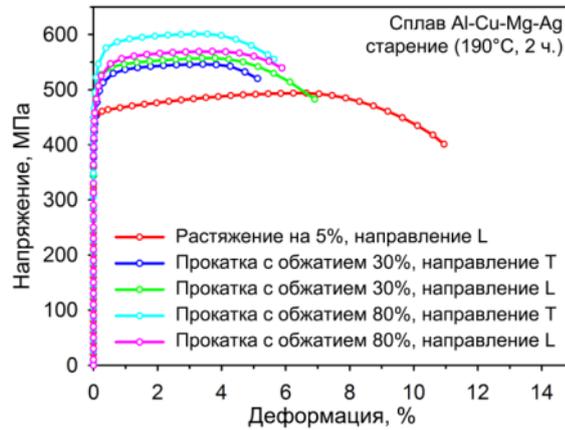


Рисунок 5.2 – Типичные кривые σ - ϵ сплава в закаленном состоянии и после промежуточной деформации растяжением на 5% ($\epsilon \sim 0.05$) и прокаткой с обжатиями 30% ($\epsilon \sim 0.36$) и 80% ($\epsilon \sim 1.61$), и последующим старением при 190°C в течение 2 ч в тестовых направлениях T и L.

5.1.2 Эволюция параметров прочности и пластичности в ходе статических испытаний на растяжение при комнатной температуре

Типичные кривые σ - ϵ (напряжение-деформация) при растяжении сплава и влияние степени промежуточной деформации на пределы текучести ($\sigma_{0,2}$), пределы прочности (σ_B) и удлинения до разрушения (δ) представлены на рисунках 5.2 и 5.3, соответственно. Форма кривых σ - ϵ аналогична для всех состояний материала (рисунок 5.2) и характерна для термоупрочняемых алюминиевых сплавов после старения на максимальную прочность с большим отношением $\sigma_{0,2}/\sigma_B (\geq 0,9)$, которое имеет тенденцию к увеличению с 0,9 для состояния T6 до $\sim 0,95$ в состоянии T880, включающего промежуточную прокатку с обжатием 80%. Ограниченное деформационное упрочнение имеет место после достижения предела текучести, явная установившаяся стадия достигается после незначительной пластической деформации (рисунок 5.2). Анализ кривых также показывает, что в сплаве имеет место значительное равномерное удлинение. В состоянии T65X, повышение степени промежуточной деформации приводит к понижению прочности сплава и повышению пластичности (рисунок 5.3), что можно объяснить смещением пика твердости к более продолжительным временам выдержки при старении (рисунок 5.1а). При $\epsilon \sim 0,10$ (растяжение на 10%) и $\epsilon \sim 0,11$ (прокатка с обжатием 10%), предел текучести, предел прочности и удлинение до разрушения в направлении испытания L демонстрируют аналогичные величины (рисунки 5.3а и б). После прокатки на 40% ($\epsilon \sim 0,51$), предел текучести повышается на 18%, а предел прочности – на 13% по

сравнению с состоянием Т6, однако имеет место падение удлинения до разрушения. Незначительная анизотропия механических свойств наблюдается в данном интервале степеней промежуточной деформации. Предел текучести и предел прочности в направлении испытания L превышают на 10-20 МПа аналогичные параметры в направлении Т. По этой причине, сплав в состояниях Т810...840 демонстрирует относительно изотропные прочностные характеристики. Напротив, имеет место двукратная степень анизотропии пластичности после прокатки с обжатием 10% ($\varepsilon \sim 0,11$). Данная степень анизотропии уменьшается с увеличением степени обжатия при прокатке.

Главной особенностью механического поведения сплава прокатанного с обжатиями до 40% ($\varepsilon \sim 0,51$) является увеличение предела текучести и предела прочности в направлении Т с увеличением степени промежуточной деформации, пока аналогичные параметры остаются постоянными в направлении испытания L. После 80% ($\varepsilon \sim 1,61$), предел текучести и предел прочности в направлении Т выше на ~ 50 МПа, чем в направлении L. Сплав в состоянии Т880 демонстрирует значительную степень анизотропию прочностных характеристик при растяжении (рисунок 5.3а). Анизотропия пластичности после значительных степеней промежуточной прокатки не наблюдается.

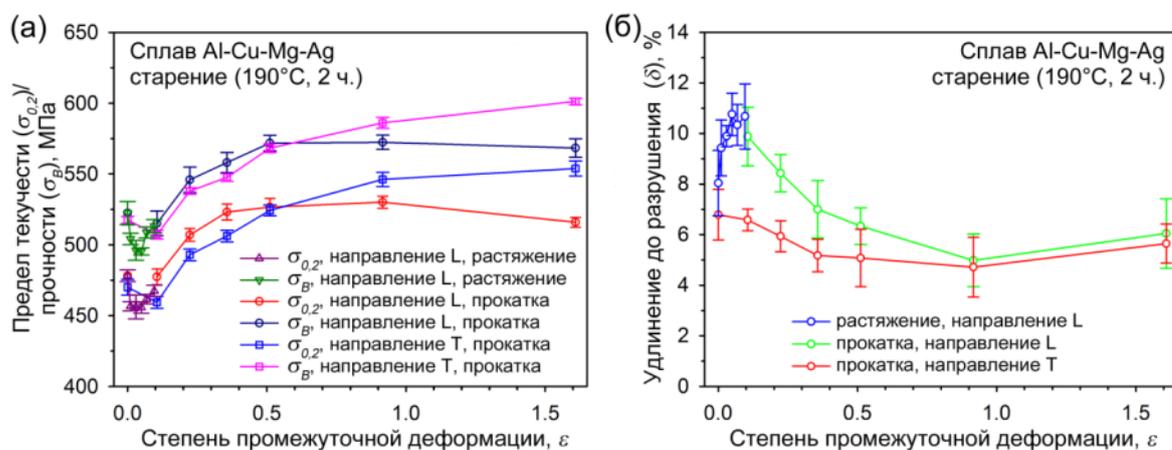


Рисунок 5.3 – Зависимость $\sigma_{0,2}$, σ_B (а) и δ (б) от степени деформации прокаткой с обжатиями 10% ($\varepsilon \sim 0,11$), 20% ($\varepsilon \sim 0,22$), 30% ($\varepsilon \sim 0,36$), 40% ($\varepsilon \sim 0,51$), 60% ($\varepsilon \sim 0,92$) и 80% ($\varepsilon \sim 1,61$) для Al-Cu-Mg-Ag сплава с последующим старением при 190°C в течение 2 ч в направлениях испытания Т и L относительно главной оси деформации.

5.1.3 Влияние ТМО на жаропрочность Al-Cu-Mg-Ag сплава

Основной критерий жаропрочности материала является его сопротивление ползучести, которая характеризуется двумя величинами: пределом ползучести и предел

длительной прочности [12,30]. На рисунке 5.4 представлено влияние различных режимов ТМО на параметры сопротивления ползучести исследуемого сплава. Как видно, режимы ТМО оказывают влияние на параметры сопротивления ползучести сплава. Максимальные параметры сопротивления ползучести данный сплав демонстрируют в состоянии Т6. Промежуточной пластической деформации в режим ТМО оказывает неблагоприятное влияние на сопротивление ползучести. Тенденция деградация свойств ползучести наблюдается с увеличением степени промежуточной деформации (рисунок 5.4). Для Al-Cu-Mg-Ag сплава промежуточная пластическая деформация на 7-10% приводит к снижению времени до разрушения в ~3 раза и увеличению скорости ползучести в ~4 раза (рисунок 5.4). Следует также отметить, что для данного сплава после прокатки на 80% и старения на максимальную прочность (обработка Т880) наблюдается значительное падение пределов ползучести и пределов длительной прочности по сравнению с ТМО, включающей промежуточную пластическую деформацию от 0 до 10%. Обобщенные результаты параметров жаропрочности при температуре испытания 150°C для исследуемого сплава после различных режимов ТМО представлены в таблице 5.1.

Микроструктура рабочей части разрушенных образцов после испытания на сопротивление ползучести сплава и гистограммы распределения размеров пластин Ω -фазы в теле зерен представлены на рисунках 5.5 и 5.6. Как видно, в состоянии Т880 пластины Ω -фазы имеют тенденцию к неравномерному огрублению в ходе испытания на ползучесть при 150°C, что приводит к появлению характерного бимодального распределения диаметров (длин) пластин. На снимках ПЭМ (рисунок 5.5) видно, что большая доля пластин Ω -фазы имеет толщину 2-4 нм и располагаются по границам, которые были инициированы в ходе пластической деформации на этапе ТМО и последующего испытания на сопротивление ползучести. Данные пластины Ω -фазы имеют когерентные и полукogerентные плоские межфазные границы [121]. На снимках ПЭМ (рисунки 5.5в и г), объемная доля толстых пластин Ω -фазы по границам зерен значительно превосходит аналогичный параметр для состояния сплава до испытания, тогда как толщина пластин в теле зерен и субзерен существенно не изменяется. Это может быть связано с диффузионным перераспределением легирующих элементов между относительно грубыми и мелкодисперсными частицами. Кроме того, независимо от степени промежуточной деформации в структуре сплава после испытания наблюдается выделение мелкодисперсных пластин θ' -фазы. Выделение пластин θ' -фазы в процессе испытания на сопротивление ползучести происходит в виде цепочек для обработки Т6 и равномерное дискретное выделение для обработок Т87 и Т880. Очевидно, что исходная повышение плотности дислокаций в теле зерен в состояниях Т87 и Т880 предоставляет

множество мест для гетерогенного зарождения пластин θ' -фазы, что обеспечивает их более равномерное распределение после испытания при повышенных температурах. Таким образом, после различных режимов ТМО сплава Al-Cu-Mg-Ag в ходе испытания при повышенных температурах происходит выделение частиц θ' и θ -фаз.

Таблица 5.1 – Влияние различных режимов ТМО на пределы ползучести и пределы длительной прочности при 150°C для Al-Cu-Mg-Ag сплава

обработка	Параметры ползучести			
	$\sigma_{0,2/100}^{150}$	$\sigma_{0,2/1000}^{150}$	σ_{100}^{150}	σ_{1000}^{150}
T6	322	283	358	320
T87	311 (-4%)	225 (-22%)	-	255 (-21%)
T880	237 (-27%)	188 (-35%)	308 (-14%)	247 (-23%)

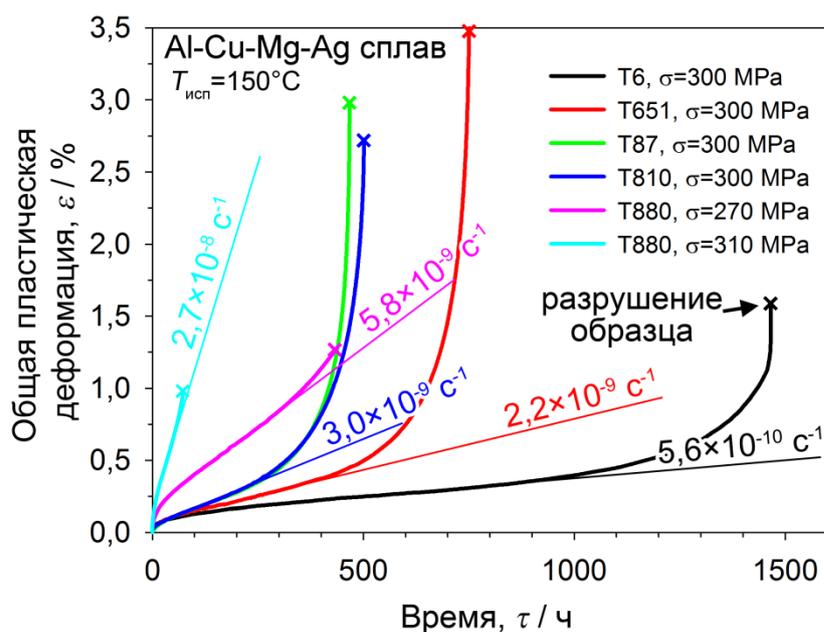


Рисунок 5.4 – Влияние термомеханической обработки, включающей промежуточную пластическую деформацию, на сопротивление ползучести Al-Cu-Mg-Ag сплава.

Поверхности разрушения после испытания на сопротивления ползучести образцов исследуемого сплава в состояниях T6, T87 и T880 приведены на рисунке 5.7. В состояниях T6 и T87 имеет место межкристаллитный излом с развитым рельефом поверхности и формированием мелких ямок отрыва (рисунки 5.7а и б, соответственно). С другой стороны, в состоянии T880 происходит формирование характерного преобладающего

рельефа отрыва с низкой шероховатостью поверхности излома в макромасштабе. Формирование данного типа излома не обеспечивает значительную пластическую деформацию (рисунок 5.7а). Этот механизм разрушения может быть связан с зарождением и ограниченным ростом микропор перед их слиянием в магистральную микротрещину, в результате чего происходит образование очень мелких ямок отрыва [168]. Возможно, выделение по границам зерен и субзерен толстых пластин Ω -фазы, а также выделение грубых частиц равновесной θ -фазы способствует формированию данных микропор с последующим их распространением вдоль межфазных границ, что приводит к преждевременному разрушению образцов в ходе испытания на ползучесть.

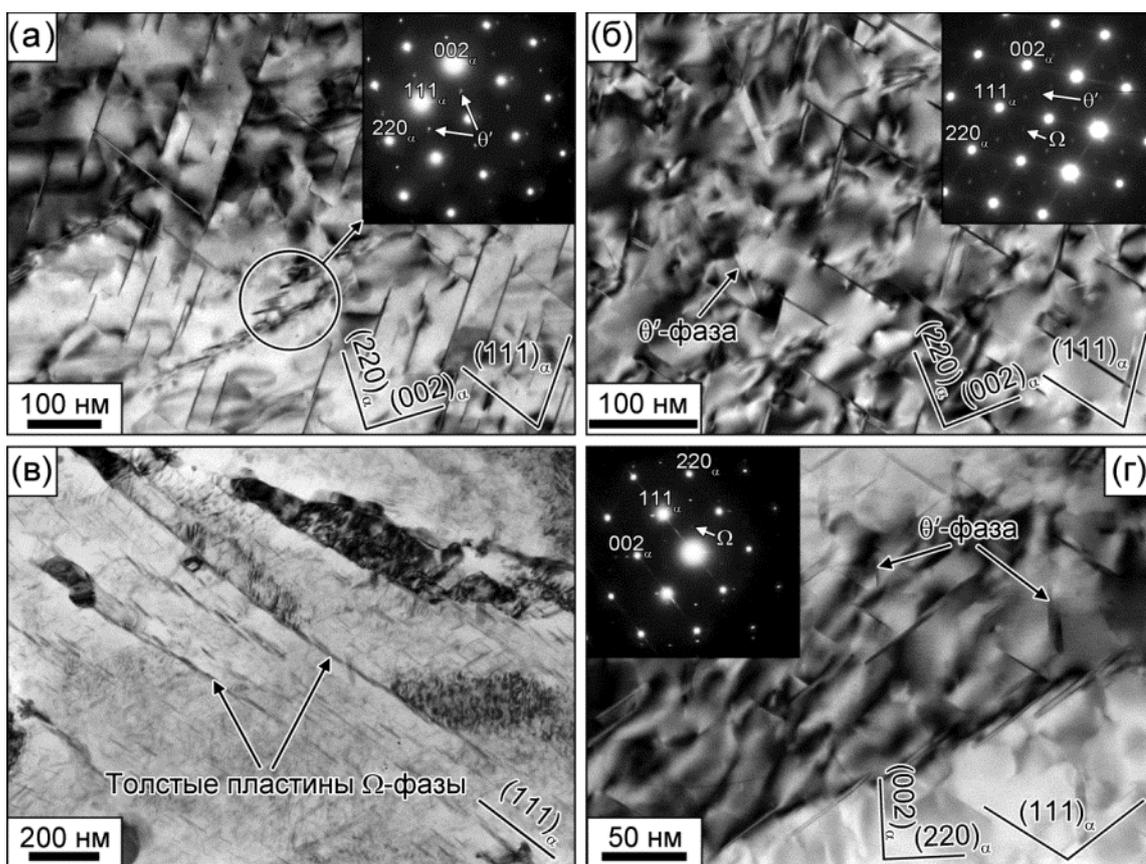


Рисунок 5.5 – Снимок ПЭМ микроструктуры рабочей части образцов после испытания на сопротивление ползучести до разрушения сплава в состояниях T6 (а), T87 (б) и T880 (в,г)

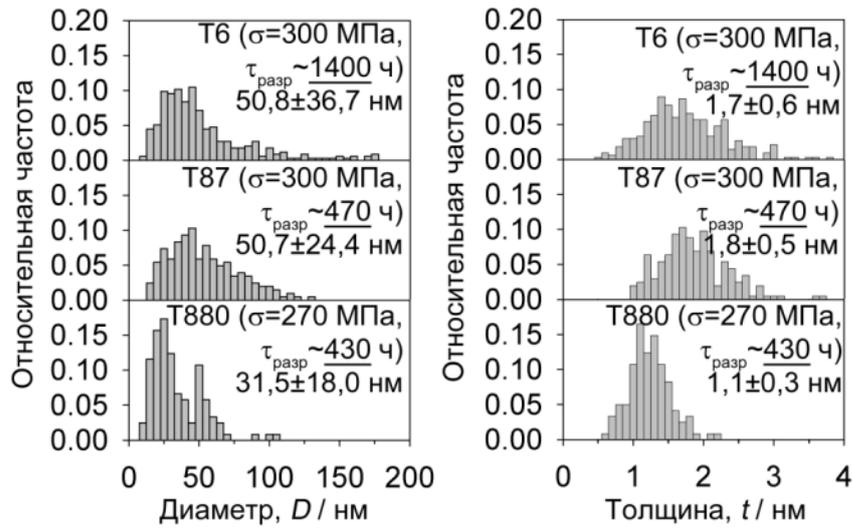


Рисунок 5.6 – Распределение размеров пластин Ω -фазы в теле зерен/субзерен после испытания на сопротивление ползучести до разрушения сплава в состояниях Т6, Т87 и Т880

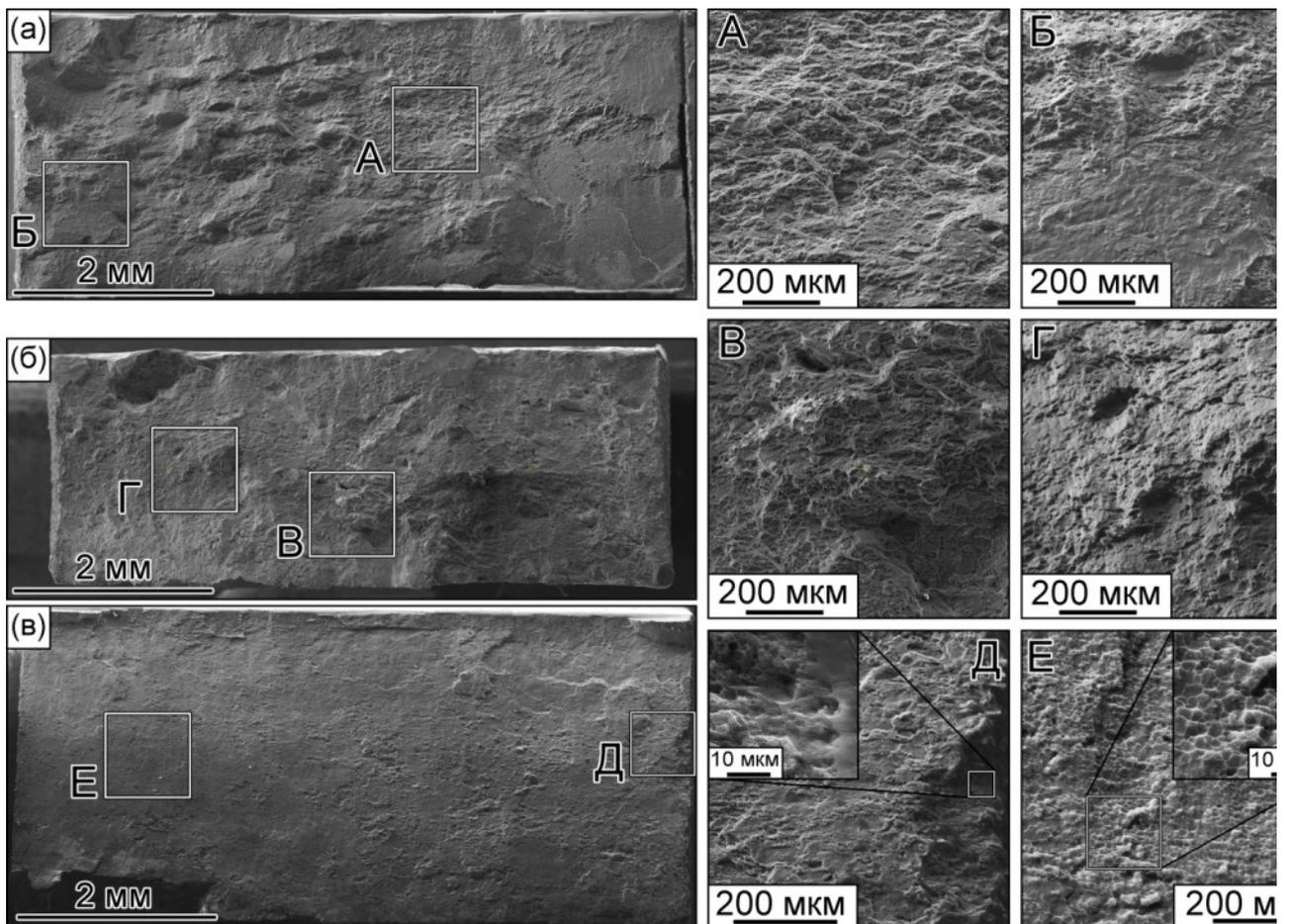


Рисунок 5.7 – Снимки РЭМ микроструктуры поверхностей разрушения после испытания на сопротивление ползучести сплава в состояниях Т6 (а), Т87 (б) и Т880 (в)

5.2 Влияние деформации при повышенных температурах на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплавов

5.2.1 Механические свойства при комнатной температуре

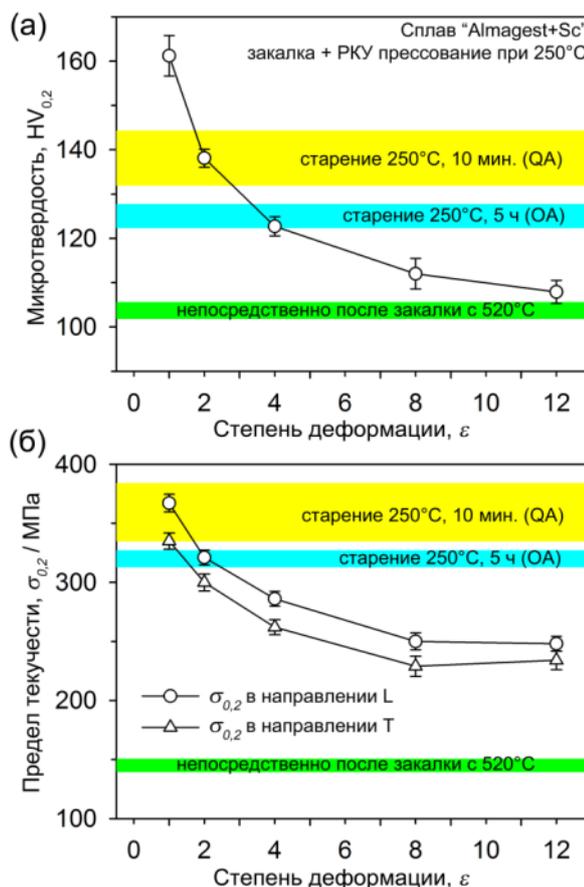


Рисунок 5.8 – Влияние ТМО и последующего РКУ прессования на микротвёрдость (а) и предел текучести (б) Al-Cu-Mg-Ag сплава

Влияние степени промежуточной пластической деформации методом РКУ прессования при 250°C на микротвёрдость по Виккерсу и предел текучести представлено на рисунках 5.8а и б, соответственно, для Al-Cu-Mg-Ag сплава, который был исходно закален в воду после обработки на твердый раствор при 520°C в течение 1 ч. Соответствующие параметры в направления испытания L также приведены для исходно закаленного сплава после выдержки при 250°C в течение 10 минут и 5 ч перед РКУ прессованием. Максимальные параметры микротвёрдости $161,2 \pm 4,6 HV_{0.2}$ (рисунок 5.8а) и предела текучести 367 ± 8 МПа в направлении испытания L (рисунок 5.8б) были достигнуты после однократного прохода РКУ прессования. В интервале степеней деформации (ϵ) $\sim 1 \dots 4$ происходит значительное снижение данных показателей, которое

существенно замедляется при $\varepsilon > 4$. После 12 проходов РКУ прессования микротвёрдость и предел текучести в направлении испытания L составляют 108 ± 3 HV_{0,2} и 248 ± 6 МПа, соответственно. Следует отметить, что данные показатели после РКУ прессования значительно ниже аналогичных для состояния сплава после продолжительного старения при 250°C в течение 5 часов.

5.2.2 Эволюция морфологии частиц в процессе РКУ прессования

Детальное описание морфологии частиц различных фаз в процессе РКУ прессования Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками скандия, циркония и германия было выполнено в предыдущей главе. Как было показано, в структуре сплава наблюдаются грубые частицы различных фаз, таких как θ (Al₂Cu), W (Al_{8-x}Cu_{4-x}Sc), Mg₂Ge и Al₆Mn, имеющих некогерентные межфазные границы и расположенные преимущественно по исходным границам зерен. Высокая плотность выделения дисперсных частиц фазы Al₃(Sc,Zr), имеющих средний размер ~25 нм, когерентные межфазные границы и распределенные равномерно в теле исходных зерен, могут эффективно затруднять движение дислокаций при пластической деформации. Однако, анализ структуры сплава после гомогенизации показал, что объемная доля частиц данной фазы незначительна. По этой причине, вклад дисперсионного механизма упрочнения от этих частиц мало.

Таблица 5.2 – Влияние РКУ прессования при 250°C на параметры пластинчатых частиц

Состояние	Диаметр/длина пластин (D_l), нм	True thickness (T_l), nm	Объемная доля θ/Ω -фаз (Al ₂ Cu) (f_{θ})	Содержание меди в ПТР ($c_{ПТР,Cu}$), ат. %/вес. %
Закаленный (QA)	-	-	0	1,91/~4,36
$\varepsilon \sim 1$	22,6±9,8	2,7±1,1	0,008	1,67/~3,81
$\varepsilon \sim 2$	21,1±7,9	5,6±1,9	0,017	1,36/~3,10
$\varepsilon \sim 4$	21,3±4,3	8,6±1,8	0,035	0,78/~1,78
$\varepsilon \sim 8$	29,9±10,9	20,7±8,3	0,045	0,44/~1,00
$\varepsilon \sim 12$	36,1±13,5	27,8±11,1	0,045	0,44/~1,00
старение при 250°C, 5 ч (состояние №2)	125,7±56,7	4,7±0,9	0,045	0,44/~1,00

РКУ прессование при 250°С исходно оказывает сильное влияние на морфологию частиц упрочняющих фаз, выделяющихся в процессе деформирования. Обобщенные результаты статистического анализа размеров частиц и объемной доли Ω/θ -фаз (Al_2Cu) приведены в таблице 5.2. Количественную оценку объемной доли частиц θ/Ω -фаз (Al_2Cu) после i -го прохода РКУ прессования (f_{θ_i}) выполняли с использованием данных рентгеноструктурного анализа и формулы [25]:

$$f_{\theta_i} = \frac{V_i - V_0}{V_{max} - V_0} \times (f_{\theta_{max}} - f_{\theta_{min}}) \quad (5.1)$$

где V_i – объем частичной полюсной фигуры (ПФ) после i -го прохода РКУ прессования (рисунок 4.), V_0 – объем ПФ в состоянии №1 сплава, $V_{max} = V_{8-12}$ – объем ПФ после 8-12 проходов РКУ прессования, $f_{\theta_{max}} = 0,051$ и $f_{\theta_{min}} = 0,012$ – максимальная и минимальная объемные доли θ/Ω -фаз (Al_2Cu), соответственно, которые были рассчитаны в термодинамически равновесном состоянии сплава при 250°С и 520°С (закаленное состояние) в программном комплексе Thermo-Calc, оснащённого базой данных TCAL1. Содержание меди в ПТР ($c_{ПТР,Cu}$) вычисляли с использованием правила рычага [25,169]:

$$c_{ПТР,Cu} = \frac{c_{t,Cu} - f_{\theta_i} \times c_p}{1 - f_{\theta_i}} \quad (5.2)$$

где $c_{t,Cu} = 1,91$ ат. % - общее содержание меди в сплаве, $c_p = 0,33$ – содержание меди в θ/Ω -фазе. Для расчета твердорастворного упрочнения сплава при 250°С содержание магния в ПТР на основании данных Thermo-Calc приняли равным 0,2 ат. %.

Таблица 5.3 – Параметры эволюции микроструктуры в процессе РКУ прессования при 250°С

Состояние	Размер кристаллитов, мкм		Доля ВУГ ($f_{ВУГ}$)	Плотность дислокаций (ρ_D), м^{-2}
	в продольном направлении (D_{CL})	в поперечном направлении (D_{CT})		
сплав QA/OA	48,4±9,9	30,2±3,7	0,538	2×10^{12}
$\varepsilon \sim 1$	1,5±0,2	1,0±0,1	0,184	3×10^{14}
$\varepsilon \sim 2$	1,4±0,3	1,0±0,1	0,225	4×10^{14}
$\varepsilon \sim 4$	1,0±0,1	1,0±0,1	0,310	$3,5 \times 10^{14}$
$\varepsilon \sim 8$	1,0±0,1	0,8±0,1	0,492	2×10^{14}
$\varepsilon \sim 12$	1,0±0,2	0,8±0,1	0,573	$1,5 \times 10^{14}$

5.2.3 Параметры эволюции микроструктуры в процессе РКУ прессования

Детальное описание микроструктуры сплава было выполнено в главах 3-4. В закаленном сплаве исходный размер зерен составляет $48,4 \pm 9,9$ нм в продольном и $30,2 \pm 3,7$ мкм в поперечном направлениях. Обобщенные параметры эволюции микроструктуры в процессе РКУ прессования в интервале степеней деформаций $\varepsilon \sim 1 \dots 12$ приведены в таблице 5.3.

5.2.4 Перерезание пластин Ω -фазы в процессе пластического деформирования состояния №2 сплава при комнатной температуре

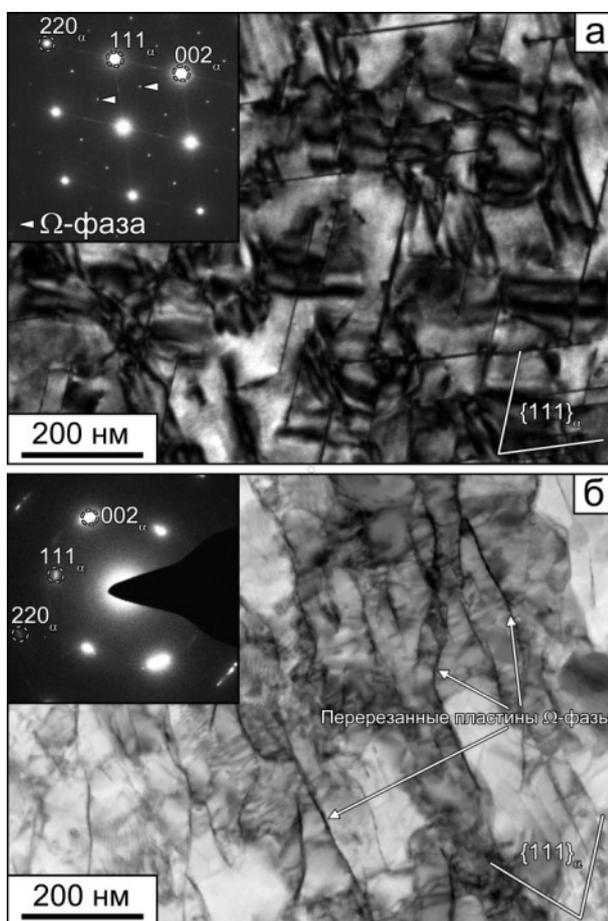


Рисунок 5.9 – Снимок ПЭМ и СПЭМ микроструктуры состояния №2 сплава до (а) и после (б) деформации одноосным растяжением при комнатной температуре

Микроструктура и параметры частиц в состоянии №2 сплава представлены на рисунке 5.9а и в таблице 5.2, соответственно. В данном состоянии имеет место выделение относительно грубых частиц Ω -фазы, размером $125,7 \pm 56,7$ нм в диаметре и $4,7 \pm 0,9$ нм в толщину. В ходе пластической деформации скольжение дислокации в системе ГЦК

матрицы <011>(111) приводит к перерезанию пластин Ω -фазы, что проявляется в искажении контуров пластин на рисунке 5.9б. Перерезание Ω -фазы сопровождается формированием ступенек на плоской поверхности пластин и образованием антифазной границы. Подобное явление образования ступенек на расстоянии ~ 5 нм вдоль плоской межфазной границы наблюдали в Al-Cu-Mg-Ag сплаве после незначительной деформации при комнатной температуре [52,140]

5.2.5 Расчет вкладов различных механизмов упрочнения сплава после РКУ прессования

Анализ экспериментальных результатов показывает, что с увеличением количества проходов РКУ прессования имеет место снижение прочности исходно закаленного сплава, что может быть связано с суперпозицией четырех различных механизмов, которые обеспечивают вклады в общую прочность сплава: (1) твердорастворное упрочнение за счет наличия исходного ПТР основных легирующих элементов [25]; (2) дислокационное упрочнение, связанное с повышением их плотности в процессе пластической деформации [24,26,27]; (3) зернограничное упрочнение по соотношению Холла-Петча за счет формирования объемной сетки МУГ и ВУГ [1,22,23,24,26]; и (4) дисперсионное упрочнение за счет выделения дисперсных частиц в результате распада ПТР легирующих элементов [1,23,24,25,52,140]. Общий предел текучести сплава от вкладов различных механизмов упрочнения рассчитывали с использованием комбинации уравнений 1.9 и 1.10:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + \Delta\sigma_{ТР} + (\Delta\sigma_D^m + \Delta\sigma_{ГЗ}^m + \Delta\sigma_{ч}^m)^{1/m} \quad (5.3)$$

где $\sigma_0=10$ МПа – напряжение трения решетки алюминия (сила Пайерлса) [25,27,28], $\Delta\sigma_{ТР}$ – вклад от твердорастворного упрочнения, m – коэффициент суперпозиции вкладов от дислокационного ($\Delta\sigma_D$), зернограничного по соотношению Холла-Петча ($\Delta\sigma_{ГЗ}$) и дисперсионного ($\Delta\sigma_{ч}$) механизмов упрочнения. Анализ вкладов различных механизмов рассмотрен далее более подробно.

5.2.5.1 Твердорастворное упрочнение

После закалки Al-Cu-Mg-Ag сплава в результате формирования пересыщенного твердого раствора, взаимодействие между подвижными дислокациями и атомами легирующих элементов, равномерно распределенных в матрице, будет обеспечивать

преобладающий вклад в общую прочность материала [40]. Вклад в общую прочность сплава зависит от содержания (концентрации) легирующих элементов в твердом растворе и определяется в соответствии с формулой (1.4). При расчете, величину m принимаем равной 0,5. Параметры H_i равны 12,4 и 18,6 использовали для оценки вкладов тердорастворного упрочнения от равномерно распределенных в матрице атомов меди (H_{Cu}) и магния (H_{Mg}), соответственно [28]. Концентрацию магния в твердом растворе приняли неизменной и равной 0,2 ат. % во всем интервале степеней деформации РКУ прессования.

5.2.5.2 Дислокационное упрочнение

Величина вклада от дислокационного механизма упрочнения зависит от плотности дислокаций в теле зере/субзерен и может быть вычислена по формуле (1.3) с использованием параметра $\alpha=0,24$ для ГЦК металла, фактора Тейлора $M=3,06$ для поликристаллического ГЦК металла, модуля сдвига $G=25,4$ ГПа и вектора Бюргерса $b=0,286$ нм для алюминия. Плотность дислокаций после РКУ прессования представлены в таблице 5.3.

5.2.5.3 Зернограничное упрочнение

В случае формирования смешанной структуры границ зерен, состоящей из различного типа границ (МУГ и ВУГ), вклад зернограничного механизма упрочнения в общую прочность сплава может быть оценен с использованием модифицированного уравнения Холла-Петча по формуле (1.2) [27] и параметров микроструктуры, приведенных в таблице 5.3. В качестве среднего размера структурных элементов d , в формуле 1.2 предлагается использовать приведенную величину, определяемую как:

$$d = \sqrt{D_{CT} \times D_{CL}} \quad (5.4)$$

где D_{CT} и D_{LT} – размер кристаллитов в поперечном и продольном направлениях, соответственно (таблица 5.3). Коэффициент K для ВУГ принимаем равным $0,06 \text{ МПа} \times \text{м}^{-0,5}$ ($K_{ВУГ}$) [22], а для МУГ – $K_{МУГ}=0,5 \times K_{ВУГ}=0,03 \text{ МПа} \times \text{м}^{-0,5}$.

5.2.5.3 Дисперсионное упрочнение

Дисперсионное упрочнение от частиц было оценено с использованием двух различных механизмов взаимодействия дислокаций с частицами (Глава 1.4): (1) частицы различных фаз, имеющих когерентные и некогерентные межфазные границы, рассматриваются как «жесткие» препятствия, взаимодействие с которыми приводит к образованию вокруг препятствия замкнутой дислокационной петли Орована, и (2) частицы различных фаз, имеющих когерентные межфазные границы, как «мягкие» препятствия, взаимодействие с которыми приводит к их деформированию (перерезанию). Рассмотрим вклад от различных типов дисперсионного механизма упрочнения более подробно.

5.2.5.3.1 Дисперсионное упрочнение в результате огибания частиц дислокациями

Если предположить, что дисперсные частицы различных фаз равномерно распределены в плоскости скольжения дислокаций матрицы, то вклад дисперсионного механизма упрочнения может быть оценен с помощью уравнения [46,170]:

$$\Delta\sigma_{Op,q} = M \times \Delta\tau_{Op,q} = M \times \left(\frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \right) \left(\frac{1}{\lambda_q} \right) \left(\ln \frac{d_{i,q}}{r_o} \right) \quad (5.5)$$

где $\nu=0,33$ – коэффициент Пуансона; $r_o=b=0,286$ нм – внешний радиус ядра дислокации [46,170]; $d_{i,q}$ – средний размер равноосных частиц ($q=1$); λ_l – эффективное расстояние между равномерно распределенными сферическими частицами, и $d_{i,l}$ – внутренний радиус ядра дислокаций, которые могут быть вычислены с использованием уравнений, соответственно:

$$\lambda_1 = \left(C \sqrt{\frac{\pi}{6f_p}} - \omega_d \right) D_T \quad (5.6)$$

$$d_{i,l} = \omega_d \times D_p \quad (5.7)$$

где константа C равна 1, 1,075 и 1,23 для квадратной, треугольной и случайной матрицы распределения частиц в плоскости скольжения дислокаций матрицы, соответственно [46], f_p – объемная доля частиц, ω_d – статистический фактор распределения Вагнера-Лифшица-Слюзова (Wagner-Lifshitz-Slyozov) диаметров индивидуальных частиц, равный $\pi/4$, когда все частицы имеют одинаковый диаметр [40]. Если частицы имеют коэффициент формы ≤ 2 , то в этом случае эффективный диаметр частиц вычисляется по формуле:

$$D_T = \sqrt{D_t \times T_t} \quad (5.8)$$

где D_t и T_t – размеры частиц в продольном и поперечном направлениях. Аналогичная ситуация формирования частиц упрочняющих фаз, вытянутой формы, наблюдается при

РКУ прессовании сплава после степени деформации $\varepsilon > 4$, когда происходит фрагментация и округление частиц Ω -фазы (таблица 5.3).

После РКУ прессования $\varepsilon \leq 4$, когда имеет место выделение частиц с высоким коэффициентом формы ($> 2,5$), при оценке вклада от дисперсионного механизма упрочнения в результате огибания препятствий, необходимо учитывать пространственное распределение пластин Ω -фазы, вдоль четырех типов некомпланарных плоскостей тип $\{111\}_\alpha$ в ГЦК металле. Пластины в количестве $\frac{3}{4}$ общей плотности выделений расположены под углом $70,53^\circ$ к плоскости скольжения $\{111\}_\alpha$, а $\frac{1}{4}$ общей плотности выделений частиц лежит в данной плоскости скольжения [82]. Различная ориентация пластин Ω -фазы относительно плоскости скольжения дислокации матрицы приводит к различному виду уравнений для оценки эффекта упрочнения в алюминиевых [46,52,82] и магниевых сплавах [170]. Величины λ_2 и $d_{i,2}$ для треугольной матрицы распределения пластин Ω -фазы, пересекающих плоскость скольжения ($q=2$), могут быть вычислены с использованием формул [46]:

$$\begin{aligned} \lambda_2 &= \sqrt{\frac{\sqrt{3}}{2} \left(\frac{\omega_d D_t \frac{T_t}{\sin 70,53^\circ}}{f_p} \right)} - \frac{\omega_d D_t}{2} - \frac{\sqrt{3}}{2} \frac{T_t}{\sin 70,53^\circ} = \\ &= 0,931 \sqrt{\left(\frac{0,265 \pi D_t T_t}{f_p} \right)} - \frac{\pi D_t}{8} - 0,919 T_t \end{aligned} \quad (5.9)$$

$$d_{i,2} = \frac{T_t}{\sin 70,53^\circ} = 1,061 T_t \quad (5.10)$$

Величины λ_3 и $d_{i,3}$ для треугольной матрицы распределения пластин Ω -фазы, лежащих в плоскости скольжения ($q=3$), могут быть вычислены с использованием формул [170]:

$$\lambda_3 = \left(1,075 \sqrt{\frac{\omega_d}{f_p}} - 1 \right) D_t = \left(\frac{0,953}{\sqrt{f_p}} - 1 \right) D_t \quad (5.11)$$

$$d_{i,3} = D_t \quad (5.12)$$

Вклад от дисперсионного механизма упрочнения в результате огибания пластин Ω -фазы и образования дислокационных петель Орована (модель А, $q=2$ и 3) может быть определен как [51]:

$$\Delta \sigma_{ч_A} = \chi_1 \Delta \sigma_{0p,3} + \chi_2 \Delta \sigma_{0p,2} \quad (5.13)$$

где $\chi_1=0,25$ и $\chi_2=0,75$ – относительная плотность выделения пластин Ω -фазы, лежащих в плоскости скольжения матрицы ($q=3$) и пересекающих их ($q=2$), соответственно.

5.2.5.3.2 Дисперсионное упрочнение в результате перерезания частиц дислокациями

Таблица 5.4 – Системы скольжения и ориентационные соотношения для тетрагональной ($I4/mcm$) и орторомбической ($Fmmm$) кристаллической структур θ/Ω -фаз

	тетрагональная, $I4/mcm$, $a=b=0,6066$ нм, $c=0,4874$ нм [60]	орторомбическая, $Fmmm$, $a=0,496$ нм, $b=0,859$ нм, $c=0,848$ нм [60]
Ориентационное соотношение	$[001]_{\theta}/[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{\alpha}$, $[110]_{\theta}/[0\bar{1}0]_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}0]_{\theta}/[111]_{\alpha}$	$[100]_{\Omega}/[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{\alpha}$, $[010]_{\Omega}/[\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha}$, $[001]_{\Omega}/[111]_{\alpha}$
Система скольжения для краевых дислокаций	A: $[001](110)$ $(\vec{b}_{[001]}^{\theta} =[001]=0,4874$ нм)	$[100](001)$ ($ \vec{b}_{[100]}^{\Omega} =[100]=0,496$ нм)
	B: $[100](0\bar{1}0)$ $(\vec{b}_{[100]}^{\theta} =[100]=0,6066$ нм)	$[0\bar{1}1](011)$ $(\vec{b}_{[011]}^{\Omega} =\frac{1}{2}[011]=0,604$ нм)
	C: $[110](1\bar{1}0)$ $(\vec{b}_{[110]}^{\theta} =\frac{1}{2}[011]=0,4289$ нм)	$[001](010)$ $(\vec{b}_{[001]}^{\Omega} =\frac{1}{2}[001]=0,424$ нм)
Система скольжения для винтовых дислокации	D: $[001]$ $(\vec{b}_{[001]}^{\theta} =[001]=0,4874$ нм)	$[100]$ $(\vec{b}_{[100]}^{\Omega} =[100]=0,496$ нм)

Для ГЦК металла, содержащего деформируемые частицы в виде пластин Ω -фазы, рассмотреть ориентацию активных систем скольжения матрицы и частицы необходимо для оценки вклада дисперсионного механизма упрочнения за счет перерезания дислокациями частиц имеющих упорядоченную кристаллическую структуру. В Al-Cu-Mg-Ag сплавах кристаллическая структура Ω -фазы может принадлежать различным сингониям - моноклинной, орторомбической и/или тетрагональной. Однако, теоретическое моделирование электронограмм кристаллических решеток Ω -фазы показывает, что все представленные кристаллические структуры, в действительности, являются одной фазой с небольшими различиями в положении атомов [60]. Далее будет рассмотрена система скольжения для тетрагонального Al_2Cu кристалла ($I4/mcm$) с параметрами $a=b=0,6066$ нм и $c=0,4874$ нм. При приложении внешних сжимающих или растягивающих напряжений в данном кристалле активируются независимые системы скольжения $[001](110)$, $[100](0\bar{1}0)$ и $[110](1\bar{1}0)$ для краевых дислокаций [171,172]. Эти

системы скольжения для тетрагональной сингонии кристалла могут быть конвертированы в орторомбическую с сохранением ориентационных соотношений, характерных для Ω -фазы и представленных в таблице 5.4. Пространственная ориентация тетрагональной и орторомбической структуры с соответствующими ориентационными соотношениями также представлены схематически на рисунке 5.10.

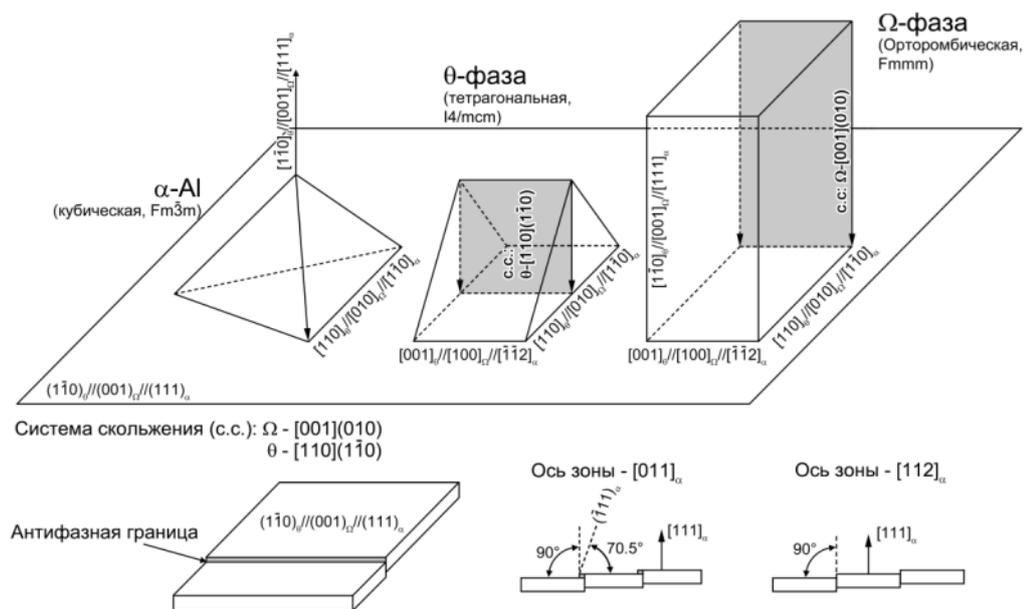


Рисунок 5.10 – Идеализированное представление процесса перерезания пластин Ω -фазы краевыми дислокациями в системе скольжения частицы C

Анализ прямого разрешения на снимках ПЭМ пластин Ω -фазы в сплаве, деформированного при комнатной [140] и повышенных температурах [97], показывает, что перерезание частицы происходит в плоскости, которая перпендикулярна плоскости габитуса $(001)_{\Omega}/(111)_{\alpha}$, и приводит к образованию неупорядоченной межфазной границы с матрицей и антифазной границы в теле частицы. Смещения атомов в данных плоскостях для винтовых дислокаций соответствует системе скольжения D (таблица 5.4), для краевых дислокаций - A и C . Схема идеализированного процесса перерезания пластин Ω -фазы краевой дислокацией в системе скольжения C представлена на рисунке 5.10. Направление смещения атомных плоскостей в данной системе скольжения частицы не компланарно направлению смещения в системе скольжения матрицы $[110](111)_{\alpha}$ [45], и величина смещения в соответствующих системах соотносится как:

$$n_{\theta} \times |\vec{b}_{[110]}^{\theta}| = 0,817 \times n_{\alpha} \times |\vec{b}_{[110]}^{\alpha}| \quad (5.14)$$

где $|\vec{b}_{[110]}^{\alpha}| = 0,286$ нм – вектор Бюргера полной дислокации $\frac{1}{2}[110]_{\alpha}$, $|\vec{b}_{[110]}^{\theta}| = 0,429$ нм – вектор Бюргера тетрагональной θ -фазы (таблица 5.5), n_{α} и n_{θ} – количество дислокаций для сопряжения систем скольжения в α - и θ -фазах, соответственно. Соотношение $\frac{n_{\theta}}{n_{\alpha}}$

равное 1,837 свидетельствует о том, что две полные дислокации в α матрице эквивалентны одной дислокации в тетрагональной Al_2Cu частице. Аналогичная ситуация наблюдалась в никелевом сплаве 718, где показали, что скольжение дислокаций происходит группами [173]. Однако, в данной работе, явные доказательства группировки дислокаций типа $1/2[110]_\alpha$ для кооперированного скольжения в Al-Cu-Mg-Ag сплавах не обнаружены.

Дисперсионный механизм упрочнения в результате скольжения одиночной дислокацией через пластины Ω -фазы, имеющих упорядоченную кристаллическую структуру, определяется через статический баланс сил при непосредственном процессе перерезания, а вклад может быть оценен, в этом случае, с использованием следующего уравнения [169,174]:

$$\Delta\sigma_{ч_упор1} = M\Delta\tau_{ч} = M \left[\frac{\gamma}{b} \right] \left[\frac{d_1}{L_1} \right] \quad (5.15)$$

где γ – энергия антифазной границы в упорядоченной кристаллической структуре частицы. После снижения твердости сплава при старении величина L_1 меньше и равна среднему квадрату расстояния между частицами $L_{мин}$, площадью поперечного сечения которых $S = \omega_d \times D_t \times T_t$ в плоскости скольжения [169]:

$$L_{мин} = \left[\frac{\omega_d D_t T_t}{f_p} \right]^{1/2} \quad (5.16)$$

При старении на максимальную прочность в работах [169,174] для определения величины L_1 введено понятие длина Фриделя (L_F) [169,174,175]:

$$L_1 = L_F = L_{мин} \left[\frac{2\Gamma}{F} \right]^{1/2} \quad (5.17)$$

где $\Gamma = \frac{G \times b^2}{2}$ – сила натяжения дислокационной линии, $F = d_1 \times \gamma$ – средняя величина сопротивления, действующая со стороны частицы на дислокацию. Параметр d_1 для пластин Ω -фазы может быть приближенно вычислен как $(D_t \times T_t)^{1/2}$. Соответственно после старения на максимальную прочность вклад дисперсионного механизма упрочнения при перерезании пластин вычисляется как:

$$\Delta\sigma_{ч_упор2} = M \left[\frac{\gamma}{b} \right] \left[\left(\frac{\gamma f_p}{\Gamma} [\omega_d D_t T_t]^{1/2} \right)^{1/2} \right] \quad (5.18)$$

Следует отметить, что энергия антифазной границы является «эффективной», поскольку скольжение дислокаций происходит в некомпланарных плоскостях матрицы и частицы, что требует дополнительных сил, действующих со стороны дислокации для создания на плоской межфазной границе дислокации несоответствия и формирования ступеньки. Величина γ может быть оценена для состояния №2 сплава с использованием параметров $m=1,71$ в формуле (5.3) и $\gamma=0,11$ Дж \times м $^{-2}$ в формуле (5.15) (таблица 5.5).

Вклад от дисперсионного механизма упрочнения в результате огибания пластин Ω -фазы, лежащих в плоскости скольжения может быть вычислен с использованием формул (5.5), (5.11) и (5.12). Общий вклад в результате огибания и перерезания пластин Ω -фазы (модель В) может быть выражен как:

$$\Delta\sigma_{\text{ч}_В} = \chi_1\Delta\sigma_{\text{ор},2} + \chi_2\Delta\sigma_{\text{ч}_\text{упор}2} \quad (5.19)$$

где $\chi_1=0,25$ и $\chi_2=0,75$ – относительная плотность выделения пластин Ω -фазы лежащих в плоскости скольжения дислокации и пересекающих плоскости скольжения, соответственно.

Таблица 5.5 – Оценка вкладов различных механизмов упрочнения для состояния №2 сплава

Механизм упрочнения	Величина вклада, МПа
Трение решетки, σ_0	10 [25,27,28]
Твердорастворный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_{\text{тр}}$	18
Дислокационный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_{\text{д}}$	5
Зернограничный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_{\text{ГЗ}}$	10
Расчетный вклад дисперсионного механизма упрочнения по модели В, $\Delta\sigma_{\text{ч}_В}$	274
Упрочнение от перерезания пластин Ω -фазы, расположенных под углом к плоскости скольжения дислокаций, $\Delta\sigma_{\text{ч}_\text{упор}1}$	359
Упрочнение от огибания пластин Ω -фазы, лежащих в плоскости скольжения дислокаций, $\Delta\sigma_{\text{ор},3}$	55
Расчетный вклад дисперсионного механизма упрочнения, $\sigma_{0,2}$	317
Физический предел текучести	320

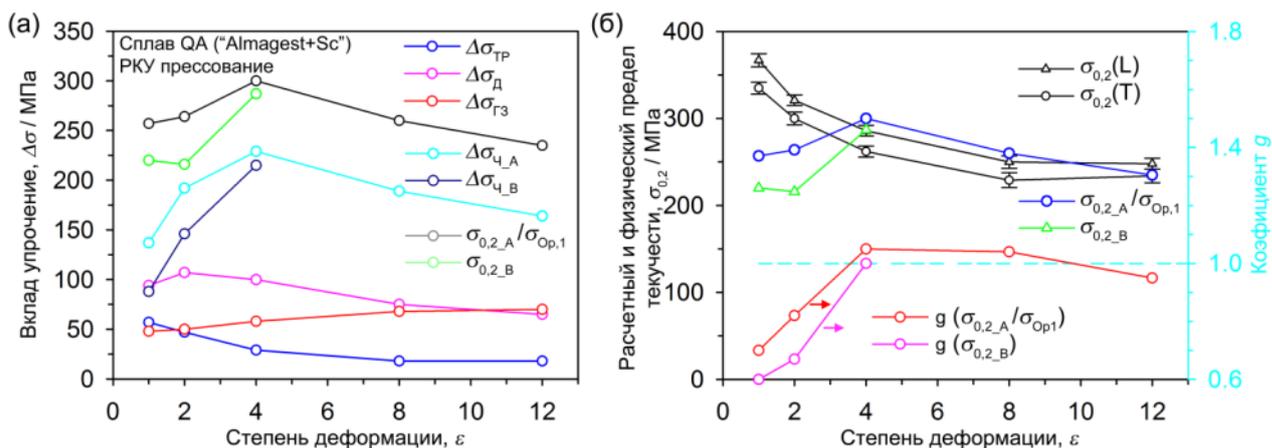


Рисунок 5.11 – Вклады различных механизмов упрочнения (а); отношения расчетной и физической величины предела текучести сплава после РКУ прессования при 250°С

Результаты оценки предела текучести сплава после РКУ прессования с использованием вкладов от различных механизмов упрочнения и коэффициента $m=1,71$ для закона суперпозиции по формуле (5.3) приведены в таблице 5.6 и рисунке 5.11а. Коэффициент g отношения расчетных и физических величин пределов текучести сплава после РКУ прессования (рисунок 5.11б) определили по формуле:

$$g = \frac{(\sigma_{0,2_A} \sigma_{0,2_B} \sigma_{0,2_Op,1})}{\sigma_{0,2}(L)} \quad (5.20)$$

Анализ полученных результатов в таблице 5.6 и рисунке 5.11 показывает, что в интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 1 \dots 2$ величина расчетного вклада значительно ниже физического предела текучести, тогда как при $\varepsilon \sim 4 \dots 12$ отклонение не превышает 10%. Предлагаемый подход показал, что при малых степенях деформации имеет место вклад в упрочнение от выделения кластеров основных легирующих элементов, вклад в упрочнение от которых составляет ~ 200 МПа. Существенный вклад в упрочнение в результате формирования кластеров связан с локальным искажением кристаллической решетки матрицы [40], что сопровождается увеличением сил, требуемых для движения дислокаций в матрице [40]. С дальнейшим увеличением степени деформации наблюдается хорошее совпадение расчетных величин с физическими.

В представленной работе не исследовано влияние формирования кластеров основных легирующих элементов на повышение прочности Al-Cu-Mg-Ag сплава в процессе РКУ прессования. Однако, имеются неясные доказательства их присутствия – зарождение на дислокациях и инициированных деформацией границах частиц S-фазы, прекурсорами которых являются кластеры Cu-Mg. Взаимодействие данных выделений с дислокациями приводит к синергетическому эффекту от данных механизмов упрочнения – дислокационного и дисперсионного за счет формирования кластеров. К тому же,

дисперсные частицы Ω -фазы, имеющие когерентные межфазные границы, наблюдается уже после краткосрочного старения при 250°C в течение 10 минут, что также приводит к значительному повышению прочности сплава (рисунок 5.11).

Таблица 5.6 – Оценка вкладов различных механизмов упрочнения для состояния №1 сплава после РКУ прессования (в МПа)

Степень деформации при РКУ прессования, ε	$\varepsilon \sim 1$	$\varepsilon \sim 2$	$\varepsilon \sim 4$	$\varepsilon \sim 8$	$\varepsilon \sim 12$
Трение решетки, σ_o	10				
Твердорастворный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_{TR}$	57	47	29	18	18
Дислокационный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_D$	94	107	100	75	65
Зернограничный механизм упрочнения, $\Delta\sigma_{ГЗ}$	48	50	58	68	70
Расчетный вклад дисперсионного механизма упрочнения по модели А, $\Delta\sigma_{ч_A}$	137	192	229	-	-
Расчетный вклад дисперсионного механизма упрочнения по модели В, $\Delta\sigma_{ч_B}$	88	146	215	-	-
Расчетный вклад дисперсионного механизма упрочнения по Оровану, $\Delta\sigma_{ч} = \Delta\sigma_{Op,1}$	-	-	-	189	164
Расчетный предел текучести с использованием модели дисперсионного механизма упрочнения А/В ($\sigma_{0,2_A}/\sigma_{0,2_B}$) или только по Оровану $\sigma_{0,2_Op,1}$ (принимались в расчет величины $\Delta\sigma_{ч_A}/\Delta\sigma_{ч_B}$ или $\Delta\sigma_{Op,1}$, соответственно)	257/220	264/126	300/287	260	235
Физический предел текучести в направлении испытания Т/Л	335/367	300/321	262/286	229/250	234/248

5.3 Обобщение полученных результатов

Влияние промежуточной пластической деформации при комнатной температуре на механические свойства. Повышение механических свойств Al-Cu-Mg-Ag сплава после старения объясняется наложением различных механизмов упрочнения. В сплаве после старения, дисперсность пластин Ω -фазы обеспечивает основной вклад в прочность материала. Роль частиц S-фазы незначительна из-за незначительной их объемной доли.

Промежуточная деформация и последующее старение на максимальную прочность изменяют вклад различных механизмов упрочнения. Можно выделить три интервала степени промежуточной деформации по влиянию деформационной структуры на процесс выделения фаз и механические свойства. При малых степенях деформации $\leq 1\%$ ($\epsilon \leq 0,01$), увеличение плотности дислокаций компенсируется уменьшением плотности выделения пластин Ω -фазы, N_V . Известно [1,46,52], что эффект упрочнения от пластин Ω -фазы увеличивается с увеличением коэффициента формы данных пластин. Однако работ, использующих данную стратегию повышения прочности, не было обнаружено. Тогда как, уменьшение величины N_V для пластин Ω -фазы, значительно снижает их способность к упрочнению сплава из-за существенного снижения вероятности встречи дислокаций, скользящих в плоскостях $\{111\}_\alpha$, с пластинами Ω -фазы [82], что приводит к увеличению длины свободного пробега дислокаций между препятствиями.

В интервале степеней деформации 3-10% ($\epsilon \sim 0,03-0,51$), пластины Ω -фазы имеют коэффициент формы $\sim 40-45$ и плотность выделения частиц $N_V \sim 6 \times 10^3 \text{ мкм}^{-3}$, которая меньше оптимальной величины, приведенной в работе [82], в ~ 6 раз. Увеличение предела текучести в этом интервале степеней деформации является результатом увеличения плотности дислокаций, а также выделения θ' - и S' -фаз на дислокациях. При степенях деформаций $\geq 10\%$ ($\epsilon \geq 0,11$), вклад в упрочнение от пластин Ω -фазы в общую прочность сплава уменьшается в результате утолщения и снижения коэффициент формы пластин данной фазы, которые располагаются на дислокациях. Снижение вклада дисперсионного механизма упрочнения компенсируется увеличением вклада дислокационного. Кроме того, при данных степенях деформации, когда происходит формирование деформационных полос, вклад зернограничного механизма упрочнения увеличивается [27]. Следует также отметить, что формирование преимущественно ориентированных деформационных полос приводит к появлению анизотропии механических свойств при растяжении [176]. Преимущественная ориентация относительно грубых пластин Ω -фазы, вдоль этих границ, может также инициировать появление анизотропии свойств. Комбинация трех механизмов упрочнения (дислокационного, зернограничного и дисперсионного), приводит к проявлению максимального предела текучести и предел

прочности Al-Cu-Mg-Ag сплава после прокатки с обжатием 80% ($\varepsilon \sim 1,61$) и искусственного старения, несмотря на снижение коэффициента формы пластин Ω -фазы. Кроме того, появление относительно грубых пластин Ω -фазы с локальными полукогерентными межфазными границами позволяет повысить усталостные характеристики и снизить сопротивление ползучести сплава. Оптимальной ТМО для достижения максимальной прочности при монотонном и циклическом деформировании при комнатной температуре является обработка T840. Данная обработка позволяет сохранить дисперсность пластин Ω -фазы и обеспечить низкую степень анизотропии механических свойств, по сравнению с обработкой T880. Однако анализ кривых ползучести при повышенных температурах показывает, что после обработок T651 и T8XX имеет место снижение характеристик жаропрочности. Деградация свойств жаропрочности, даже при малых степенях промежуточной пластической деформации является результатом повышения плотности дислокаций, которые ускоряют диффузионные процессы перераспределения легирующих элементов между основными фазами-упрочнителями. Данные диффузионные процессы приводят к огрублению пластин Ω -фазы по границам зерен/субзерен и равномерному выделению частиц θ' и θ -фаз в теле зерен/субзерен. Таким образом, термомеханические обработки, включающие большие пластические деформации при комнатной температуре, приводят либо к улучшению статических механических свойств на растяжение, либо к деградации характеристик жаропрочности Al-Cu-Mg-Ag сплавов. Невозможно обеспечить одновременное повышение данных механических свойств Al-Cu-Mg-Ag сплавов посредством ТМО, включающей промежуточную пластическую деформацию.

Влияние промежуточной пластической деформации при повышенных температурах на механические свойства. Анализ результатов оценки вкладов от различных механизмов упрочнения показывает, что вклад от дисперсионного механизма упрочнения значительно превосходит вклады от зернограницного, дислокационного и твердорастворного механизмов упрочнения в Al-Cu-Mg-Ag сплаве во всем интервале степеней деформации при РКУ прессовании. Обнаружено, что с увеличением степени деформации при РКУ прессовании имеет место тенденция снижения прочности. Данный эффект происходит наряду с (1) трансформацией частиц пластинчатой формы в равноосную, что по результатам расчета приводит к уменьшению вклада от дисперсионного механизма упрочнения, а также (2) повышением доли ВУГ и увеличению вклада от зернограницного механизма упрочнения. Таким образом, применение больших пластических деформаций при повышенных температурах является неэффективным технологическим процессом для повышения прочности термоупрочняемых алюминиевых

сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag за счет формирования равномерной мелкозернистой структуры. Даже если мелкозернистую структуру удастся сохранить после нагрева Al-Cu-Mg-Ag сплава до температур обработки на твердый раствор, то вклад от зернограничного механизма упрочнения будет ничтожно мал по сравнению с упрочнением от мелкодисперсных частиц после старения на максимальную прочность.

5.4 Выводы по главе

1) Промежуточная большая пластическая деформация при комнатной температуре является эффективным способом повышения прочности Al-Cu-Mg-Ag сплава. В состоянии T₆, предел текучести и предел прочности достигают 478±4 и 522±8 МПа, соответственно, с $\delta \sim 8,0 \pm 1,3\%$. В состоянии T₈₄₀, этот сплав демонстрирует предел текучести и предел прочности 527±6 и 572±6 МПа, и удлинение до разрушения, δ , равное 6,3±0,7%. В обоих этих состояниях, сплав содержит дисперсные тонкие пластины Ω -фазы в теле зерен и по границам зерен. Дальнейшее повышение степени обжатия при прокатке перед старением приводит к значительному увеличению прочности в тестовом направлении, появляется анизотропия механических свойств и наблюдается выделение толстых пластин Ω -фаз по границам зерен, инициированных пластической деформацией.

2) Промежуточная пластическая деформация методом прокатки при комнатной температуре приводит к снижению сопротивления ползучести Al-Cu-Mg-Ag сплава при температуре 150°C. Падение пределов ползучести и длительной прочности при данной температуре на базах испытания 100 и 1000 часов достигает 30-35%. Это связано с диспергированием пластин Ω -фазы, что облегчает трансформацию $\Omega \rightarrow \theta$ в процессе ползучести/или продолжительного старения.

3) После РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) с увеличением степени деформации имеет место снижение механических свойств исходно закаленного Al-Cu-Mg-Ag сплава, которое связано, главным образом, с уменьшением вклада от дисперсионного механизма упрочнения. Уменьшение вклада от дисперсионного механизма упрочнения не компенсирует увеличение от зернограничного и деформационного механизмов упрочнения.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. При кристаллизации по границам дендритных ячеек и внутри них выделяется обогащенная Sc θ -фаза. Двухступенчатая гомогенизация приводит к образованию частиц W-фазы ($Al_{8-x}Cu_{4+x}Sc$) по границам зерен, которые растут за счет как растворения содержащих Sc частиц θ -фазы, так и обеднения по скандию прилегающих областей пересыщенного твердого раствора, что приводит к неравномерному распределению когерентных частиц $Al_3Sc/Al_3(Sc,Zr)$. При кристаллизации Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавкой германия выделяется фаза Mg_2Ge , которая не растворяется при последующем гомогенизационном отжиге.

2. Термомеханическая обработка, включающая деформацию при комнатной температуре, приводит к изменению последовательности выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве в процессе старения:

при комнатной температуре: ПТР \rightarrow зоны ГПБ

при 190°C: ПТР \rightarrow $\Omega + \theta' + S'$

Изменение последовательности выделения фаз при статическом старении связано с растворением кластеров Ag-Mg с медью в процессе пластической деформации.

3. В процессе деформации методом РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) последовательность фазовых превращений имеет вид:

ПТР \rightarrow $\Omega \rightarrow \theta + S + \beta(MgAg) + U + (Ag)$.

Трансформация Ω -фазы в θ -фазу происходит по механизму *in situ* перестройки кристаллической решетки, тогда как выделение частиц θ , S, β (MgAg), U (AlMgAg) и (Ag)-фаз – по механизму независимого зарождения. Механизм *in situ* превращения активизируется в результате диспергирования пластин Ω -фазы при $\varepsilon \sim 1 \dots 2$ и их разворота, приводящего к потере ориентационного соотношения и когерентной структуры плоских межфазных границ с увеличением степени деформации.

4. В процессе больших пластических деформаций Al-Cu-Mg-Ag сплава методом РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{III}$) процесс НДР инициируется формированием ГНГ после первого прохода. С этим процессом связано образование α - и β -волокон, тогда как быстрое увеличение среднего угла разориентировки границ, объемной доли рекристаллизованных зерен, плотности ВУГ после второго и последующих проходов коррелирует с появлением неустойчивых ориентаций между устойчивыми компонентами V_θ/\bar{V}_θ , что обеспечивает образование непрерывного γ -волокна.

5. После РКУ прессования при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) с увеличением степени деформации имеет место снижение механических свойств исходно закаленного Al-Cu-Mg-Ag сплава, которое связано, главным образом, с уменьшением вклада от дисперсионного механизма упрочнения. Уменьшение вклада от дисперсионного механизма упрочнения не компенсирует увеличение от зернограничного и деформационного механизмов упрочнения.

6. Оптимальное сочетание прочности и пластичности сплава системы Al-Cu-Mg-Ag обеспечивает обработки T840, а максимальную жаропрочность обеспечивает обработка T6.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

1. Газизов, М.Р. Влияние гомогенизации на микроструктуру слитка сложнолегированного сплава системы Al-Cu-Mg-Ag / М.Р. Газизов, В.В. Захаров, Р.О. Кайбышев, В.В. Телешов // *Технология легких сплавов*. – 2010. – №4. – С. 27-35.
2. Gazizov, M. Solidification behavior and the effects of homogenization on the structure of an Al-Cu-Mg-Ag-Sc alloy / M. Gazizov, V. Teleshov, V. Zakharov, R. Kaibyshev // *J. Alloys Compd.* – 2011. – V. 509. – P. 9497-9507.
3. Gazizov, M. Effect of ECAP on Mechanical Properties of an Al-Cu-Mg-Ag-Sc / M. Gazizov, V. Teleshov, V. Zakharov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Forum.* – 2011. – Vol. 667-669. – P. 967-972.
4. Телешов, В.В. Особенности литой структуры слитков диаметром 96 мм сложнолегированного сплава системы Al-Cu-Mg-Ag и её изменение при гомогенизации / В.В. Телешов, В.В. Захаров, М.Р. Газизов, Р.О. Кайбышев, Е.Я. Капуткин, А.П. Головлёва // *Технология легких сплавов*. – 2012. – №4. – С. 30-47.
5. Газизов, М.Р. Микроструктура сплава системы Al-Cu-Mg-Ag в процессе РКУП при 250°C / М.Р. Газизов // *Технология легких сплавов*. – 2012. – №4. – С. 48-55.
6. Газизов, М.Р. Влияние РКУП на микроструктуру сплава системы Al-Cu-Mg-Ag-Sc-Zr / М.Р. Газизов // *Научное обозрение*. – 2012. – №5. – С. 323-327.
7. Gazizov, M. Microstructural evolution in an Al-Cu-Mg-Ag alloy during ECAP / M. Gazizov, R. Kaibyshev // *Adv. Mater. Res.* – 2012. – Vol. 409. – P. 41-46.
8. Gazizov, M. Effect of over-ageing on the microstructural evolution in an Al-Cu-Mg-Ag alloys during ECAP at 300°C / M. Gazizov, R. Kaibyshev // *J. Alloys Compd.* – 2012. – Vol. 527. – P. 163-175.
9. Gazizov, M. The precipitation behavior of an Al-Cu-Mg-Ag alloy under ECAP / M. Gazizov, S. Malopheyev, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng.* – 2013. – Vol. 588. – P. 65-75.
10. Gazizov, M. Effect of plastic deformation on a dispersion of omega-phase and mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M. Gazizov, I. Zuiko, R. Kaibyshev // *Adv. Mater. Res.* – 2014. – Vol. 922. – P. 189-194.
11. Gazizov, M. Effect of cold plastic deformation prior to ageing on creep resistance of an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M. Gazizov, I. Zuiko, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Forum.* – 2014. – Vol. 794-796. – P. 278-283.

12. Gazizov, M. The effect of second-phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M. Gazizov, R. Kaibyshev // J. Mater. Sci. – 2015. – V. 50(2) – P. 990-1005.

13. Gazizov, M. Effect of pre-straining on the aging behavior and mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M. Gazizov, R. Kaibyshev // Mater. Sci. Eng. – 2015. – Vol. 625. – P. 119-130.

Патент: Способ термомеханической обработки для повышения технологической пластичности объемных полуфабрикатов из Al-Cu-Mg-Ag сплавов: пат. 2534909 Рос. Федерация: МПК⁵¹ С1 / Р.О. Кайбышев, Д.А. Жемчужникова, Д.В. Тагиров, М.Р. Газизов; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО «УГАТУ», ОАО «УМПО». – № 2013146478/02; заявл. 17.10.2013; опубл. 10.12.2014, Бюл. № 34. – 6 с.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Polmear, I. Light alloys. From traditional alloys to nanocrystals / I. Polmear // Elsevier, 2006. – 421 p. – ISBN 0750663715.
2. Ber, L.B. Phase composition and mechanical properties of wrought aluminum alloys of the system Al-Cu-Mg-Ag-Xi/ L.B. Ber, V.V. Teleshov, O.G. Ukolova // Mater. Sci. and Heat Treat., – 2008. – Vol. 50. – P. 220-227.
3. Polmear, I.J. After Concorde: Evaluation of creep resistant Al-Cu-Mg-Ag alloys / I.J. Polmear, G. Pons, Y. Barbaux, H. Octor, C. Sanchez, A..J. Morton, W.E. Borbidge, S. Rogers // Mater. Sci. Tech. – 1999. – Vol. 15. – P. 861-868.
4. Bakavos, D. 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 / D. Bakavos, P.B. Prangnell, B. Bes, F. Eberl // Mater. Sci. Eng. – 2008. – Vol. A491. – P. 214-223.
5. Vural, M. Experimental analysis and constitutive modeling for the newly developed 2139-T8 alloy / M. Vural, J. Caro // Mater. Sci. Eng. – 2009. – Vol. A520. – P. 56-65.
6. Hutchinson, C.R. The origin of the high coarsening resistance of Ω plates in Al-Cu-Mg-Ag alloys / C.R. Hutchinson, X. Fan, S.J. Pennycook, G.J. Shiflet // Acta Mater. – 2001. - Vol. 49. – P. 2827-2841.
7. Seidman, D.N. Precipitation strengthening at ambient and elevated temperatures of heat-treatable Al(Sc) alloys / D.N. Seidman, E.A. Marquis, D.C. Dunand // Acta Mater. – 2002. – Vol. 50. – P. 4021-4035.
8. Dalen, M.E.V. Creep- and coarsening properties of Al–0.06 at.% Sc–0.06 at.% Ti at 300–450°C/ M.E.V. Dalen, D.N. Seidman, D.C. Dunand // Acta Mater. 56 (2008) 4369–4377.
9. Marquis, E.A. Coarsening kinetics of nanoscale Al_3Sc precipitates in an Al–Mg–Sc alloy / E.A. Marquis, D.N. Seidman // Acta Mater. – 2005. – Vol. 53. – P. 4259–4268.
10. Toropova, L.S. Advanced Aluminum Alloys Containing Scandium: Structure and Properties / L.S. Toropova, D.G. Eskin, M. L. Kharakterova, T.V. Dobatkina. – Taylor&Francis. - 1997. – P. 192. – ISBN 9056990896
11. Kendig, K.L. Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy / K.L. Kendig, D.B. Miracle // Acta Mater. – 2002. – Vol. 50. – P. 4165–4175.
12. Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. 3-е изд., перераб. и доп. – М.: «МИСИС», 1999. – 416 с. – ISBN 5876230278.

-
13. Alamdari, H.D. Behavior of boron in molten aluminum and its grain refinement mechanisms / H.D. Alamdari, D. Dube, P. Tessier // *Metall. Mater. Trans.* – 2012. – Vol. 44. – P. 388-394.
 14. Li, Y. Grain refinement of the Al-Cu-Mg-Ag alloy with Er and Sc additions / Y. Li, Z. Liu, Q. Xia, Y. Liu, // *Metall. Mater. Trans.* – 2007. – Vol. 38A. – P. 2853-2858.
 15. Norman, A. F. The solidification behaviour of dilute aluminium–scandium alloys / A. F. Norman, P. B. Prangnell, R. S. McEwen // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – P. 5715-5732.
 16. Hyde, K.B. The effect of cooling rate on the morphology of primary Al₃Sc intermetallic particles in Al–Sc alloys / K. B. Hyde, A. F. Norman and P. B. Prangnell // *Acta Mater.* – 2001. – Vol. 49. – P. 1327–1337.
 17. Røyset, J. Scandium in aluminium alloys / J. Røyset, N. Ryum // *Intern. Mater. Rev.* – 2005. – Vol. 50. – P. 19-44.
 18. Xiao, D.H. Effect of Sc addition on microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Mg-Ag-Zr alloy/ D.H. Xiao, M. Song, B.Y. Huang, J.H. Yi, Y.H. He, Y.M. Li // *Mater. Sci. Techn.* – 2009. – Vol. 25. – P. 747-752.
 19. Kharakterova, M.L. Polythermal section of the Al-Cu-Sc system / M.L. Kharakterova // *Russ. Metall.* – 1991. – Vol. 4. – P. 195–199.
 20. Kharakterova, M.L. Precipitation hardening in ternary alloys of the AlScCu and AlScSi systems / M.L. Kharakterova, D.G. Eskin, L.S. Toropova // *Acta Metall. Mater.* – 1994. – Vol. 42. – P. 2285-2290.
 21. Chen, Y.-T. Effect of natural aging and cold working on microstructures and mechanical properties of Al-4.6Cu-0.5Mg-0.5Ag alloy / Y.-T. Chen, Sh.-L. Lee, H.-Y. Bor, J.-Ch. Lin // *Metall. Mater. Trans.* – 2013. – Vol. 44A. – P. 2831-2838.
 22. Last, H.R. Mechanical behavior and properties of mechanically alloyed aluminum alloys / H.R. Last, R.K. Garrett // *Metall. Mater. Trans.* – 1996. – Vol. 27. – P. 737-745.
 23. Huskins, E.L. Strengthening mechanisms in an Al-Mg alloy / E.L. Huskins, B. Cao, K.T. Ramesh // *Mater. Sci. Eng.* – 2010. – Vol. A527. – P. 1292-1298.
 24. Malopheyev, S. Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains / S. Malopheyev, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng.* – 2014. – Vol. A620. – P. 246-252.
 25. Cabibbo, M. Microstructure strengthening mechanisms in different equal channel angular pressed aluminum alloys / M. Cabibbo // *Mater. Sci. Eng.* – 2013. – Vol. A560. – P. 413-432.
 26. Kamikawa, N. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed / N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen // *Acta Mater.* – 2009. – Vol. 57. – P. 4198–4208.

-
27. Hansen, N. Hall-Petch relation and boundary strengthening / N. Hansen // *Scr. Mater.* – 2004. – Vol. 51. – P. 801-806.
 28. Ma, K. Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy / K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung // *Acta Mater.* – 2014. – Vol. 62(1). – P. 141-155.
 29. Хоникомб, Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. Пер. с англ. – М.: Мир, 1972. – 408 с.
 30. Золоторевский, В.С. Механические свойства металлов / В.С. Золоторевский. М.: МИСИС, 1998. – 400 с.
 31. Humphreys, F.J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F.J. Humphreys, M. Hatherly. – Pergamon Press – Oxford, 1996. – 497 p.
 32. Kamikawa, N. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed / N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen // *Acta Mater.* – 2009. – Vol. 57. – P. 4198-4208.
 33. Hughes, D.A. Microstructure and strength of nickel at large strains / D.A. Hughes, N. Hansen // *Acta Mater.* – 2000. – Vol. 48. – P. 2985-3004
 34. Valiev, R.Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R.Z. Valiev, T.G. Langdon // *Prog. Mater. Sci.* – 2006. – Vol. 51. – P. 881-981.
 35. Duan, Z.C. Developing processing routes for the equal-channel angular pressing of age-hardenable aluminum alloys / Z.C. Duan, N.Q. Chinh, C. Xu, T.G. Langdon // *Metall. Mater. Trans.* – 2010. – Vol. A41. – P. 802–809.
 36. Cepeda-Jimenez, C.M. Mechanical properties at room temperature of an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by equal channel angular pressing / C.M. Cepeda-Jimenez, J.M. Garcia-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreno // *J. Alloys Compd.* – 2011. – Vol. 509. – P. 8649–8656.
 37. Panigrahi, S.K. Development of ultrafine grained high strength age hardenable Al 7075 alloy by cryorolling / S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan // *Mater. Des.* – 2011. – Vol. 32. – P. 3150–3160.
 38. Jayaganthan, R. Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy / R. Jayaganthan, H.-G. Brokmeier, B. Schwebke, S.K. Panigrahi // *J. Alloys Compd.* – 2010. – Vol. 496. – P. 183–188.
 39. Shanmugasundaram, T. Development of ultrafine grained high strength Al-Cu alloy by cryorolling / T. Shanmugasundaram, B.S. Murty, V. Subramanya Sarma // *Scr. Mater.* – 2006. – Vol. 54. – P. 2013–2017.

-
40. Porter, D.A. Phase Transformation in Metals and Alloys / D.A. Porter, K.E. Esterling, M. Sherif. – CRS Group - London, 2009. – 520 p. .
 41. Ruen, O. Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys / O. Ruen, O. Nijs, E. Sjolander, B. Holmedal, H.E. Ekstrom, E. Nes // Metall. Mater. Trans. – 2006. – Vol. A37. – P. 1999-2006.
 42. Physical Metallurgy. Vol. 3: ed. R.W. Cahn, P. Haasen. - Elsevier Science. - The Netherlands, 1996. – P. 2009-2073.
 43. Nurislamova, G. Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation / G. Nurislamova, X. Sauvage, M. Murashkin, R. Islamgaliev, R.Z. Valiev // Philos. Mag. Lett. – 2008. – Vol. 88. – P. 454-466
 44. Sauvage, X. Atomic scale investigation of dynamic precipitation and grain boundary segregation in a 6061 aluminium alloy nanostructured by ECAP / X. Sauvage, M. Yu. Murashkin, R.Z. Valiev // Kovove Mater. – 2011. – Vol. 49. – P. 11-15.
 45. Frost, H.J. Deformation-mechanisms maps. The plasticity and creep of metals and ceramics/ H.J. Frost, M.F.Ashby. - Pergamon press – Oxford, 1982. – 165 p. – ISBN 0080293387.
 46. Nie, J.F. Microstructural design of high-strength aluminum alloys / J.F. Nie, B.C. Muddle // J. Phase Eq. – 1998. – Vol. 19. – P. 543-551.
 47. Friedel, J. Electron microscopy and strength of crystals. ed. G. Thomas, J. Washburn. – Interscience. - New York, 1963. - 605 p.
 48. Nie, J.F. Strengthening of an Al–Cu–Sn alloy by deformation-resistant precipitate plates / J.F. Nie, B.C. Muddle // Acta Mater. – 2008. – Vol. 56. – P. 3490–3501.
 49. Nieman, G.W. Tensile strength and creep properties of nanocrystalline palladium / G. W. Nieman, J. R.Weertman R. W. Siegel // Scripta Mater. – 1990. – Vol. 24. – P. 145-150.
 50. Gryaznov, V. G. Size effect in micromechanics of nanocrystals / V.G. Gryaznov, L.I. Trusov // Prog. Mater. Sci. – 1993. – Vol. 37. - No 4. – P. 289-401.
 51. Models for macroscopic slip. Progr. Mater. Sci. 19.1975. C. 171-229
 52. Nie, F.J. Comments on the “Dislocation interaction with semicoherent precipitates (Ω phase) in deformed Al-Cu-Mg-Ag alloys” / F.J. Nie, B.C. Muddle // Scr. Mater. – 2000. – Vol. 42. – P. 409-413.
 53. Sun, L. First-principles investigation of the structure and synergistic chemical bonding of Ag and Mg at the Al | Ω interface in a Al-Cu-Mg-Ag alloy / L. Sun, D.L. Irving, M.A. Zikry, D.W. Brenner // Acta Mater. – 2009. – Vol. 57. – P. 3522-3528.

-
54. Ringer, S.P. Nucleation of precipitates in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys with high Cu:Mg ratios / S.P. Ringer, K. Hono, I.J. Polmear, T. Sakurai // *Acta Mater.* – 1996. – Vol. 44. – P. 1883-1898.
55. Gazizov, M. The precipitation behavior of an Al-Cu-Mg-Ag alloy under ECAP / M. Gazizov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng.* – 2013. – Vol. A588. – P. 65-75.
56. Reich, L. Evolution of Ω phase in an Al-Cu-Mg-Ag alloy – a three-dimensional atom probe study / L. Reich, M. Murayama, K. Hono // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – No. 17. – P. 6053–6062.
57. Auld, J.H. / J.H. Auld // *Acta Crystallogr. Suppl.* – 1972. – Vol. 28A. – P. 98.
58. Auld, J.H. Structure of metastable precipitate in some Al-Cu-Mg-Ag alloys / J.H. Auld // *Mater. Sci. Technol.* – 1986. – Vol. 2. – P. 784–787.
59. Bai, S. Mg-controlled formation of Mg-Ag co-clusters in initial aged Al-Cu-Mg-Ag alloys / S. Bai, Z. Liu, X. Zhou, P. Xia, S. Zeng // *J. Alloy. Compd.* – 2014. – V. 602. – P. 193-198.
60. Wang, S.C. Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys / S.C. Wang, M.J. Starink // *Int. Mater. Rev.* – 2005. – Vol. 50. – P. 193-215.
61. Ringer, S.P. Precipitate stability in AlCuMgAg alloys aged at high temperatures / S.P. Ringer, W. Yeung, B.C. Muddle, I.J. Polmear // *Acta Metall. Mater.* – 1994. – Vol. 42. – P. 1715-1725.
62. Ringer, S.P. Effects of cold work on precipitation in Al-Cu-Mg-(Ag) and Al-Cu-Li-(Mg-Ag) alloys / S.P. Ringer, B.C. Muddle, I.J. Polmear // *Metall. Mater. Trans.* – 1995. – Vol. 26A. – P. 1659-1671.
63. The metallurgy of light alloys / ed.R.J. Chester, I.J. Polmear. – Vol. 75. - Institute of Metals. – London, 1983. Institute of Metals
64. Kerry, S. Structure and orientation relationship of precipitates formed in Al-Cu-Mg-Ag alloys / S. Kerry, V. D. Scott // *Met. Sci.* – 1984. –Vol. 18. – P. 289–294.
65. Knowles, K.M. / K.M. Knowles, W.M. Stobbs // *Acta Crystallogr.* – 1988. – Vol. 44B. – P. 207–227.
66. Garg, A. Convergent-beam electron diffraction analysis of the Ω phase in an Al-4.0 Cu-0.5 Mg-0.5 Ag alloy / A. Garg, J.M. Howe // *Acta Metall. Mater.* – 1991. – Vol. 39. – P. 1939–1946.
67. Vaughan, D. / D. Vaughan, J.M. Silcock // *Phys. Stat. Solidi.* – 1967. – Vol. 20. – P. 725–736.

-
68. Jin, Y. A precipitate phase in AA2124 / Y. Jin, C. Z. Li and M. G. Yan // *J. Mater. Sci.* – 1991. – Vol. 26. – P. 3244–3248
69. Oguocha, I.N.A. Characterisation of AA2618 containing alumina particle / I.N.A. Oguocha, Y. Jin, S. Yannacopoulos // *Mater. Sci. Technol.* – 1997. – Vol. 13. – P. 173–181.
70. Abis, S. A study of the high-temperature ageing of Al-Cu-Mg-Ag alloy 201 / S. Abisa, P. Menguccib, G. Riontino // *Philos. Mag. B.* – 1993. – Vol. 67. – P. 465-484.
71. Taylor, J.A. Precipitation in Al-Cu-MG-Ag casting alloy / J.A. Taylor, B.A. Parker, I. J. Polmear // *Met. Sci.* – 1978. –Vol. 12. – P. 478-482.
72. Cousland, S. Structural changes associated with solid-state reaction in Al-Ag-Mg alloys / S. Cousland, G.R. Tate // *J. Appl. Crystallogr.* – 1986. – Vol. 19. – P. 174–180.
73. Lim, M.S. An assessment of thermodynamic equilibria in the Ag-Al-Cu-Mg quaternary system in relation to precipitation reactions / M.S. Lim, K.E. Tibballs and P.L. Rossiter // *Z. Metallkd.* – 1997. – Vol. 88. – P. 236–245.
74. Muddle, B. C. The precipitate Ω phase in Al-Cu-Mg-Ag alloys / B. C. Muddle, Polmear, I.J. // *Acta metall.* – 1989. – Vol. 37. – P. 777-789.
75. Grovenor, C. R. / C.R.M. Grovenor, B.A. Shollock, K.M. Knowles //, *J. Phys. Coll.* - 1989. – Vol. 50(C8). – P. 377.
76. Shollock, B. A. Compositional studies of Shch {cyrillic} and θ' precipitates in an Al-Cu-Mg-Ag alloy / B.A. Shollock, C.R. Grovenor, K.M. Knowles // *Scr. Metall. Mater.* – 1990. – Vol. 24. – P. 1239-1244.
77. Sano, N. Atom-probe analysis of Ω and θ' phases in an AlCuMgAg alloy / N. Sano, K. Hono, T. Sakurai, K. Hirano // *Scr. Metall. Mater.* – 1991. – Vol. 25. – P. 491-496.
78. Hono, K. Atom probe study of the precipitation process in AlCuMgAg alloys / Hono, K., Sano, N., Babu, S. S., Okano, R. and Sakurai, T. // *Acta metall. mater.* – 1993. – Vol. 41. – P. 829-838
79. Howe, J. M. Analytical transmission electron microscopy analysis of Ag and Mg segregation to $\{111\}$ θ precipitate plates in an Al-Cu-Mg-Ag alloy / J.M. Howe // *Phil. Mag. Lett.* – 1994. – Vol. 70. – P. 111-120.
80. Rainforth, W. Nano-beam analysis of Ω precipitates in a Al-Cu-Mg-Ag alloy / Rainforth, W. M., Rylands, L. M. and Jones, H. // *Scr. Metall. Mater.* – 1996. –Vol. 35. – P. 261-265.
81. Ünlü, N. The effect of cold work on the precipitation of ω and θ' in a ternary Al-Cu-Mg alloy / N. Ünlü, B.M. Gable, G.J. Shiflet, E.A. Starke // *Metall. Mater. Trans.* – 2003. – Vol. 34A. – P. 2757-2769.

-
82. da Costa Teixeira, J. On the strengthening response of aluminum alloys containing shear-resistant plate-shaped precipitates / J. da Costa Teixeira, D.G. Cram, L. Bourgeois, T.J. Bastow // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 6109-6122.
83. Deschamps, A. The influence of precipitation on plastic deformation of Al-Cu-Li alloys / A. Deschamps, B. Decreus, F. De Geuser, T. Dorin, M. Weyland // *Acta Mater.* – 2013. – Vol. 61. – P. 4010-4021.
84. Dorin, Th. Quantification and modelling of the microstructure/strength relationship by tailoring the morphological parameters of the T1 phase in an Al-Cu-Li alloy / Th. Dorin, A. Deschamps, F. De Geuser, Ch. Sigli // *Acta Mater.* – 2014. – Vol. 75. – P. 134-146.
85. Huang, Y. The formation of nanograin structures and accelerated room-temperature theta precipitation in a severely deformed Al-4 wt.% Cu alloy / Y. Huang, J.D. Robson, P.B. Prangnell // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58. – P. 1643-1657.
86. Валиев, Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров – М.: Логос, 2000. - 272 с.
87. Сегал В.М. Пластическая обработка металлов простым сдвигом / В.М. Сегал, В.И. Резников, А.С. Дробышевский, В.И. Копылов // *Известия АН СССР. Металлы.* - 1981. - С. 115-123.
88. Сегал, В.М. Процессы пластического структурообразования металлов / Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И., Павлик Д.А., Малышев В.Ф. – Минск: Навука і тэхніка. 1994. – 231 с.
89. Iwahashi, Y. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials / Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // *Scripta Mater.* - 1996. - Vol. 35. - P. 143-146.
90. Gazizov, M.R. The effect of second-phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M.R. Gazizov, S.S. Malopheyev, R.O. Kaibyshev // *J. Mater. Sci.* – 2015. – Vol. 50. – P. 990-1005.
91. V. M. Segal, Materials processing by simple shear / V. M. Segal // *Mater. Sci. Eng.* – 1995. – Vol. A197. – P. 157-164.
92. Horita, Z. Development of fine grained structures using severe plastic deformation/ Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto// *Mater. Sci. Technol.* – 2000. - Vol. 16. – P. 1239-1245.
93. Langdon, T.G. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing / T.G. Langdon. // *Mater. Sci. Eng.* -2007. – Vol. A462. - P. 3-11.
94. Raab, G.J. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform / G.J. Raab, R.Z Valiev, Y.T. Zhu, T.C. Lowe // *Mater. Sci. Eng.* – 2004. – Vol. A382. – P. 30-34.

-
95. Dudko, V.A. Effect of Subgrain on the Creep Strength of Alloy 1207 / Dudko V.A., Kaibyshev R.O., Salakhova E.R. // *Phys Metal. Metall.* – 2009. – Vol. 107. - No 1. - P. 90-95.
96. Sakai, T. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions / Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J. // *Prog. Mater. Sci.* – 2014. – Vol. 60. – P. 130-207.
97. Gazizov, M. Effect of over-aging on the microstructural evolution in an Al-Cu-Mg-Ag alloy during ECAP at 300°C / Gazizov M., Kaibyshev R. // *J Alloy Compd.* – 2012. – Vol. 527. – P. 163-175.
98. Nikulin, I. Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an Al-Mg-Mn alloy / Nikulin I, Kipelova A, Malopheyev S, Kaibyshev R // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 487-497.
99. Apps, P.J. The effect of coarse second-phase particles on the rate of grain refinement during severe deformation processing / Apps P.J., Bowen J.R., Prangnell P.B. // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 2811-2822.
100. Apps, P.J. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminium alloys to ultra-high strains / Apps P.J., Berta M., Prangnell P.B. // *Acta Mater.* – 2015. – Vol. 53. – P. 499-511.
101. Kaibyshev, R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP / Kaibyshev R., Malopheyev S., Kulitskiy V., Gazizov M. // *Mater. Sci. Forum.* – 2014. – Vols. 783-786. – P. 2641-2646.
102. Kaibyshev, Mechanisms of dynamic recrystallization in aluminum alloys / Kaibyshev R., Malopheyev S. // *Mater. Sci. Forum.* – 2014. – Vols. 794-796. – P. 784-789.
103. Mazurina, I. Grain refinement in aluminum alloy 2219 during ECAP at 250°C / Mazurina I, Sakai T, Miura H, Sitdikov O, Kaibyshev R // *Mater. Sci. Eng.* – 2008. – Vol. A473. – P. 297-305.
104. Mazurina, I. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in aluminum alloy 2219 during hot ECAP / Mazurina I, Sakai T, Miura H, Sitdikov O, Kaibyshev R // *Mater. Sci. Eng.* – 2008. – Vol. A486. – P. 662-671.
105. Kaibyshev, R. Continuous dynamic recrystallization in an Al-Li-Mg-Sc alloy during equal-channel angular extrusion / Kaibyshev R., Shipilova K., Musin F., Motohashi Y. //, *Mater. Sci. Eng.* – 2005. – Vol. A396. – P. 341-351.
106. Sha, G. Influence of equal-channel angular pressing on precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy / G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 2009. – Vol. 57. – P. 3123-3132.

-
107. Zhao, Y.H. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing / Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 4589-4599.
108. Murayama, M. Microstructure of two-phase Al–1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing / M. Murayama, Z. Horita, K. Hono // *Acta Mater.* -2001. – Vol. 49. – P. 21-29.
109. Liu, Z. On strain-induced dissolution of θ' and θ particles in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing / Z. Liu, S. Bai, Z. Zhou, Y. Gu // *Mater. Sci. Eng.* – 2011. – Vol. 528. – P. 2217-2222.
110. Liu, Z. The dissolution behavior of θ' phase in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing and multi-axial compression / Z. Liu, X. Chen, X. Han, Y. Gu // *Mater. Sci. Eng.* - 2010. – Vol. 527. – P. 4300-4305.
111. Huang, W. Severe plastic deformation-induced dissolution of θ'' particles in Al-Cu binary alloy and subsequent nature aging behavior / W. Huang, Z. Liu, L. Xia, P. Xia, S. Zeng // *Mater. Sci. Eng.* – 2012. – Vol. 556. – P. 801-806.
112. Xu, Ch. Influence of ECAP on precipitate distributions in a spray-cast aluminum alloy / Ch. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 749-758.
113. Cao, H. Re-precipitation of coherent γ -Fe particles following annealing of equal-channel angular pressed Cu-Fe alloy / H. Cao, J.Y. Min, A.P. Xian, S.D. Wu, J.K. Shang // *Phil. Mag. Lett.* – 2005. – Vol. 85. – P. 61-66.
114. Sitdikov, O. Microstructure behavior of Al-Mg-Sc alloy processed by ECAP at elevated temperature / O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki, Y. Watanabe // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 821-834.
115. Zhang, S. Microstructure evolution and deformation behavior of ultrafine-grained Al-Zn-Mg alloys with fine η' precipitates / S. Zhang, W. Hu, R. Berghammer, G. Gottstein // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58. – P. 6695-6705.
116. Nam, C.Y. Effect of precipitates on microstructural evolution of 7050 Al alloy sheet during equal channel angular rolling / C.Y. Nam, J.H. Han, Y.H. Chung, M.C. Shin // *Mater. Sci. Eng.* – 2003. – Vol. 347. – P. 253-257.
117. Stolyarov, V.V. Ultrafine-grained Al-5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure / V.V. Stolyarov, R. Lapovok, I.G. Brodova, P.F. Thomson // *Mater. Sci. Eng.* – 2003. – Vol. 357. – P. 159-167.

-
118. Gubicza, J. The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al-Zn-Mg alloys / J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita, T.G. Langdon // *Mater. Sci. Eng.* – 2007. – Vols. 460–461. – P. 77-85.
119. Cardoso, K.R. High Strength AA7050 Al alloy processed by ECAP: Microstructure and mechanical properties / K.R. Cardoso, D.N. Travessa, W.J. Botta, A.M. Jorge // *Mater. Sci. Eng.* – 2011. – Vol. 528. – P. 5804-5811.
120. Russ, J.C. Practical stereology / J.C. Russ, R.T. Dehoff. - Kluwer Academic/Plenum. - New York, 2000. – 307 p. – ISBN 0306464764.
121. Gazizov, M.R. Effect of pre-straining on the aging behavior and mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag alloy / M.R. Gazizov, R.O. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng.* – 2015. – Vol. A625. – P. 119-130
122. Williams, D.B. Transmission electron microscopy / D.B. Williams, C.B. Carter. – New York : Plenum Press. 1996. – 729 p.- ISBN 978038765006.
123. Газизов, М.Р. Влияние гомогенизации на микроструктуру слитка сложнолегированного сплава системы Al-Cu-Mg-Ag / М.Р. Газизов, В.В. Захаров, Р.О. Кайбышев, В.В. Телешов // *Технология легких сплавов.* – 2010. - №4. – С. С. 27-35.
124. Liu, X.Y. Microstructural evolution of Al-Cu-Mg-Ag alloy during homogenization / X.Y. Liu, Q.L. Pan, X. Fan, Y.B. He, W.B. Li, W.J. Liang, // *J. Alloys Compd.* – 2009. – Vol. 484. – P. 790-794.
125. Chadwick, G.A. Metallography of Phase Transformations / G.A. Chadwick. – Butterworth. - London, 1972. – 314 p. – ISBN 0408703245.
126. Cipolla, L. Conversion of MX nitrides to Z-phase in a martensitic 12% Cr steel / L. Cipolla, H. K. Danielsen, D. Venditti, P.E. Nunzio, J. Hald, M.A.J. Somers // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58. – P. 669–679.
127. Ma, F. Microstructure evolution of Al-Cu-Mg-Ag alloy with trace Zr addition during two-step homogenization / F. Ma, Z. Liu // *Int. J. Mod. Phys. B.* 23 (2009) 855–862.
128. Bo, H. Thermodynamic analysis of Al-Sc, Cu-Sc and Al-Cu-Sc system / H. Bo, L.B. Liu, Z.P. Jin // *J. Alloys Compd.* – 2010. – Vol. 490. – P. 318–325.
129. N. Saunders, Al-Cu system, in: I. Ansara, A.T. Dinsdale, M.H. Rand (Eds.), COST-507: Thermochemical Database For light Metal Alloys, European Communities. - Luxemburg, 1998. – P. 28–33.
130. Witusiewicz, V.T. The Ag-Al-Cu system part I: Reassessment of the constituent binaries on the basis of new experimental data / V.T. Witusiewicz, U. Hecht, S.G. Fries, S. Rex // *J. Alloys Compd.* -2004. – Vol. 385. – P. 133–143.

-
131. Gazizov, M. Solidification behaviour and the effects of homogenisation on the structure of an Al-Cu-Mg-Ag-Sc alloy / M. Gazizov, V. Teleshov, V. Zakharov, R. Kaibyshev // *J. Alloys Compd.* – 2011. – Vol. 509. – P. 9497-9507.
132. Styles, M.J. The coexistence of two S (Al₂CuMg) phases in Al-Cu-Mg alloys / M.J. Styles, C.R. Hutchinson, Y. Chen, A. Deschamps, T.J. Bastow // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 6940-6951.
133. Kovarik, L. A HRTEM study of metastable phase formation in Al-Mg-Cu alloys during artificial aging / L. Kovarik, P.I. Gouma, C. Kisielowski, S.A. Court, M.J. Mills // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 2509-2520.
134. Charai, A. Coexistence of clusters, GPB zones, S^{''}-, S'- and S-phases in an Al-0.9% Cu-1.4% Mg alloy / A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A.-M. Zahra, C.Y. Zahra // *Acta Mater.* – 2000. – Vol. 48. – P. 2751-2764.
135. Wang, S.C. Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys / S.C. Wang, M.J. Starink // *Acta Mater.* – 2007. – Vol. 55. – P. 933-941.
136. Zhao, Y.L. Double-peak age strengthening of cold-worked 2024 aluminum alloy / Y.L. Zhao, Z.Q. Yang, Z. Zhang, G.Y. Su, X.L. Ma // *Acta Mater.* – 2013. – Vol. 61. – P. 1624-1638
137. Kovarik, L. GPB zones and composite GPB/GPBII zones in Al-Cu-Mg alloys / L. Kovarik, S.A. Court, H.L. Fraser, M.J. Mills // *Acta Mater.* – 2008. – Vol. 56. – P. 4804-4815.
138. Boyd, J.D. The coarsening behaviour of θ'' and θ' precipitates in two Al-Cu alloys / J.D. Boyd, R.B. Nicholson // *Acta Metall.* – 1971. – Vol. 19. – P. 1379-1391.
139. Humphreys, F.J. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation / F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // *Phil. Trans. R. Soc. Lond.* – 1999. – Vol. 357A. – P. 1663-1681.
140. Li, B.Q. Dislocation interaction with semicoherent precipitates (Ω phase) in deformed Al-Cu-Mg-Ag alloys / B.Q. Li, F.E. Wawner // *Acta Metall.* – 1998. – Vol. 46. – P. 5483-5490.
141. Fonda, R.W. Accomodation of the misfit strain surrounding {III} precipitates (Ω) in Al-Cu-Mg-(Ag) / R.W. Fonda, W.A. Cassada, G.J. Shiflet // *Acta metal. mater.* – 1992. – Vol. 40 – P. 2539-2546.
142. Ferry, M. Continuous and discontinuous grain coarsening in a fine-grained particle-containing Al-Sc alloy / M. Ferry, N.E. Hamilton, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 1097-1109.
143. Winther, G. Critical comparison of dislocation boundary alignment studied by TEM and EBSD: Technical issues and theoretical consequences / Winther G, Huang X, Godfrey A, Hansen N // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 4437-4446.

-
144. Godfrey, A. Scaling of the spacing of deformation induced dislocation boundaries / Godfrey A, Hughes D.A. // *Acta Mater.* – 2000. – Vol. 48. – P. 1897-1905.
145. Hughes, D.A. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations / Hughes D.A., Hansen N., Bammann D.J. // *Scr Mater.* – 2003. – Vol. 48. – P. 147-153.
146. Kaibyshev, R. Deformation behavior of a modified 5083 aluminum alloy / Kaibyshev R., Musin F., Avtokratova E., Motohashi Y. // *Mater Sci. Eng.* – 2005. – Vol. A392. – P. 373-379.
147. Beyerlein, I.J. Texture evolution in equal-channel angular extrusion / Beyerlein I.J., Toth L.S. // *Prog. Mater. Sci.* – 2009. – Vol. 54. – P. 427-510.
148. Li, S. Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: Comparison with simple shear / Li S., Beyerlein I.J., Bourke M.A.M. // *Mater. Sci. Eng.* – 2005. – Vol. A394. – P. 66-67.
149. Gazder, A.A. Microstructure and texture evolution of bcc and fcc metals subjected to equal channel angular extrusion / Gazder A.A., Dalla Torre F., Gu C.F., Davies C.H.J., Pereloma E.V. // *Mater Sci. Eng.* – 2006. – Vol. A415. – P. 126-139.
150. Toth L.S. Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field / Toth L.S., Massion R.A., Germain L., Baik S.C., Suwas S. // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – P. 1885-1898.
151. Li, S. Texture evolution during multi-pass equal channel angular extrusion of copper: Neutron diffraction characterization and polycrystal modeling / Li S., Beyerlein I.J., Alexander D.J., Vogel S.C. // *Acta Mater.* – 2005. – Vol. 53. – P. 2111-2125.
152. Winther, G. Dislocation structures. Part II. Slip system dependence / Winther G., Huang X. // *Philos. Mag.* – 2007. – Vol. 87. – P. 5215-5235.
153. Huang, X. Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence / Huang X., Winther G. // *Philos. Mag.* – 2007. – Vol. 87. – P. 5189-5214.
154. Winther, G. Modeling flow stress anisotropy caused by deformation induced dislocation boundaries / Winther G., Jensen D.J., Hansen N. // *Acta Mater.* – 1997. – Vol. 45. – P. 5059-5068.
155. Belyakov, A. New grain formation during warm deformation of ferritic stainless steel / Belyakov A., Sakai T., Kaibyshev R. // *Metall. Mater. Trans.* – 1998. – Vol. 29. – P. 161-167.
156. Barnett, M.R. The generation of new high-angle boundaries in aluminium during hot torsion / Barnett M.R., Montheillet F. // *Acta Mater.* – 2002. – Vol. 50. – P. 2285-2296.

-
157. Nieh, T.G. High strain rate superplasticity in a continuously recrystallized Al-6%Mg-0.3%Sc alloy / Nieh T.G., Hsiung L.M., Wadsworth J., Kaibyshev R. // *Acta Mater.* – 1998. – Vol. 46. – P. 2789-2800.
158. Gourdet, S. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium / Gourdet S., Montheillet F. // *Mater. Sci. Eng.* – 2000. – V. A263. – P. 274-288.
159. Pantleon, W. On the statistical origin of disorientations in dislocation structures / Pantleon W. // *Acta Mater.* – 1998. – V. 46. – P. 451-456.
160. Chang, C.P. Deformation induced grain boundaries in commercially pure aluminium / Chang C.P., Sun P.L., Kao P.W. // *Acta Mater.* – 2000. – Vol. 48. – P. 3377-3385.
161. Murr, E.L. Interfacial phenomena in metals and alloys / E.L. Murr. - Addison-Wesley, Reading. – 1975. – 330 p. – ISBN 020104885X
162. Raviprasad, K. Precipitation processes in an Al-2.5Cu-1.5Mg (wt. %) alloy microalloyed with Ag and Si / K. Raviprasad, C.R. Hutchinson, T. Sakurai, S.P. Ringer // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51. – P. 5037-5050.
163. Nagai, Y. Role of vacancy-solute complex in the initial rapid age hardening in an Al-Cu-Mg alloy / Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono, M. Hasegawa // *Acta Mater.* – 2001. – Vol. 49. – P. 913-920.
164. Deschamps, A. In situ evaluation of dynamic precipitation during plastic straining of an Al-Zn-Mg-Cu alloy / A. Deschamps, G. Fribourg, Y. Brechet, J.L. Chemin, C.R. Hutchinson // *Acta Mater.* – 2012. – Vol. 60. – P. 1905-1916.
165. A.D. Le Claire, in: O. Madelung (Ed.), *Landolt-Börnstein Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology.* - Springer-Verlag. – Berlin, 1990. – P. 85-212.
166. Dieter, G.E. *Mechanical metallurgy* / G.E. Dieter. - McGraw-Hill Book Company Limited. - London, 1988. – ISBN 0071004068
167. Новиков, И.И. Теория термической обработки / И.И. Новиков. – М.: Металлургия. – 1986. – 480 с.
168. Thompson, A.W. Identification of a fracture mode: The tearing topography surface / A.W. Thompson, J.C. Chesnutt // *Metall. Trans.* – 1979. – Vol. A10. – P. 1193-1196.
169. Schlesier, C. Strengthening of aluminium-lithium alloys by long-range ordered δ' -precipitates / C. Schlesier, E. Nembach // *Acta Metall. Mater.* – 1995. – Vol. 43(11). – P. 3983-3990.
170. Nie, J.F. Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys / J.F. Nie // *Scr. Mater.* – 2003. – Vol. 48. – P. 1009-1015.

-
171. Galy, D. Transmission electron microscopy study of plastic deformation in NiZr₂ / D. Galy, L. Boulanger // *J. Mater. Sci.* – 1995. – Vol. 30. – P. 1766–1771.
172. Chen, D. Local decomposition induced by dislocation motions inside tetragonal Al₂Cu compound: slip system-dependent dynamics / D. Chen, X.L. Ma // *Sci. Rep.* – 2013. – V. 3. – P. 3157-3162.
173. Oblak, J.M. Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO₂₂ γ' precipitates / J.M. Oblak, D.F. Paulonis, D.S. Duval // *Metall. Trans.* – 1974. – Vol. 5. – P. 143-153.
174. Nembach, E.. Order strengthening: recent developments, with special reference to aluminium-lithium-alloys / E. Nembach //, *Prog. Mater. Sci.* – 2000. – Vol. 45. – P. 275-338.
175. Ardell, A.J. Precipitation hardening / A.J. Ardell // *Metall. Trans.* – 1985. – Vol. 16A. – P. 2131-2165.
176. Li, Z.J. Anisotropy in rolled metals induced by dislocation structure / Z.J. Li, G. Winther, N. Hansen // *Acta Mater.* – 2006. – Vol. 54. – P. 401-410.