

На правах рукописи



Газизов Марат Разифович

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

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

БЕЛГОРОД – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»).

Научный руководитель:

Кайбышев Рустам Оскарович, доктор физико-математических наук, руководитель лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ».

Официальные оппоненты:

Бер Леонид Борисович, доктор технических наук, главный научный сотрудник, ОАО «Всероссийский институт лёгких сплавов», г. Москва;

Рохлин Лазарь Леонович, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, г. Москва.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «МАТИ – Российский государственный технологический университет имени К.Э. Циолковского», г. Москва.

Защита состоится 18 июня 2015 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» г. Москва, Ленинский проспект, д. 6, стр. 2, ауд. А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и на сайте www.misis.ru.

Автореферат разослан « ___ » _____ 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.132.08,
доктор физико-математических наук

 С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Развитие научно-технического прогресса в авиастроении приводит к ужесточению требований к технологическим и эксплуатационным свойствам термоупрочняемых алюминиевых сплавов. Алюминиевые сплавы системы Al-Cu-Mg-Ag являются перспективными авиационными материалами благодаря сочетанию высоких значений удельной статической прочности и жаропрочности. Характеристики жаропрочности данных сплавов 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, обусловлена тем, что легирование сплавов системы Al-Cu небольшим количеством магния (Mg) и серебра (Ag) (<0,6 масс. %) приводит к выделению при искусственном старении Ω -фазы (Al_2Cu , $Fm\bar{3}m$), 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. Когерентность плоских межфазных границ $(001)_{\Omega} // (111)_{\alpha}$ обеспечивается упорядоченными сегрегациями атомов Mg и Ag на второй и первой кристаллографических плоскостях, примыкающих к решетке алюминия, соответственно. 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 с достижением максимальной прочности происходит преимущественное выделение пластин θ' -фазы (Al_2Cu , $I4/m\bar{c}m$). Кроме того, частицы Ω -фазы обеспечивают уникальное сочетание трещиностойкости и прочности Al-Cu-Mg-Ag сплавов.

Известно, что в производстве листов из сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag используется термомеханическая обработка (ТМО) T8XX, где XX – степень холодной деформации, которая проводится между закалкой и старением. ТМО обеспечивает повышение прочностных характеристик при сохранении высокой трещиностойкости. В то же 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. Стоит отметить, что на момент постановки данной работы в открытой литературе сведения о режимах термомеханической обработки таких полуфабрикатов отсутствовали. В настоящее время разработаны методы пластической деформации, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП), которые позволяют подвергать массивные заготовки алюминиевых сплавов большим пластическим деформациям без изменения формы и получать в них как нагартованную, так и ультрамелкозернистую структуру. Однако для использования данного метода для повышения свойств термически упрочняемых алюминиевых сплавов необходимо подавление развития процессов возврата и рекристаллизации при нагреве под закалку. Это возможно реализовать за счет дополнительного микролегирования алюминиевых сплавов

такими элементами, как скандия (Sc) и циркония (Zr), что приводит к выделению в алюминиевой матрице при гомогенизационном отжиге дисперсных когерентных частиц β' -фазы ($\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$), 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 ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{\text{пл}}$), что способствует более равномерному формированию мелкозернистой структуры, а также подавляет развитие рекристаллизационных процессов при нагреве под закалку. Кроме того, дополнительное микролегирование германием (Ge) может уменьшить размер упрочняющих фаз, выделяющихся при старении. Систематические сведения о структуре, фазовом составе и свойствах сплавов Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками Sc, Zr и Ge на момент постановки данной работы в литературе практически отсутствовали. Данные о структуре и фазовом составе такого сплава после литья, гомогенизации и последующей ТМО, а также их влиянии на механические свойства необходимы для практического использования исследуемого материала.

Актуальность работы обусловлена тем, что впервые были получены систематические данные о структуре Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками Sc, Zr и Ge после литья и влияние на неё гомогенизационного отжига. Результаты эволюции микроструктуры в процессе пластической деформации с большими степенями и последующего термического воздействия позволили разработать способ повышения технологической пластичности полуфабрикатов из данного материала 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 позволило не только установить режимы обработки, которые обеспечивают высокую кратковременную прочность в сочетании с удовлетворительной пластичностью, либо высокую долговременную прочность и высокий предел ползучести, но и установить последовательность фазовых превращений при старении сильнодеформированного сплава системы Al-Cu-Mg-Ag. Было установлено влияние пластической деформации на процессы старения в исследуемом сплаве.

Результаты данной работы позволили создать целостную картину об изменениях в микроструктуре и фазовом составе Al-Cu-Mg-Ag сплава как после кристаллизации и последующем гомогенизационном отжиге, так и в процессе пластической деформации методами РКУП при промежуточных температурах, а также холодной прокатки и последующем старении. Полученные данные позволяют управлять структурой и механическими свойствами сплавов изучаемой системы. Фактически в процессе выполнения работы была 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 Sc, Zr и Ge.

Для достижения поставленной цели решали следующие **задачи**:

1 Изучить особенности формирования микроструктуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава в литом и гомогенизированном состояниях.

2 Оценить влияние 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 различных фаз на закономерности и механизмы формирования мелкозернистой структуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава в процессе деформации методом 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 ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).

Научная новизна:

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

2 Показано, что в процессе больших пластических деформаций Al-Cu-Mg-Ag сплава методом РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) процесс непрерывной динамической рекристаллизации (НДР) начинается благодаря формированию геометрически необходимых границ (ГНГ). С данным процессом связано формирование текстурных α - и β -волокон, тогда как быстрое увеличение среднего угла разориентировки границ, объемной доли рекристаллизованных зерен, плотности высокоугловых границ (ВУГ) коррелируют с появлением неустойчивых ориентаций между устойчивыми текстурными компонентами V_θ/\bar{V}_θ , что обеспечивает образование прерывистого γ -волокна.

3 Установлено, что пластическая деформация методом РКУП Al-Cu-Mg-Ag сплава при повышенных температурах приводит к ускорению распада ПТР и к трансформации Ω в θ -фазу по механизму *in situ* превращения. В процессе деформации РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$)

последовательность фазовых превращений имеет вид: ПТР→Ω→θ+S+β(MgAg)+U(AlMgAg)+(Ag). Такое изменение фазового состава сопровождается уменьшением прочности Al-Cu-Mg-Ag сплава в результате снижения вклада дисперсионного механизма упрочнения, несмотря на увеличение вклада зернограничного и деформационного механизмов упрочнений.

4 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 при комнатной температуре имеет вид: ПТР→зоны Гинье-Престона-Багаряцкого (ГПБ), а при 190°C: ПТР→Ω+S''→Ω+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.

5 Показано, что промежуточная пластическая деформация методом прокатки при комнатной температуре приводит к снижению сопротивления ползучести Al-Cu-Mg-Ag сплава при температуре 150°C. В состоянии Т840 падение пределов ползучести и длительной прочности при 150°C на базах испытания 100 и 1000 часов достигает 30-35%. Это связано с диспергированием пластин Ω-фазы, что облегчает трансформацию Ω→θ 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 Sc, Zr и Ge в литом и гомогенизированном состояниях обоснована целесообразность введения Zr в сплавы данной системы и показано, что введение Sc и Ge нецелесообразно.

Установлены режимы ТМО Al-Cu-Mg-Ag сплава для достижения максимальной прочности на растяжение – обработка Т840, или получения максимальных характеристик жаропрочности – обработка Т6.

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» (г. Уфа) и ФГБОУ ВПО УГАТУ (г. Уфа) «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 Sc, Zr и Ge после литья и гомогенизации.

2 Влияние термомеханических обработок, включающих промежуточную деформация 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 подготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на международных конференциях: 12th International Conference on Aluminum Alloys (Япония, 2010 г.); Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Китай, 2011 г.); 7th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (Канада, 2011 г.); Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении (г. Белгород, 2011 г.); Актуальные проблемы прочности (г. Екатеринбург, 2013 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (США, 2013 г.) и 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, 2014 г.).

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

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 176 наименований, изложена на 176 страницах, содержит 91 рисунок и 14 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулированы цель и задачи, а также обоснованы положения, выносимые на защиту, отмечена научная новизна и практическая ценность диссертационной работы.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние микролегирования на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплавов. Проанализированы имеющиеся

на сегодняшний день данные о структуре и морфологии Ω -фазы, механизме ее зарождения и роста, а также последовательности выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплавах в процессе старения. Описаны основные механизмы упрочнения алюминиевых сплавов после термомеханической обработки. Рассмотрено влияние промежуточной пластической деформации при комнатной температуре на фазовый состав Al-Cu-Mg-Ag сплавов после старения. Уделено внимание влиянию РКУП, как метода больших пластических деформаций, на эволюцию микроструктуры и фазового состава термоупрочняемых алюминиевых сплавов.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ обоснован выбор материала и методик исследований. В качестве материала исследования был выбран один из сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag с микродобавками Sc, Zr и Ge. Данный сплав первоначально был разработан в ОАО «ВИЛС» (г. Москва) (патенты RU 2226568, RU 2198952), а его скорректированный вариант был запатентован НИУ «БелГУ» (RU 2425165). Химический состав исследуемого сплава приведен в таблице 1. Данный сплав является оригинальной российской разработкой. Он обладает уникальным сочетанием как кратковременных, так и длительных прочностных характеристик при комнатной и повышенных температурах. Выбор данного сплава был обусловлен необходимостью получения систематических данных по влиянию литья, термической и термомеханических обработок на его структуру и механические свойства с целью практического применения данного материала в качестве конструкционного материала в авиационной промышленности. В то же время, закономерности, установленные в рамках диссертационной работы по данному сплаву, имеют универсальный характер и применимы для широкого спектра алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag.

Таблица 1 – Химический состав алюминиевого 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

Исходная термообработка (ТО) сплава состояла из двухступенчатой гомогенизации (360°C, 6 ч. + 510°C, 24 ч.). После гомогенизации цилиндрические заготовки были экструдированы при температуре ~400°C с Ø80 мм до Ø50 мм; степень деформации (ϵ) ~0,9...1,0.

Состояния исследуемого сплава, отличающиеся морфологией частиц различных фаз, были получены после обработки на твердый раствор (520°C, 1 ч.) и закалки в воду (состояние № 1), последующего отжига при 250°C в течение 5 ч. (состояние № 2) или при 380°C в течение 3 ч. (состояние № 3). РКУП при 250 и 300°C ($T \sim 0,4...0,5 T_{пл}$) выполняли в изотермическом штампе по маршруту V_C (после каждого прохода заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол +90°). Поперечное сечение каналов – 20×20 мм. Истинная степень деформации за один проход (ϵ) ~1. Скорость прессования – ~3 мм/с. Перед РКУП образцы сплава в состояниях № 1, 2 и 3 выдерживали при заданной температуре деформации в течение 10 минут.

Для исследования влияния ТМО, включающих промежуточную деформацию при комнатной температуре, были получены заготовки после обработки Т4, Т6, Т651 и Т8ХХ. Обработка Т4 включала обработку на твердый раствор, закалку и естественное старение, Т6 – закалку и искусственное

старение, Т651 – закалку, растяжение на 1% и искусственное старение при 190°C, Т8ХХ – закалку, деформацию растяжением до 10% или прокатку от 10 до 80% и старение при 190°C. Размер рабочей части образцов при растяжении составлял 16×3×1,5 мм, скорость растяжения – $\sim 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. При обработке Т8ХХ прокатку листов исследуемого сплава, имеющих различную исходную толщину (от 1,7 до 7,5 мм), проводили при комнатной температуре после закалки с 520°C в воду. Скорость прокатки составляла ~ 2 м/мин, степень обжатия – от ~ 10 до $\sim 80\%$; конечная толщина листов после прокатки была аналогична – 1,5 мм.

После различных режимов ТМО проводили (1) измерения микротвёрдости на приборе Wolpert 402MVD при нагрузке на индентор 2 Н в соответствии с ГОСТ 9450-76 и (2) испытание на растяжение при комнатной температуре на универсальной тестовой машине Instron 5882 в соответствии с ГОСТ 1497-84. Размер рабочей части плоских образцов на растяжение составлял 16×3×1,5 мм, начальная скорость деформации – $\sim 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Испытание на растяжение образцов вдоль главной оси последней деформации обозначали «L», а поперек – «T».

Испытания на ползучесть и длительную прочность при температуре 150°C были выполнены в соответствии с ГОСТ 3248-81 и ГОСТ 0145-81, соответственно, с использованием машин АТС-2330, оборудованных секционной печью. Размер рабочей части образцов на ползучесть составлял 25×7×3 мм.

Исследования эволюции микроструктуры и фазового состава образцов сплава проводили после различных режимов ТМО. Оптическую металлографию проводили с использованием микроскопа «Olympus GX71». Для исследования фазового состава в литом и гомогенизированном состояниях, эволюции микроструктуры после РКУП и анализа поверхностей разрушения (фрактография) использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) FEI Quanta 600FEG, оснащенный энергодисперсионным спектрометром (EDAX EDS) и системой анализа структуры и текстуры кристаллических материалов методом дифракции обратно отраженных электронов (electron back scatter diffraction, EBSD). Средний размер кристаллитов определяли по данным анализа карт EBSD в соответствии с ГОСТ 21073.3-75.

Исследования тонкой структуры проводили с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ JEOL JEM-2100, ПЭМ FEI TECNAI-G² с ускоряющими напряжениями 200 кВ). При анализе геометрических параметров частиц статистическая выборка составляла 300-400 измерений для каждого состояния сплава.

Рентгенофазовые исследования проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV на медном CuK_α излучении в интервале углов от 15 до 100°. Угловая скорость съёмки составляла 2°/мин. Анализ текстуры материала выполнили на дифрактометре ARL X'TRA, оснащённом CuK_α источником излучения, коллиматором обскуры (1,5 мм) и детектором Пельтье. Качественный и количественный анализ текстуры проводили с использованием программы MATLAB. Функции распределения ориентировок (ФРО) были

реконструированы по частичным полюсным фигурам, отснятым с дифракционных пиков от плоскостей $(111)_\alpha$, $(200)_\alpha$, $(220)_\alpha$, и $(311)_\alpha$ с использованием программы MTEX.

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) была выполнена с использованием прибора SDT Q600 фирмы «TA Instruments» на образцах размером $\varnothing 4 \times 1$ мм при постоянной скорости нагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$.

Исследование проводили на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ».

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрены особенности структуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками Sc, Zr и Ge после литья и гомогенизации. Методом РЭМ картирования элементного состава установлено, что легирование Sc и Zr не приводит к формированию сегрегаций Ag и Mg. Следовательно, легирование данными элементами не должно оказывать влияние на морфологию и распределение частиц Ω -фазы после искусственного старения. Следует также отметить, что Ag и Mg также не оказывают влияние на выделение частиц β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$) с когерентными границами. По этой причине кристаллизация Al-Cu-Mg-Ag и Al-Cu сплавов, содержащих Sc и Zr, является типичной.

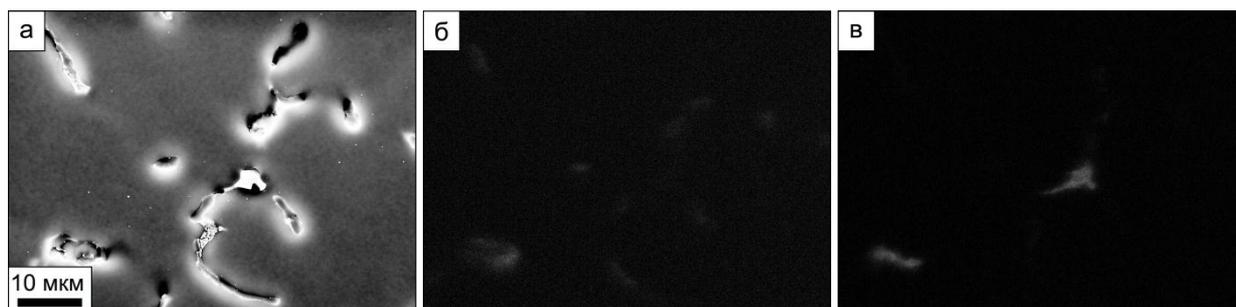


Рисунок 1 – Снимок РЭМ микроструктуры сплава в литом состоянии (а) и распределение Sc (б) и Ge (в) в выбранной области энергодисперсионного анализа

Обнаружены следующие особенности эволюции структуры Al-Cu-Mg-Ag сплава:

1 В литом сплаве не происходит формирование грубых частиц β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$) с некогерентными межфазными границами (рис. 1 а, б). Методом ПЭМ установлено, что наноразмерные когерентные частицы β' -фазы выделяются при гомогенизации исследуемого сплава (рис. 2).

2 Картирование элементного состава образцов сплава показывает, что частицы кристаллизационной θ -фазы обогащаются Sc (рис. 1 а,б), что приводит к выделению W-фазы в теле частиц θ -фазы и на межфазных границах $\theta/(\text{Al})$ в процессе гомогенизации (рис. 3 а,б, 4). Данное явление уменьшает количество Sc, который находится в твердом растворе или сегрегирует в частицах θ -фазы в процессе кристаллизации сплава. Как результат, имеет место образование зон свободных от когерентных частиц β' -фазы, вокруг грубых включений W-фазы.

Установлено, что энергия Гиббса для W-фазы меньше, чем для β' -фазы. По этой причине, методом рентгенофазового анализа выявлено увеличение объемной доли частиц W-фазы после двухступенчатой гомогенизации (рис. 4).

Данные частицы W-фазы поглощают Sc из ПТР, сформировавшегося в результате растворения наноразмерных частиц β' -фазы по схеме Гиббса-Томсона.

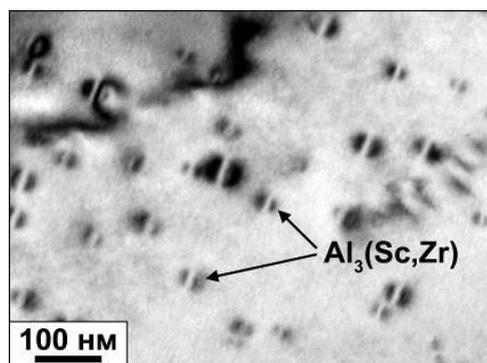


Рисунок 2 – Выделение частиц β' -фазы после гомогенизации

В результате использования энергодисперсионного анализа получено распределение элементов, показывающее, что добавление Ge в Al-Cu-Mg-Ag сплав приводит к выделению в процессе литья частиц фазы Mg_2Ge (рис. 1 в), которые не растворяются при последующем гомогенизационном отжиге (рис. 3 в). По этой причине введение Ge в Al-Cu-Mg-Ag сплавы для увеличения дисперсности частиц основных фаз-упрочнителей после старения нецелесообразно.

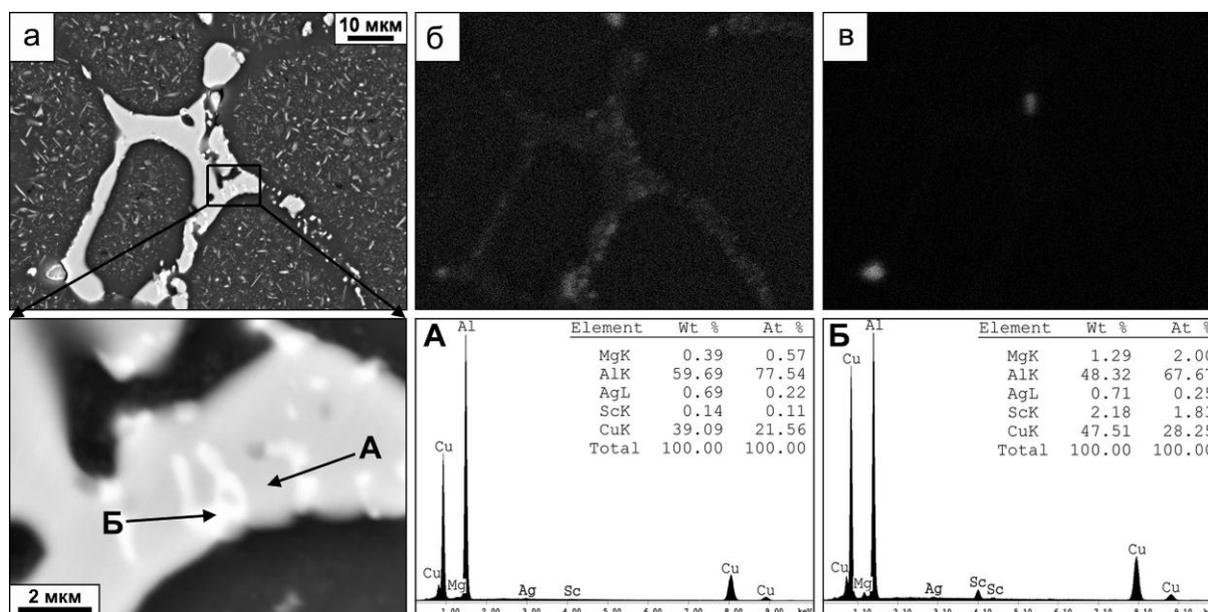


Рисунок 3 – Снимок РЭМ микроструктуры сплава в гомогенизированном состоянии (а) и распределение Sc (б) и Ge (в) в выбранных областях энергодисперсионного анализа

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ рассмотрена эволюция микроструктуры и фазового состава Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками Sc, Zr и Ge в процессе ТМО, включающей промежуточную деформацию при комнатной и повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).

Промежуточная пластическая деформация при комнатной температуре и последующее старение. Методами ПЭМ установлено, что последовательность выделения фаз при старении Al-Cu-Mg-Ag сплавов после закалки с последующей холодной деформацией, представленная в литературе, была существенно упрощена. Очевидно, что выделение Ω - и S-фаз (Al_2CuMg) происходит независимо через последовательность выделения метастабильных фаз, и по этой причине они должны рассматриваться отдельно друг от друга. Методом ПЭМ установлено, что основным процессом эволюции микроструктуры при холодной

пластической деформации является непрерывное повышение плотности дислокаций (ρ_d) от $\sim 2 \times 10^{12} \text{ м}^{-2}$ после закалки, до $\sim 1,8 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ после растяжения со степенью 7% и далее до $\sim 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ после прокатки со степенью обжатия 80%. Кроме того, обнаружено, что при прокатке со степенями обжатия более 40% формируются деформационные полосы.

С использованием методов ПЭМ была установлена следующая последовательность выделения фаз в Al-Cu-Mg-Ag сплаве после промежуточной деформации от 1 до 80% в процессе старения при комнатной температуре:



и при 190°C:

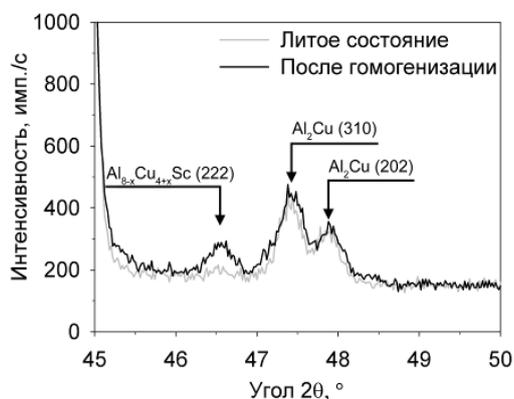
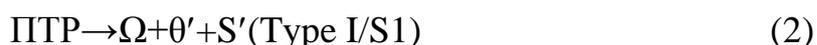


Рисунок 4 – Дифрактограммы, полученные с образцов сплава после литья и гомогенизации

Пластическая деформация приводит к растворению кластеров Mg-Ag с медью (Cu). Известно, что при обработке Т6 (без промежуточной пластической деформации) на данных кластерах образуются зоны ГП, которые затем трансформируются в пластины Ω -фазы, имеющие толщину ~ 1 и длину ~ 20 нм в теле зерен. При пластической деформации серебро возвращается в твердый раствор, что существенно замедляет скорость всех диффузионных процессов. В

представленной работе не были получены

прямые доказательства формирования кластеров Cu-Mg. Однако, был получен ряд косвенных доказательств, указывающих на возможность образования данных кластеров. Во-первых, измерение микротвердости образцов сплава показало, что имеет место четко выраженная начальная стадия упрочнения при естественном старении после относительно длительной выдержки. Во-вторых, методом дифракции в ПЭМ установлено, что имеет место выделение зон ГПБ, в которые, согласно современным представлениям, трансформируются кластеры Cu-Mg. Кластеры Cu-Mg без серебра не могут выступать в роли фазы-прекурсора для последующего выделения Ω -фазы. Очень тонкие пластины Ω -фазы гомогенно выделяются из ПТР после промежуточной холодной деформации по механизму гомогенного зарождения. По этим причинам промежуточная деформация растяжением на 1% приводит к сильным изменениям дисперсности пластин Ω -фазы. Длина пластин увеличивается с ~ 20 нм до ~ 50 нм без изменения толщины. Как известно, повышение отношения длины к толщине (коэффициента формы) способствует существенному повышению прочности материала. В процессе старения при 190°C формирование частиц Ω -фазы приводит к растворению зон ГПБ, которые образовались во время выдержки образцов при комнатной температуре, в соответствии со схемой Гиббса-Томсона.

Установлено, что скользящие дислокации захватывают в процессе своего движения атомы Cu, что приводит к формированию на дислокациях зон ГП или θ' -

фазы при естественном или искусственном старении, соответственно, после промежуточной деформации. К тому же, дислокации также захватывают атомы Mg и Ag. Это приводит к формированию частиц S-фазы (Type I/S1) и Ω -фазы на дислокациях и границах деформационных полос, соответственно, в процессе искусственного старения. После прокатки на 60-80% и старения при 190°C с достижением максимальной прочности пластины Ω -фазы, имеющих толщину ~2,3 нм и длину ~25 нм, и выделяющихся по границам деформационных полос, имеют характерные структурные признаки. Методом высокого разрешения в ПЭМ установлено, что часть плоской межфазной границы Ω -фазы имеет полукогерентную структуру, что способствует ускоренному утолщению данных пластин в результате интенсивной миграции выступов вдоль плоской поверхности (рис. 5). Данный процесс роста в конечном счете приводит к *in situ* превращению 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, который рассмотрен далее более подробно.

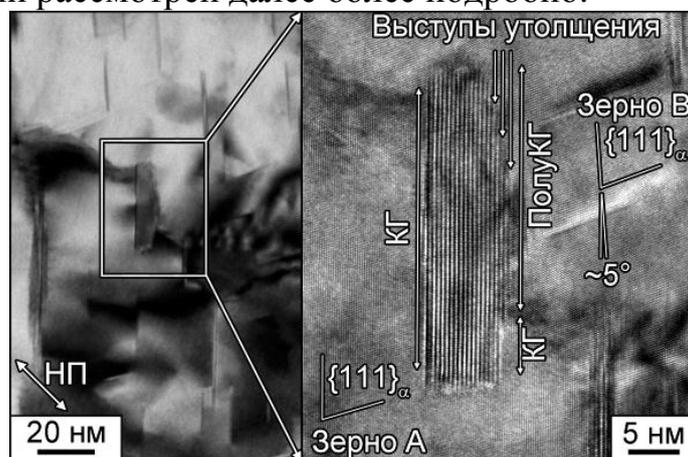


Рисунок 5 – Снимок высокого разрешения в ПЭМ пластины Ω -фаз на МУГ.

НП – направление прокатки, КГ – когерентная граница

Эволюция микроструктуры в процессе РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$). Методами ПЭМ и РЭМ установлено, что формирование 3D сетки малоугловых границ (МУГ) при малых степенях деформации, контролирует скорость и полноту прохождения НДР в процессе измельчения зеренной структуры. При повышенных температурах 3D сетка МУГ в исходных крупных зернах может формироваться по двум механизмам. Во-первых, 3D сетка МУГ может формироваться в результате одновременного образования пересекающихся деформационных полос, окруженных ГНГ. Одновременное образование двух или более семейств деформационных полос во взаимно пересекающихся плоскостях одного крупного зерна приводит к появлению новых рекристаллизованных зерен в местах их пересечения. Во-вторых, 3D сетка МУГ может формироваться в результате образования разных семейств деформационных полос в процессе последовательного повторения проходов РКУП с поворотом заготовки. При однократном проходе РКУП происходит формирование только одного семейства деформационных полос. Однако, маршрут B_C с поворотом заготовки обеспечивает такое

изменение положения плоскости сдвига в каждом последующем проходе, что при каждом новом проходе формируются деформационные полосы, пересекающиеся с деформационными полосами, которые образовались при предыдущем проходе. Их пересечение также приводит к формированию новых рекристаллизованных зерен. Установлено, что соотношение между данными механизмами эволюции микроструктуры в термоупрочняемых алюминиевых сплавах определяется природой и распределением частиц, а также кристаллографической ориентацией исходных крупных зерен относительно плоскости сдвига матрицы РКУП.

Методами ПЭМ и EBSD в РЭМ установлено, что распределение, размер и природа частиц различных фаз оказывает сильное влияние как на формирование объемной сетки ГНГ, так и на последующий процесс увеличения угла их разориентировки, что приводит к трансформации МУГ в ВУГ. Анализ полученных данных кристаллографической текстуры показал, что система скольжения $\{111\}\langle 11\bar{0}\rangle$ является активной во всех трех состояниях сплава (№ 1, 2 и 3). Частицы различных фаз и ориентировка исходных зерен оказывает сильное влияние на локализацию дислокационного скольжения в плоскостях типа $\{111\}_\alpha$, а также определяет возможность образования более чем одного семейства ГНГ при однократном проходе РКУП. С увеличением температуры деформации от 250°C до 300°C данный эффект становится менее выраженным.

Методом ПЭМ установлено, что в сплаве, как обработанном исходно на ПТР (состояние № 1), так и после длительного старения при 250°C (состояние № 2), пластины Ω -фазы с когерентными/полукогерентными границами присутствуют перед началом деформации. Пластическая деформация требует больших касательных напряжений для перерезания пластин Ω -фазы. После однократного перерезания дислокациями пластин Ω -фазы происходит снижение касательных напряжений, необходимых для скольжения последующих дислокаций в плоскости перерезания. Данный факт обуславливает сильную локализацию дислокационного скольжения при однократном проходе РКУП в одной конкретной плоскости типа $\{111\}_\alpha$. Как результат, плоские ГНГ формируются в крупном зерне параллельно одной плоскости типа $\{111\}_\alpha$, а во всем объеме материала наблюдается острая кристаллографическая текстура, причем большинство зерен принимают стабильные ориентации, относящиеся к текстурным α - и β -волокам.

Формирование объемной сетки ГНГ по второму механизму может происходить только через активацию дислокационного скольжения в различных некопланарных плоскостях типа $\{111\}_\alpha$. Как было установлено, после однократного первичного перерезания пластины Ω -фазы последующие дислокации имеют тенденцию скользить в одной плоскости, что приводит к локализации скольжения в существующих деформационных полосах, несмотря на смену направления сдвига. Данный факт затрудняет сохранение у кристаллов устойчивых ориентаций: непрерывные текстурные α - и β -волока не формируются при втором и последующих проходах прессования. Кристаллиты принимают неустойчивые ориентации между стабильными текстурными компонентами B_θ/\bar{B}_θ , принадлежащих γ -волокну. Таким образом,

дисперсные частицы различных фаз с когерентными/полуккогерентными межфазными границами, способствуют сильной локализации в одной плоскости типа $\{111\}_\alpha$ с относительно низкой величиной фактора Тейлора и препятствуют формированию 3D сетки МУГ в исходных крупных зернах в ходе РКУП при 250 и 300°C.

Методами ПЭМ и РЭМ обнаружено, что интенсивное формирование различных семейств ГНГ в некомпланарных плоскостях типа $\{111\}_\alpha$ начинается только после фрагментации пластин Ω -фазы с их последующей сфероидизацией и трансформацией в труднодеформируемые частицы θ -фазы сферической формы при $\varepsilon > 3$. Однако, мелкодисперсные частицы θ -фазы также играют роль барьеров для образования новых ГНГ в некомпланарных плоскостях, поскольку их невозможно перерезать, а движение дислокации в плоскостях локализованного скольжения в обход затруднительно из-за большой плотности (шт/м³) выделившихся частиц. По этой причине полностью рекристаллизованная структура в состояниях № 1 и № 2 сплава не формируется даже при $\varepsilon \sim 12$. В материале, обработанном на ПТР (состояние № 1), пластины Ω -фазы тоньше и их фрагментация завершается при меньших степенях деформации, что позволяет сформировать 3D сетку МУГ и ВУГ в большинстве исходных зерен при $\varepsilon \sim 4$. Данный процесс сопровождается образованием γ -волокна, которое соединяет стабильные текстурные компоненты V_θ/\bar{V}_θ за счет неустойчивых промежуточных ориентаций при $\varepsilon \sim 4$. Установлено, появление 3D сетки МУГ возможно только в кристаллах, которые имеют ориентацию, близкую к компонентам V_θ/\bar{V}_θ .

В состоянии № 2, состаренном при 250°C, при $\varepsilon \geq 2$ формирование новых ГНГ в результате развития механизма НДР не происходит в кристаллитах с ориентацией, принадлежащей α -волокну. Возможно, скольжение идет вдоль существующих ГНГ, что не позволяет сформироваться α -волокну после относительно больших степеней деформации, поскольку требуется поворот на угол более 70° одной плоскости типа $\{111\}_\alpha$, в которой скольжение происходило при первом проходе. В состояниях №1 и № 2, формирование новых кристаллитов прямоугольной формы частично связано с пересечением деформационных полос, окруженных ГНГ.

В сплаве, содержащем крупные некогерентные частицы термодинамически равновесных фаз после гетерогенизации (состояние № 3), методами ПЭМ и EBSD в РЭМ установлено, что 3D сетка МУГ формируются уже после одного прохода по первому механизму эволюции микроструктуры в зернах, имеющих ориентацию, близкую к V_θ/\bar{V}_θ компонентам и соответствующему текстурному γ -волокну. В зернах с ориентациями, соответствующими текстурным α - и β -волокнам, формируется сетка МУГ с ярко выраженным одним семейством ГНГ. Таким образом, в состоянии № 3 сплава механизм НДР сопровождается образованием всех трех текстурных волокон: α , β и γ . Формирование плоских ГНГ, появление 3D сетки МУГ и трансформация МУГ в ВУГ протекают одновременно, но в кристаллитах, имеющих различную ориентацию относительно плоскости/направления сдвига матрицы РКУП. Одновременное протекание данных процессов позволяет получить полностью

рекристаллизованную структуру в материале после $\varepsilon \sim 12$. В состоянии № 3 сплава непрерывное γ -волокно существует до $\varepsilon \sim 4$, пока формируется 3D сетка МУГ и ВУГ во всем объеме материала. В интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 2 \dots 8$ образование текстурных α - и β -волокон не наблюдается. По всей видимости, данный факт связан с преобладанием первого механизма эволюции микроструктуры. Таким образом, ориентации зерен, принадлежащие к α -волокну, благоприятствуют образованию лишь одного семейства ГНГ. Ориентации, близкие к текстурным компонентам V_θ/\bar{V}_θ , соответствующие γ -волокну, обеспечивают образование равномерной 3D сетки МУГ по всему объему материала и их быструю трансформацию в ВУГ с увеличением степени деформации.

Влияние пластической деформации при повышенных температурах на последовательность выделения фаз. Известно, что пластины Ω -фазы эффективно сопротивляются коагуляции во время статического отжига (длительного старения) при температурах $< 250^\circ\text{C}$ из-за относительно низкой энергии плоской межфазной границы $(001)_\Omega // (111)_\alpha$, имеющей когерентную структуру. Известно, что последовательность выделения фаз при искусственном старении в Al-Cu-Mg-Ag сплавах с соотношениями Cu/Mg=8...10 и Cu/Ag \approx 10 (в масс. %) имеет вид:



Последняя стадия протекает при $\geq 250^\circ\text{C}$ с низкой скоростью, поскольку реализуется по механизму независимого зарождения θ -фазы с последующим растворением частиц Ω -фазы. Методом дифракции в ПЭМ установлено, что РКУП многократно ускоряет процесс растворения метастабильных фаз за счет изменения механизма превращения $\Omega \rightarrow \theta$ -фаза на *in situ* трансформацию в результате поворота кристаллической решетки частицы Ω -фазы (рис. 6). Данный факт объясняет главную особенность θ -фазы, которая выделяется во время РКУП, – отсутствие ориентационного соотношения (ОС) с матрицей из-за поворота кристаллической решетки диспергированных частиц Ω -фазы. Кроме того, изменяется обычная последовательность выделений, которая имеет место в Al-Cu-Mg-Ag сплавах при статическом искусственном старении.

Методом ПЭМ обнаружено, что РКУП оказывает незначительное влияние на выделение частиц Ω -фазы из ПТР (состояние № 1), что проявляется лишь в ускорении данного процесса. Нагрев до температуры деформации сплава, обработанного на ПТР, способствует формированию сегрегаций (кластеров) из атомов Mg и/или Mg/Ag, которые являются местами гетерогенного зарождения частиц Ω -фазы. Известно, что выделение пластин Ω -фазы при повышенной температуре происходит достаточно быстро.

Методом высокого разрешения в ПЭМ обнаружено, что при малых степенях деформации РКУП в сплаве, закаленном на ПТР (состояние № 1), также происходит гетерогенное зарождение и рост на дислокациях и пластинах Ω -фазы незначительного количества частиц S-фазы, которые имеют форму реек с плоскостью габитуса $\{210\}_\alpha // \{010\}_\text{S}$ и главную ось реек $[110]_\text{S} // \langle 112 \rangle_\alpha$. Последующее увеличение степени деформации приводит к потере ОС S-фазы с матрицей и изменению формы частиц на равноосную.

Было высказано предположение, что различие механизмов трансформации $\Omega \rightarrow \theta$ и/или гетерогенного зарождения и роста S-фазы на Ω -фазе по схеме Гиббса-Томсона возможно связано с диффузионными потоками атомов Mg, Cu и Ag. Указанные диффузионные процессы могут быть ускорены после деформации в результате повышения плотности дислокаций, которые приводят к увеличению вклада от диффузии по дислокационным трубкам. Основной причиной высокой скорости трансформации $\Omega \rightarrow \theta$ при РКУП, по сравнению со статическим старением при аналогичной температуре, является поворот кристаллической решетки диспергированных частиц Ω -фазы при деформации (рис. 6). В то же время, методами картирования элементного состава и дифракции в ПЭМ установлено, что *in situ* трансформация приводит к появлению содержащих Mg и Ag частиц, таких фаз как $\beta(\text{MgAg})$ и U вместо дисперсных частиц Ω -фазы. θ -фаза, содержащая Mg и Ag, является нестабильной при 250°C, что приводит к ее замещению фазами $\beta(\text{MgAg})$ и $\text{U}(\text{AlMgAg})$.

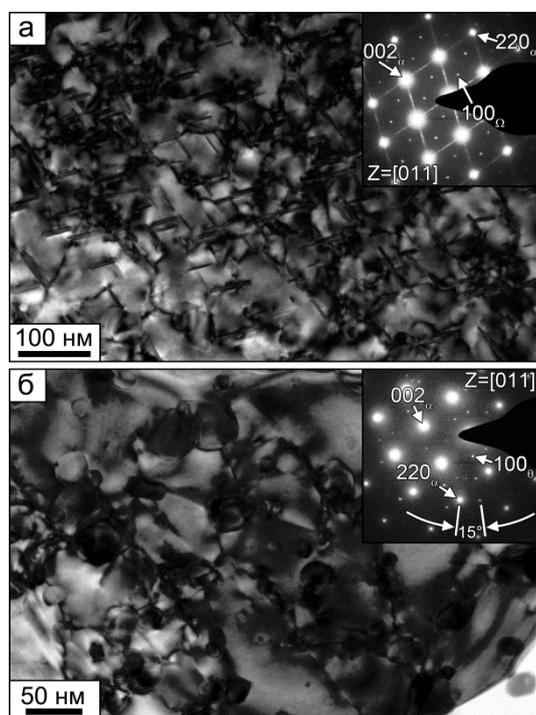
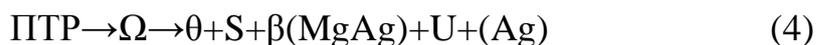


Рисунок 6 – Снимки ПЭМ частиц Ω -фазы после закалки и РКУП при 300°C: $\varepsilon \sim 1$ (а) и $\varepsilon \sim 8$ (б). Ось зоны $Z=[011]_{\alpha}$

С помощью методов ПЭМ и рентгенофазового анализа доказано, что $\beta(\text{MgAg})$ -фаза сосуществует с θ - и S-фазами после продолжительной выдержки при 250°C и, по этой причине, может рассматриваться как термодинамически равновесная фаза. Также обнаружено гетерогенное выделение частиц (Ag)-фазы после продолжительной выдержки при температуре деформации. Данный факт свидетельствует, что (Ag)-фаза также является продуктом распада Ω -фазы и может рассматриваться как термодинамически равновесная фаза. Таким образом, в результате комплексного анализа фазового состава установлено, что для сплава, как обработанного на ПТР (состояние № 1), так и для предварительно отожжённого при 250°C (состояние № 2), последовательность выделения фаз в процессе деформации при $T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$

может быть представлена как:



Последняя стадия фазовых превращений проходит быстрее в состоянии № 1 сплава и требует меньшего количества проходов РКУП, поскольку утолщенные пластины в состоянии № 2, как правило, более эффективно сопротивляются перерезанию, и для их фрагментации требуется большее количество дислокаций по сравнению с тонкими пластинами в состоянии № 1. Сдвиг отдельных участков пластин приводит к формированию вдоль плоской межфазной границы ступенек (выступов), имеющих некогерентную структуру.

Установлено, что расстояние между ступеньками (выступами), формирующихся в результате перерезания пластин, обратно пропорционально температуре деформации. Методом высокого разрешения в ПЭМ установлено, что частицы Ω -фазы, имеющие большую плотность ступенек вдоль плоской межфазной границы, теряют уникальную способность сопротивления коагуляции после больших степеней пластической деформации при повышенных температурах. Свободная энергия пластин Ω -фазы значительно увеличивается при появлении протяженных межфазных границ, имеющих некогерентную структуру, что приводит к развитию процессов как их коагуляции, так и последней стадии в последовательности фазовых превращений (4) при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$).

Стабильность рекристаллизованной структуры при нагреве до температур закалки. Методом EBSD анализа обнаружено, что при обработке на твердый раствор Al-Cu-Mg-Ag сплава после 12 проходов РКУП при 300°C наблюдается аномальный рост зерен – вторичная рекристаллизация. Показано, что температура начала развития вторичной рекристаллизации составляет $\sim 480^\circ\text{C}$, ниже которой имеет место собирательная рекристаллизация. Установлено, что размер кристаллитов в процессе собирательной рекристаллизации при 480°C в течение 1 часа увеличивается с ~ 1 мкм до ~ 3 мкм. С повышением температуры до 500°C доля вторично рекристаллизованных зерен существенно увеличивается, однако в структуре сохраняются отдельные области, имеющие мелкозернистую структуру. Таким образом, полученное неравномерное распределение наноразмерных частиц β' -фазы ($\text{Al}_3\text{Sc}/\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$) после гомогенизации не способно обеспечить стабильность мелкозернистой структуры к рекристаллизации в исследуемом сплаве при обработке на твердый раствор для последующей закалки и старения.

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ рассмотрены механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава после ТМО, включающей большие пластические деформации, а также оценены вклады различных механизмов упрочнения в общую прочность материала.

Влияние холодной пластической деформации и последующего старения на механические свойства Al-Cu-Mg-Ag сплава. Показано, что механические свойства на растяжение Al-Cu-Mg-Ag сплавов после старения имеют немонотонную зависимость от степени деформации при комнатной температуре. После старения основной вклад в прочность сплава обеспечивает дисперсионное упрочнение, обусловленное пластинами Ω -фазы. Показано, что вклад дисперсионного механизма упрочнения от пластин Ω -фазы в теле зерен/субзерен не зависит существенно от степени промежуточной деформации при комнатной температуре. Роль частиц S-фазы в упрочнении сплава незначительна из-за незначительной их объемной доли.

Промежуточная деформация и последующее старение с достижением максимальной прочности изменяют вклады различных механизмов упрочнения. По влиянию на механические свойства можно выделить три характерных интервала степеней промежуточной деформации (рис. 7а). Первый, при $\leq 10\%$, где увеличение плотности дислокаций компенсируется уменьшением

плотности выделения (N_V , шт/м³) пластин Ω -фазы. Известно, что эффект упрочнения от пластин Ω -фазы увеличивается с увеличением коэффициента формы пластин. Уменьшение величины N_V для пластин Ω -фазы значительно снижает их способность к упрочнению сплава из-за существенного увеличения длины свободного пробега дислокаций, скользящих в плоскостях $\{111\}_\alpha$. Второй, при 10-40%, когда наблюдается существенное повышение предела текучести, является результатом увеличения плотности дислокаций, а также выделения θ' - и S' -фаз на дислокациях. Третий, при $\geq 40\%$, где вклад в упрочнение от Ω -фазы в общую прочность сплава уменьшается в результате утолщения пластин, которые располагаются на границах деформационных полос. Снижение вклада дисперсионного механизма упрочнения компенсируется увеличением вклада механизма деформационного упрочнения, связанного с повышенной плотностью дислокаций. Кроме того, при $\geq 40\%$, когда происходит формирование деформационных полос, также увеличивается роль зернограничного механизма упрочнения в повышении прочности сплава. Следует также отметить, что формирование преимущественно ориентированных деформационных полос приводит к повышению степени анизотропии механических свойств, которая связана как с кристаллографической текстурой, так и, главным образом, с выделением по границам полос грубых пластин Ω -фазы. Совокупность трех механизмов упрочнения (дислокационного, зернограничного и дисперсионного), приводит к существенному повышению предела текучести и временного сопротивления Al-Cu-Mg-Ag сплава в интервале степеней обжата 10-40% и последующем искусственном старении (рис. 7а). Таким образом, оптимальной ТМО для достижения максимальной прочности на растяжение при комнатной температуре является обработка T840. Данная обработка позволяет сохранить дисперсность пластин Ω -фазы и обеспечить низкую степень анизотропии прочностных свойств по сравнению с обработкой T880.

Анализ кривых ползучести при повышенных температурах показал, что с увеличением степени промежуточной деформации (обработки T651 и T8XX) имеет место снижение пределов ползучести и пределов длительной прочности (рис. 7б). Деградация свойств сопротивления ползучести даже после малых степенях промежуточной пластической деформации является результатом повышенной плотности дислокаций, которые ускоряют диффузионные процессы перераспределения легирующих элементов между основными фазами-упрочнителями в процессе выдержки при повышенных температурах (до 150°C). Данные диффузионные процессы приводят к огрублению пластин Ω -фазы по границам зерен/субзерен и ее трансформации по схеме Гиббса-Томсона в частицы θ' - и θ -фаз. Максимальное сопротивление ползучести обеспечивает обработка T6, поскольку после нее пластины Ω -фазы обладают максимальным сопротивлением коагуляции и превращению в θ -фазу.

Влияние пластической деформации методом РКУП на механические свойства. В рамках данной работы оценены вклады различных механизмов упрочнения: твердорастворного, дислокационного, зернограничного и дисперсионного после деформации при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) для состояния №1 сплава (рис. 8, таблица 2). При анализе

дисперсионного механизма упрочнения учитывали морфологию частиц и пространственную ориентацию частиц пластинчатой формы относительно плоскости скольжения дислокаций (модели А и В, рис. 8). В интервале $\varepsilon \sim 1 \dots 2$ имеет место формирование кластеров атомов легирующих элементов, величина вклада от формирования которых составляет ~ 200 МПа. Известно, что высокая плотность выделения кластеров требует дополнительного существенного увеличения напряжений для движения дислокаций в матрице. В интервале $\varepsilon \sim 4 \dots 12$ отклонение расчетных величин от экспериментальных значений составляет $\pm 10\%$.

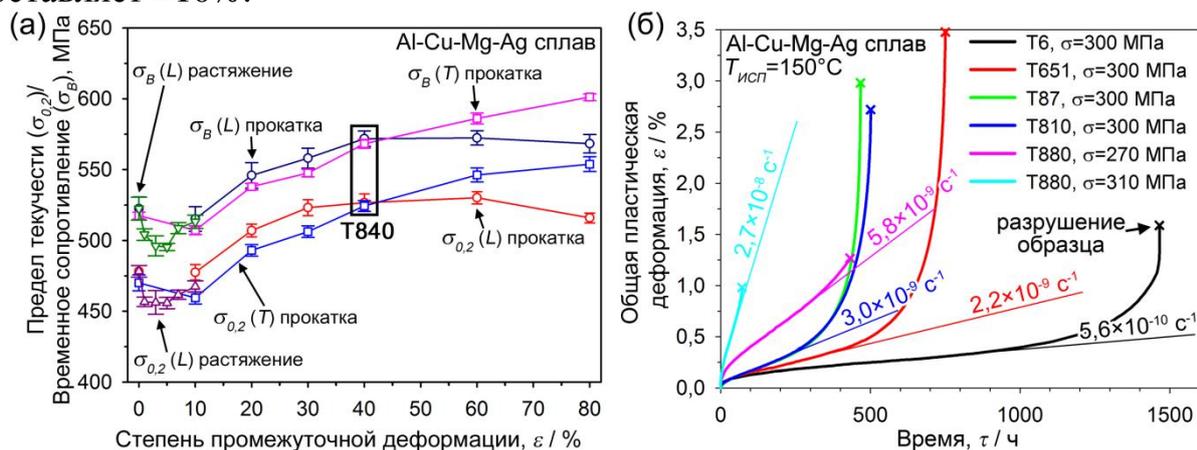


Рисунок 7 – Влияние степени промежуточной деформации методом одноосного растяжения или прокатки на прочностные свойства при растяжении и сопротивление ползучести Al-Cu-Mg-Ag сплава после старения при 190°C в течение 2 ч

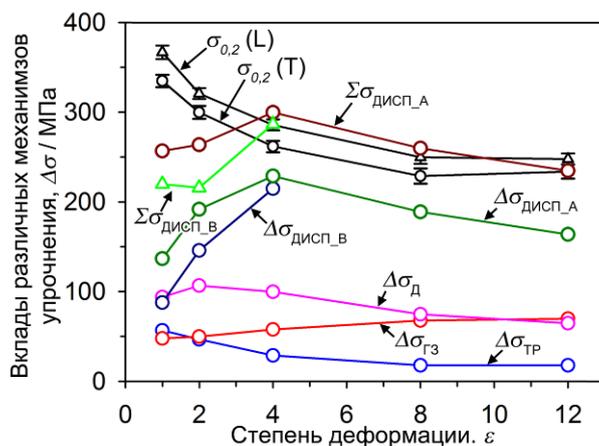


Рисунок 8 – Изменение вкладов различных механизмов упрочнения в процессе РКУП при 250°C состояния №1 сплава. Механизмы упрочнения: $\Delta\sigma_{ТР}$ – твердорастворный; $\Delta\sigma_{Д}$ – дислокационный; $\Delta\sigma_{ГЗ}$ – зернограничный; $\Delta\sigma_{дисп_А}$ – дисперсионный по модели А (огибание частиц); $\Delta\sigma_{дисп_В}$ – дисперсионный по модели В (перерезание частиц); $\Sigma\sigma_{дисп_А}/\Sigma\sigma_{дисп_В}$ – суммарные расчетные пределы текучести, учитывающие вклады $\Delta\sigma_{дисп_А}$ и $\Delta\sigma_{дисп_В}$, соответственно; $\sigma_{0,2}(L)/\sigma_{0,2}(T)$ – физические пределы текучести в направлении L и T, соответственно

Обнаружено, что вклад от дисперсионного механизма упрочнения значительно превосходит вклады в упрочнение от границ зерен, повышенной плотности дислокаций и твердого раствора во всем интервале степеней деформации при РКУП. Отмечено, что с увеличением степени деформации при

РКУП имеет место тенденция снижения прочности сплава. Данный эффект происходит одновременно со следующими явлениями: (1) трансформацией частиц пластинчатой формы в сферические частицы, что по результатам расчетов приводит к уменьшению вклада от дисперсионного механизма упрочнения, а также (2) повышением доли ВУГ и увеличением вклада от зернограничного механизма упрочнения. На основании полученных результатов расчетов следует, что применение больших пластических деформаций при повышенных температурах является неэффективным технологическим способом повышения прочности термоупрочняемых алюминиевых сплавов только за счет формирования равномерной мелкозернистой структуры. Даже если мелкозернистая структура сохраняется после нагрева Al-Cu-Mg-Ag сплава до температур обработки на твердый раствор и последующей закалки, то вклад от зернограничного механизма упрочнения будет ничтожно мал по сравнению с упрочнением от мелкодисперсных частиц после старения с достижением максимальной прочности.

Таблица 2 – Общие формулы расчета вкладов различных механизмов упрочнения

Механизм упрочнения		Формула расчета вклада
Сила Пайерлса		10 МПа
Твердорастворный		$\Delta\sigma_{\text{ТР}} = \sum_i H_i C_i^m$, C_i – концентрация легирующего i -го компонента, равномерно распределенного в матрице, H_i – константа для i -го компонента, $m = 0,5 \dots 0,75$ – коэффициент
Зернограничный		$\Delta\sigma_{\text{ГЗ}} = [K_{\text{МУГ}}\sqrt{(1 - f_{\text{ВУГ}})} + K_{\text{ВУГ}}\sqrt{f_{\text{ВУГ}}}] \times d^{-m}$, K – константа, зависящая от типа границ зерен, d – средний размер структурных элементов (кристаллитов), показатель степени $m = 1/2$, $f_{\text{ВУГ}}$ – доля высокоугловых границ
Дислокационный		$\Delta\sigma_{\text{Д}} = M\alpha Gb\sqrt{\rho_{\text{Д}}}$, M – фактор Тейлора ($M=3,06$), α – постоянная, G – модуль сдвига материала, b – вектор Бюргерса, $\rho_{\text{Д}}$ – плотность дислокаций в теле зерен
Дисперсионный	Недеформируемые частицы	$\Delta\sigma = M \left\{ \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \right\} \left\{ \frac{1}{\left(C \sqrt{\frac{\pi}{6f} - \frac{\pi}{4}} \right) d_t} \right\} \left\{ \ln \frac{\pi d_t}{4r_0} \right\}$, G – модуль сдвига матрицы, ν – коэффициент Пуансона, d_t – диаметр частиц, r_0 – радиус ядра дислокации, C – константа
	Деформируемые частицы	$\Delta\sigma = M \left(\frac{2}{b\sqrt{\Gamma}} \right) \left(\frac{1}{L_p} \right) \left(\frac{F}{2} \right)^{3/2}$, Γ – сила линейного натяжения дислокации в матрице, L_p – среднее расстояние между центрами частиц в плоскости скольжения дислокации, F – сила сопротивления частиц деформированию
Расчет суммарного вклада		$\sum \sigma_{0,2} = \sigma_0 + \Delta\sigma_{\text{ТР}} + (\Delta\sigma_{\text{Д}}^m + \Delta\sigma_{\text{ГЗ}}^m + \Delta\sigma_{\text{Ч}}^m)^{1/m}$, $m=1,71$

ВЫВОДЫ:

1 При кристаллизации Al-Cu-Mg-Ag сплава с микродобавками Sc и Zr 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 Sc 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 Ge выделяется фаза Mg_2Ge , которая не растворяется при последующем гомогенизационном отжиге.

2 Промежуточная деформация 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 Cu в процессе пластической деформации.

3 В процессе деформации методом РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) 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 РКУП при повышенных температурах ($T \sim 0,4 \dots 0,5 T_{пл}$) процесс НДР инициируется формированием ГНГ после первого прохода. С данным процессом связано образование текстурных 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 текстурными компонентами B_θ/\bar{B}_θ , что обеспечивает образование непрерывного γ -волокна.

5 После РКУП 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 обработка Т840, а максимальную жаропрочность обеспечивает обработка Т6.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах, 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. – V. 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. – V. 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. – V. 527. – P. 163-175.

9 **Gazizov, M.** The precipitation behavior of an Al-Cu-Mg-Ag alloy under ECAP / M. Gazizov, R. Kaibyshev // *Mater. Sci. Eng.* – 2013. – V. 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. – V. 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. – V. 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, S. Malopheyev, 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. – V. 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.