

На правах рукописи

РАСПОСИЕНКО Дмитрий Юрьевич

**ВЛИЯНИЕ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И
ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА
ВЫСОКОПРОЧНЫХ СТАРЕЮЩИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Al-Li**

Специальность 05.16.01 – металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата технических
наук

Екатеринбург – 2017

Работа выполнена в лаборатории цветных сплавов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН).

Научный руководитель: Пушин Владимир Григорьевич, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией цветных сплавов, ФГБУН ИФМ УрО РАН.

Официальные оппоненты: Овчинников Владимир Владимирович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией пучковых воздействий, ФГБУН Институт электрофизики УрО РАН;

Илларионов Анатолий Геннадьевич, кандидат технических наук, доцент, Институт новых материалов и технологий ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».
Ведущая организация: ФГБУН Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, г. Уфа

Защита состоится «15» декабря 2017 г. в 11:00 часов на заседании диссертационного совета Д 004.003.01 при ФГБУН Институте физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН по адресу: 620108, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФМ УрО РАН и на сайте www.imp.uran.ru

Автореферат разослан « » октября 2017 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физико-математических наук

Чарикова Татьяна Борисовна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертации. Алюминий-литиевые сплавы относятся к перспективному классу алюминиевых сплавов и обладают более низким удельным весом, повышенными модулем упругости и удельной прочностью, что и определяет их широкое применение, прежде всего, в аэрокосмической и ракетостроительной отрасли в качестве легких конструкционных материалов. Вместе с тем, конкуренция со стороны композитных и полимерных материалов требует активного поиска новых решений в разработке сбалансированно легированных алюминий-литиевых сплавов и технологий их обработки для получения заданного комплекса физико-механических и эксплуатационных свойств.

В последние годы большое внимание уделяется созданию наноструктурированных (НС) и нанофазных металлических материалов с нанокристаллической (НК), субмикроструктурной (СМК) или нано- и субмикроструктурными ультрамелкозернистыми (УМЗ) структурами. Одним из способов получения НС-состояния является использование мегапластической деформации (МПД). Имеются обширные экспериментальные данные, доказывающие эффективность ее применения, особенно в сочетании с различными термообработками, для повышения комплекса свойств чистых металлов и модельных сплавов, включая алюминиевые. Однако, для многих сплавов, и в том числе легких стареющих промышленных алюминиевых сплавов последнего поколения, исследования влияния МПД с учетом их различного легирования и возможного старения практически не проводились. Также для данных сплавов важным и практически не изученным является изменение механизмов старения после МПД.

С одной стороны, как известно, в алюминиевых сплавах зарождение частиц второй фазы может происходить на зонах Гинье-Престона (ЗГП), которые появляются сразу при закалке и в значительной степени определяют процесс низкотемпературного распада пересыщенного твердого раствора. Малая и умеренная предварительная деформация и наведенные ею дефекты и связанные с ними поля упругих напряжений оказывают относительно слабое влияние на ЗГП. Рост деформации приводит к тому, что, при последующем старении наряду с частицами избыточных фаз, зарождающимися на ЗГП, в качестве мощного конкурентного механизма распада выступает гетерогенное зарождение и рост нановыделений на дислокациях, обеспечивая мелкодисперсную субструктуру, выгодную по механическим свойствам.

С другой стороны, предварительная деформация увеличивает количество дефектов структуры (дислокаций и их скоплений), которые становятся стоками для закалочных и деформационно-индуцированных вакансий, а отсутствие последних препятствует развитию ранних стадий гомогенного распада. Происходящее при увеличении деформации измельчение зеренно-субзеренной структуры также приводит к смене гомогенного механизма зарождения и роста на преимущественно гетерогенный, что становится возможным уже в процессе самой деформации. Таким образом, МПД может оказывать влияние на три ключевых механизма упрочнения стареющих сплавов: по типу Холла-Петча (определяемого размерами зерен и субзерен), дисперсионного твердения, а также упрочнения за счет повышения плотности закрепления дислокаций дисперсными частицами.

Стареющие сплавы на основе системы Al-Li отличаются сложностью и многостадийностью структурных и фазовых превращений в процессе их термообработки. В этих многофазных системах в процессе деформации имеют место различные механизмы взаимодействия дислокаций с фазовыми и структурными неоднородностями: с частицами фаз выделения, элементами субструктуры и др. Понимание процессов фазовых и структурных превращений в них в процессе экстремальных воздействий при МПД и их влияния на свойства сплавов имеет большое практическое и научное значение.

Не менее важной научной проблемой является исследование структурной стабильности данных УМЗ- материалов, а, следовательно, и их уникальных свойств, а также выработка путей сохранения этих свойств в определенном температурно-временном интервале для их длительного использования.

В соответствии с изложенным, проведение комплексных исследований структурно-фазовых превращений в промышленных сплавах системы Al-Cu-Li-Zr в исходном микроструктурном (МК) состоянии, после их МПД, постдеформационного отжига, а также при длительном вылеживании при температуре окружающей среды, используя современные физические методы изучения микроструктуры и свойств, является **новой важной и актуальной научной задачей**.

Цель работы – исследование влияния мегапластической деформации и последующей термической обработки на структурные и фазовые превращения и свойства в новых промышленных сплавах системы Al-Cu-Li-Zr, установление взаимосвязи между сформированной микроструктурой и механическими свойствами, а также изучение возможности стабилизации полученной нано- и субмикроструктурной структуры.

Для достижения цели работы были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Установить особенности структурно-фазовых превращений в промышленных алюминий-медь-литиевых сплавах 1450 с добавками Sc и Mg, В-1469 и В-1461 в исходном состоянии и после искусственного старения.

2. Определить влияние МПД кручением под высоким давлением на структуру, фазовые превращения и свойства сплавов 1450 с добавками Sc и Mg, В-1469 и В-1461.

3. Выяснить влияние термической обработки на структуру, фазовый состав, структурно-фазовые превращения и свойства образцов изучаемых стареющих сплавов Al-Cu-Li, подвергнутых МПД.

4. Изучить возможность стабилизации полученного в сплавах высокопрочного ультрамелкозернистого состояния.

Научная новизна. На изученных промышленных сплавах впервые:

- обнаружено, что мегапластическая деформация многокомпонентных Al-Li сплавов 1450, В-1469 и В-1461 приводит к образованию нанофрагментированной (НФр), НК- или смешанной (НФр- и НК-) структуры. Тип структуры определяется полнотой реализующейся при МПД динамической рекристаллизации, степень развития которой зависит от химического состава сплава и величины деформации. Процессы деформационной нанофрагментации и динамической рекристаллизации сопровождаются деформационно-индуцированным распадом твердого раствора с образованием высокодисперсных равновесных фаз;

- установлено, что формирующаяся в сплавах после МПД НФр- структура нестабильна и при дальнейшем низкотемпературном отжиге (150 °С, 15 ч) или длительном вылеживании при комнатной температуре трансформируется в полностью или частично рекристаллизованную НК в результате статической рекристаллизации. При этом при вылеживании степень рекристаллизации повышается с возрастанием величины деформации и времени выдержки, а характер формирующейся в процессе отжига структуры определяется процессами рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора;
- обнаружено, что переход в исследованных стареющих алюминий-литиевых сплавах от МК- к СМК- или НК- состоянию приводит к изменению схемы и механизма распада пересыщенного твердого раствора при искусственном и естественном старении: в сплаве 1450 вместо метастабильных δ' , β' и равновесной T_1 фаз начинают выделяться дисперсные равновесные фазы S_1 и T_2 ; в сплаве В-1469 вместо фаз δ' , β' , T_1 и $\Omega - T_2$ -фаза; а в сплаве В-1461 вместо фаз δ' , β' и $T_1 - T_2$ -фаза;
- показано, что использование мегапластической деформации обеспечивает повышение микротвердости, приведенного модуля упругости и жесткости исследуемых сплавов. Повышение этих характеристик сопровождается некоторым снижением пластичности сплавов. Отжиг при 150 °С, 15 ч и длительное вылеживание не вызывают радикального изменения механических свойств: снижение твердости сопровождается повышением пластичности;
- выявлено, что размерная стабильность рекристаллизованной НК- структуры и сохранение постоянными объемной доли, характера распределения и состава выделившихся фаз обеспечивают стабильность механических свойств сплавов в процессе длительного (до 2 лет) вылеживания. Высокая фазовая и размерная стабильность структуры сплавов при длительном вылеживании обусловлена, по-видимому, барьерным эффектом образующихся мелкодисперсных равновесных фаз.

Научная и практическая значимость работы.

Полученные данные о механизме и кинетике структурно-фазовых превращений при МПД позволяют понять поведение материалов в условиях экстремальных деформационных нагрузок и углубить знания о влиянии легирования и деформации на фрагментацию структуры и последующие при термообработке структурные и фазовые превращения в стареющих сплавах в СМК- или НК- состояниях.

Исследования по стабилизации НС доказывают возможность использования НК-материалов в течение длительного времени с сохранением их уникальных свойств.

Анализ полученных результатов и сделанные в работе выводы позволяют заключить, что возможно создание УМЗ- многокомпонентных материалов, легированных по типу изученных в работе высокопрочных алюминий-литиевых сплавов, с высокой термостабильностью их неравновесного НС- состояния и удовлетворительных свойств. Сплавы с такими структурами и свойствами могут быть получены при использовании так называемых аддитивных или 3D-технологий их синтеза.

Методологической основой исследования послужили научные труды ведущих отечественных и зарубежных ученых в области физики конденсированного состояния, металловедения и материаловедения, термической и термомеханической обработки металлов и сплавов, основные положения теории структурных и фазовых

превращений, теории прочности и пластичности. Для выполнения поставленных задач в работе были использованы наиболее современные и информативные методы физических исследований: аналитическая просвечивающая и растровая электронная микроскопия высокого разрешения, рентгеноструктурный анализ, измерения механических свойств методом инструментального кинетического индентирования.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту:

1. Впервые проведена МПД многокомпонентных промышленных алюминий-литиевых сплавов 1450, В-1469 и В-1461, которая привела к образованию НФр-, НК- или смешанной (НФр- и НК-) структуры в результате фрагментации исходной, сопровождавшейся динамической рекристаллизацией и деформационно-индуцированным распадом твердого раствора. Тип структуры определялся полнотой реализующейся при МПД динамической рекристаллизации, степень развития которой зависела от состава сплава и величины деформации.

2. Формирующаяся в сплавах после деформации НФр- структура нестабильна и при дальнейшем низкотемпературном отжиге (150 °С, 15 ч) или длительном вылеживании при комнатной температуре трансформируется в полностью или частично рекристаллизованную НК- в результате статической рекристаллизации.

3. Деформация оказывает значительное влияние на процесс распада пересыщенного твердого раствора в стареющих алюминий-литиевых сплавах. Переход сплавов от МК- к СМК- или НК- состоянию приводит к изменению схемы и механизма распада пересыщенного твердого раствора при искусственном и естественном старении.

4. Образование после МПД НК- состояния приводит к значительному росту микротвердости и жесткости исследуемых сплавов. Повышение этих характеристик сопровождается некоторым снижением пластичности сплавов. Отжиг при 150 °С, 15 ч и длительное вылеживание не вызывают радикального изменения механических свойств.

5. Высокая фазовая и размерная стабильность рекристаллизованной НК-структуры сплавов при длительном вылеживании (до 2 лет) обусловлена барьерным эффектом образующихся мелкодисперсных фаз.

Степень достоверности полученных результатов, аргументированность заключений и выводов диссертации подтверждена их воспроизводимостью на различных материалах и их согласием с известными в литературе данными, обеспечена использованием комплекса современных взаимодополняющих апробированных и сертифицированных методов исследований и испытаний материалов: структурных исследований (просвечивающей и растровой электронной микроскопии), измерений механических свойств, применением математических способов обработки экспериментальных данных и определения погрешностей измерений.

Личный вклад автора. Вошедшие в диссертацию результаты получены Расписенко Д.Ю. под научным руководством и при участии профессора д.ф.-м.н. Пушина В.Г. в ИФМ УрО РАН. Мегапластическая деформация кручением под высоким давлением образцов проведена при участии к.ф.-м.н. Пилюгина В.П. в лаборатории физики высоких давлений. Структурные исследования методами просвечивающей электронной микроскопии и анализ полученных данных были выполнены при участии к.т.н. Кайгородовой Л.И. Автор принимал непосредственное

участие в постановке цели и задач работы, изготовлении образцов, выполнении структурные исследования методами рентгеноструктурного анализа в лаборатории цветных сплавов, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии в отделе электронной микроскопии Центра коллективного пользования (ЦКП) ИФМ УрО РАН. Механические свойства были изучены совместно с д.т.н. Смирновым С.В. в институте ИМаш УрО РАН в лаборатории микромеханики материалов.

Апробация работы. Основные результаты диссертации были представлены и обсуждались на следующих конференциях: X, XIII, XIV, XV Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых (Екатеринбург, Россия: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2009, 2012, 2013, 2014); XIX, XX Петербургские чтения по проблемам прочности (Санкт-Петербург, Россия, 2010, 2012); 51-ая, 54-ая Международная конференция "Актуальные проблемы прочности" (2011, 2013); Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов (Москва, Россия: НИТУ МИСиС, 2011, 2014); Третья всероссийская конференция по наноматериалам НАНО 2009 (Екатеринбург, Россия, 2009); Международная научная школа для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов» (Екатеринбург, Россия: УрФУ, 2010); Вторые московские чтения по проблемам прочности материалов, посвященные 80-летию со дня рождения академика РАН Ю.А. Осипьяна (Москва, Черноголовка, Россия, 2011); XII Международная конференция «Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов» (Екатеринбург, Россия: ИФМ УрО РАН, 2011); Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2012» (Уфа, Россия, 2012); VII Международная конференция "Фазовые превращения и прочность кристаллов" (Черноголовка, Россия, 2012); Международная научно-техническая конференция «Развитие фундаментальных основ материаловедения легких сплавов и композиционных материалов на их основе для создания изделий аэрокосмической и атомной техники» (Москва, Россия: ВИАМ, 2013); V Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, Россия: ИМЕТ, 2013).

Связь работы с научными программами и темами. Работа выполнялась в рамках государственного задания по теме “Структура” (2010-2013 гг. № госрегистрации 01201064335, 2014-2016 гг. № госрегистрации 01201463331) и при поддержке грантов Президиума РАН (№12-П-2-1060 и 14-2-ИП-66), программы фундаментальных интеграционных исследований УрО РАН (№ 12-И-2-2031), проектов УрО РАН (№ 12-М-235-2063, № 15-9-2-17), РФФИ (№ 14-02-31753).

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Диссертация соответствует пунктам 2 – «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях» и 3 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа, количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов» паспорта специальности 05.16.01 – материаловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 30 работ, в том числе 8 статей в журналах, входящих в Перечень ВАК рецензируемых научных изданий, а также 22 тезиса докладов в материалах российских и международных конференций.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения и списка используемой литературы. Общий объем диссертации составляет 174 страниц, включая 67 рисунков, 22 таблицы, 5 формул и библиографический список из 237 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность исследуемой проблемы, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, показаны научная новизна, практическая значимость, положения, выносимые на защиту. Также приводятся сведения о публикациях и апробации работы на конференциях различного уровня.

В первой главе диссертации представлен литературный обзор. В нем подробно рассматриваются фазовые превращения, реализующиеся при распаде пересыщенных твердых растворов в сплавах систем Al-Cu-Mg, двойных и многокомпонентных Al-Li. Также представлены литературные данные о процессах формирования СМК- и НК- структур при МПД чистых металлов и сплавов. Особое внимание было уделено влиянию МПД на структурные и фазовые превращения в сплавах и эволюцию структур, полученных после деформации и при последующих термических обработках. В конце главы сформулированы цель и задачи исследования.

Во второй главе описаны материалы исследования, методы и режимы их деформационной и последующей термической обработки, экспериментальные методики исследования микроструктуры и комплекса механических свойств полученных СМК- и НК-, УМЗ- материалов. В соответствии с тематикой работы для экспериментов были выбраны стареющие сплавы на основе системы Al-Li, а именно, многокомпонентные промышленные сплавы системы Al-Cu-Li последних поколений 1450 с добавками Sc и Mg, В-1469, В-1461.

Таблица 1 – Средние составы исследуемых сплавов

Марка сплава	Cu	Li	Zr	Sc	Mg	Прочие элементы	Al
1450	3,1	2,0	0,1	0,08	0,96		основа
В-1469	3,2	1,2	0,09	0,11	0,3	0,4 Ag	основа
В-1461	2,8	1,8	0,08	0,09	0,5	0,66 Zn	основа

В качестве основного метода внешнего деформационного воздействия на исследуемые материалы была выбрана МПД кручением под высоким давлением (КВД). Исходные образцы представляли собой диски диаметром 15 мм и толщиной 2 мм. КВД исследуемых сплавов в закаленном состоянии осуществляли в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре при давлении 4 и 8 ГПа и углах поворота $\varphi = 0,5\pi; \pi; 2\pi; 10\pi; 20\pi$. Образование рекристаллизованной СМК- или НК- структуры после КВД достигалось низкотемпературными изотермическими отжигами сплава при 190 или 150 °С в течение 10 и 15 ч соответственно.

Структуру сплавов исследовали на оборудовании отдела электронной микроскопии ЦКП ИФМ УрО РАН: электронных просвечивающих микроскопах JEM-200CX и Phillips CM30 Super Twin, растровом электронном микроскопе Quanta 200 Pegasus аналитическими методами в том числе энергодисперсионного микроанализа и дифракции обратно рассеянных электронов. На рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М в монохроматизированном $\text{Cu K}\alpha$ - излучении определяли фазовый состав материалов, уровень микроискажений кристаллической решетки, параметр кристаллической решетки алюминия.

Механические свойства (микротвердость, модуль упругости, пластичность, жесткость) измеряли методом инструментального индентирования на нанотвердомерах Nanotest Micro Materials Ltd Wrexham UK и FISHERSCOPE 2000 с алмазными трехгранным индентором Берковича и индентором Виккерса, соответственно.

Третья глава посвящена исследованиям влияния МПД, а также последующих обработок (изотермического отжига) на структурные и фазовые превращения, происходящие в сплаве 1450, легированном добавками Sc и Mg.

Первоначально изучали структуру легированного сплава с МК- зеренной структурой после искусственного старения на стадии максимального упрочнения (190°C , 15 ч). Исследования показали, что легирование сплава комплексной добавкой (Sc и Mg) способствует измельчению его зеренной структуры: размер зерен в исследованном сплаве составляет около 10 мкм. После старения в сплаве выявлены фазы: δ' (Al_3Li), θ' (CuAl_2), T_1 (Al_2CuLi), дисперсоиды Al_3Zr (β' -фаза) и $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$. Легирование оказывает влияние на характер зарождения и морфологию выделившихся фаз: в легированном сплаве δ' -фаза выделяется в основном на плоскостях габитуса θ' -пластин, образуя композитные частицы δ'/θ' , в отличие от нелегированного сплава 1450, где частицы δ' зарождаются преимущественно гомогенно в матрице или на межфазных поверхностях β' -фазы. Кроме того, комплексное легирование Sc и Mg способствует гомогенному выделению пластин T_1 -фазы внутри зерен, приводя к уменьшению плотности зернограничных выделений.

Показано, что после КВД структурное состояние деформированного сплава зависит от величины деформации (угла поворота φ). Так, при $\varphi = 0,5\pi$ в сплаве формируется развитая ячеистая структура. Повышение угла φ до π при том же давлении приводит к образованию равноосных фрагментов диаметром 100–150 нм. Кольцевой характер соответствующих электронограмм и анализ темнопольных изображений указывают на их средне- и большеугловую разориентацию. Вдоль ряда границ фрагментов образуются крупномасштабные, так называемые «дипольные» границы¹, обрывающиеся внутри фрагментов (на рисунке 1 отмечены стрелками). Дальнейшее возрастание угла φ до 2π приводит к формированию более однородной фрагментированной структуры – разброс фрагментов по размерам снижается, и происходит сужение их границ. Вместе с тем, характер дипольных границ практически не изменяется. При увеличении угла поворота φ до 10π

¹ Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / В. В. Рыбин. – М.: Металлургия, 1986. – 390 с.

фрагментированная структура измельчается, и происходит резкий рост протяженности дипольных границ (рисунок 1).

Более эффективное воздействие на измельчение фрагментированной структуры и увеличение ее размерной однородности оказывает повышение давления P от 4 до 8 ГПа и угла φ до 20π . Одной из особенностей микроструктуры деформированного сплава становится низкая плотность дипольных границ.

После МПД наряду с нанофрагментами выявляются равноосные нанозерна того же размера (рисунок 1). Их образование указывает на то, что при МПД частично проходит динамическая рекристаллизация. Количество рекристаллизованных нанозерен, присутствующих в сильнодеформированном сплаве, повышается с увеличением угла поворота φ от 2π до 10π при давлении $P = 4$ ГПа и становится максимальной при повышении давления P до 8 ГПа и угла φ до 20π .

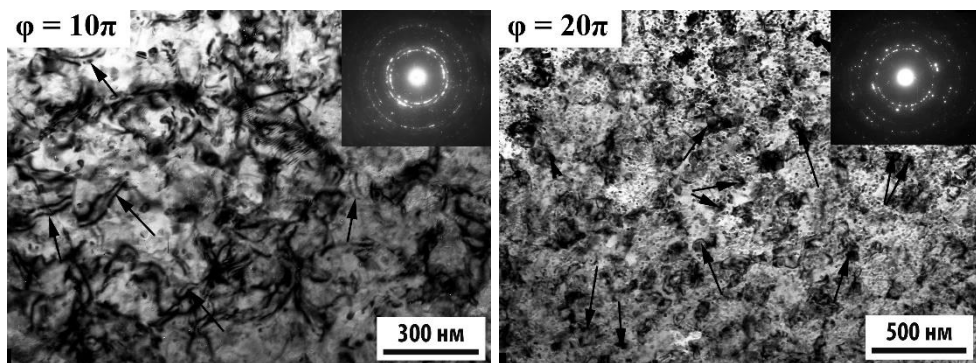


Рисунок 1 – Микроструктура легированного сплава 1450 после МПД

По данным нанондентирования МПД исследуемого сплава способствовала резкому повышению его микротвердости по сравнению с МК- сплавом. Сопоставление измерений нанотвердости с данными электронно-микроскопического анализа позволило объяснить ее возрастание после МПД высоким уровнем внутренних напряжений, высокой плотностью дислокационных сплетений, являющихся границами нанофрагментов, а также присутствием клубков дислокаций в их объеме. Характер зависимости микротвердости сплава от режима КВД указывает на то, что в сильнодеформированном состоянии не выполняется соотношение Холла-Петча: измельчение НФр- структуры при возрастании деформации не приводит к заметному увеличению его микротвердости. Возможно, это связано с более интенсивной релаксацией внутренних напряжений при МПД при $\varphi = 10\pi$ рад, чем при $\varphi = 2\pi$ рад, что может обеспечиваться прогрессирующей нанофрагментацией и развитием динамической рекристаллизации.

В процессе нагрева сплава после МПД одновременно реализуются два процесса: нанорекристаллизация и распад пересыщенного твердого раствора. Образовавшиеся в процессе рекристаллизации зерна диаметром 50–200 нм имеют равноосную форму и хорошо сформированные границы. Возрастание деформации, а также понижение

температуры нагрева от 190 до 150 °С способствуют их измельчению, что демонстрируют кривые распределения зерен по размерам.

Анализ показывает, что МПД подавляет выделение метастабильных фаз δ' и θ' и стабильной фазы T_1 . После искусственного старения обнаружено выделение дисперсных частиц стабильных фаз T_2 (Al_6CuLi_3) и S_1 (Al_2LiMg) в форме плоских дисков. (В исследуемом сплаве с МК-структурой эти фазы выделяются в виде протяженных пластин только при высокотемпературных отжигах.) В составленном при 150 °С, 15 ч сплаве частицы фазы T_2 диаметром до 20 нм выделяются преимущественно на границах нанозерен, а частицы фазы S_1 диаметром не более 10 нм выделяются как на границах, так и в объеме нанозерен (рисунок 2). Плотность распределения частиц обеих фаз достаточно высока. Повышение температуры отжига до 190 °С, 10 ч приводит к коагуляции выделившихся на границах зерен частиц T_2 -фазы (их диаметр возрастает в 1,5–2 раза), что сопровождается значительным снижением плотности распределения частиц T_2 . Частицы S_1 -фазы сохранились преимущественно на границах, в объеме зерен их плотность незначительна. Этот факт косвенно подтверждается резким ослаблением рефлексов фазы. Проведенное исследование указывает на то, что повышение дисперсности зеренной структуры при снижении температуры отжига от 190 до 150 °С определяется плотностью распределения частиц выделившихся фаз.

Отжиг сильнодеформированного материала вызвал снижение микротвердости. Однако даже после отжига она осталась значительно выше (более чем в 2,5 раза), чем микротвердость исходного сплава с МК-структурой, причем изменение режима МПД повлияло незначительно на ее значение. Вместе с тем, величина пластичности после отжига сохраняется на уровне деформированного состояния и не зависит от режима МПД. Приведенный модуль упругости при этом уменьшался на 10–15 %.

В главе 4 приводятся экспериментальные данные по влиянию МПД методом КВД и последующего отжига на структурные и фазовые превращения и свойства в сплаве В-1469. Первоначально изучали МК-структуру исходного сплава В-1469 после искусственного старения на стадии максимального упрочнения (160 °С, 30 ч). Было выявлено, что происходит распад пересыщенного твердого раствора с выделением стабильных фаз, преимущественно T_1 и Ω (Al_2Cu).

Исследование образцов сильнодеформированного сплава показало, что их микроструктура зависит от режимов деформации. После КВД уже на $\varphi = 2\pi$ в сплаве наблюдается НФр-структура с различной, в том числе и большеугловой разориентацией фрагментов (рисунок 3). В деформированном сплаве присутствуют отдельные

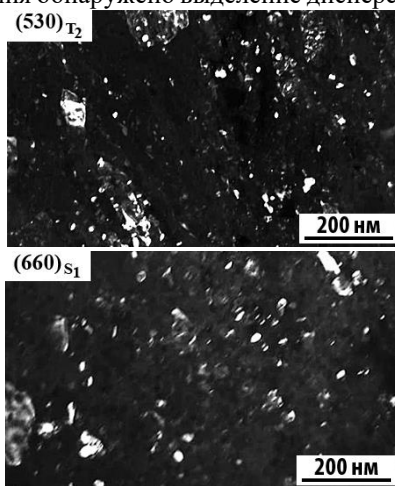


Рисунок 2 – Темнопольные изображения в рефлексах выделившихся частиц в легированном сплаве 1450 после МПД $\varphi = 2\pi$ и отжига 150 °С 15

группы нанофрагментов и разделяющие их протяженные дипольные границы. Подобная структура была обнаружена в сплаве 1450, легированном Sc и Mg, только после МПД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 10\pi$ рад. В сплаве В-1469 после деформации на фоне групп нанофрагментов, объединенных в СМК-образования, выявляются отдельные рекристаллизованные нанозерна диаметром 20–50 нм (см. рисунок 3). Кроме того, в сплаве В-1469 сразу после деформации (или в ее процессе) происходит выделение стабильной фазы T_2 преимущественно гетерогенно на границах нанофрагментов и дипольных границах.

Увеличение МПД (возрастание при КВД φ до 10π рад) приводит к интенсификации процесса рекристаллизации, что проявляется в росте доли рекристаллизованных нанозерен со средним диаметром около 50 нм (рисунок 3). Активизация процесса динамической рекристаллизации сопровождается некоторым уменьшением протяженности «оборванных» дипольных границ (см. рисунок 3). Вблизи нанозерен часто наблюдаются эффекты дифракционного контраста деформационного происхождения в виде петель или дуг диаметром приблизительно 50 нм и менее, что свидетельствует о неравновесном упруго искаженном состоянии решетки вблизи границ нанозерен (рисунок 3). Пространственное распределение нано- и субмикрофрагментов структуры отличается неоднородностью и «полосчатостью». Возрастание деформации интенсифицирует распад пересыщенного твердого раствора. Происходит некоторое увеличение количества нанодисперсных частиц T_2 -фазы по сравнению с обнаруженными после КВД на $\varphi = 2\pi$ рад с сохранением высокой степени дисперсности (их диаметр не более 10 нм).

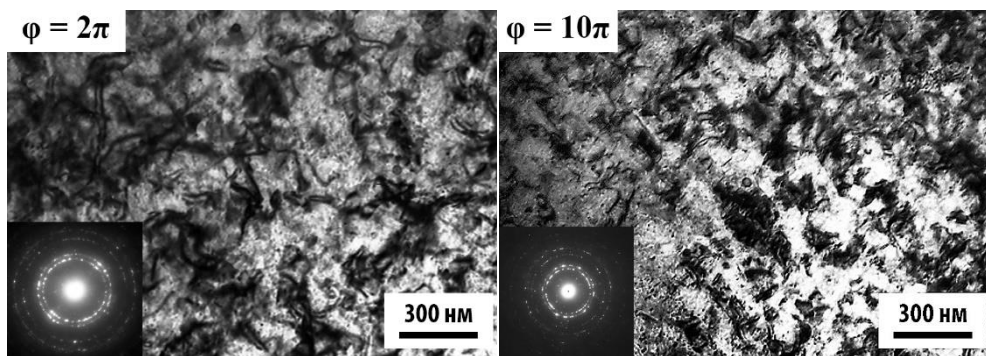


Рисунок 3 – Светлопольные изображения микроструктуры сплава В-1469 после МПД

Дальнейшее увеличение МПД при увеличении угла поворота до $\varphi = 20\pi$ рад приводит к заметному возрастанию доли рекристаллизованной структуры с размером нанозерен в основном 50–100 нм и больше. Этот процесс сопровождается практически полным исчезновением дипольных границ. Образовавшаяся в процессе МПД в основном рекристаллизованная структура остается неравновесной. На снимках микроструктуры выявляются области нанозерен, чередующиеся с более крупными, как правило, вытянутыми в одном из общих направлений рекристаллизованными СМК-зернами. Можно предположить, что анизотропия их формы обусловлена особым механизмом рекристаллизации *in situ*, заключающимся в

«слиянии» нанофрагментов с малоугловой разориентацией, расположенных вдоль первичных полос деформации. Возрастание МПД не подавляет процесс выделения фазы T_2 . В этом случае размер частиц фазы достигает 15 нм, они зарождаются преимущественно гетерогенно.

Изменение механизма и кинетики распада (ускорение кинетики низкотемпературного выделения фазы T_2 вместо δ' -фазы) по сравнению со сплавом 1450, несмотря на большее пересыщение последнего основными легирующими компонентами, можно объяснить взаимодействием атомов Ag с вакансиями.

Образование в сплаве В-1469 при МПД наноструктурного состояния приводит к повышению его микротвердости, приведенного модуля упругости E по сравнению со значениями, характерными при обработке МК- сплава на максимальную прочность и твердость. При этом средняя величина пластичности снижается (таблица 2).

Таблица 2 – Механические свойства сплава В-1469 после МПД

Обработка	Твердость , ГПа	Приведенный модуль упругости E , ГПа	Пластичн ость, %	Показатель жесткости, H_{IT}/E
МПД $\varphi = 2\pi$	$2,58 \pm 0,05$	76 ± 1	76 ± 1	$0,0368 \pm 0,0002$
МПД $\varphi = 10\pi$	$2,93 \pm 0,04$	82 ± 3	74 ± 2	$0,0388 \pm 0,0006$
МПД $\varphi = 20\pi$	$2,78 \pm 0,03$	81 ± 1	76 ± 1	$0,0355 \pm 0,0002$
Закалка и старение 160 °С, 32 ч	$1,82 \pm 0,06$	73 ± 1	81 ± 1	$0,0272 \pm 0,0008$

Повышение МПД обеспечивает вначале сильное упрочнение сплава, а после КВД на $\varphi = 20\pi$, напротив, некоторое разупрочнение. Анализ структуры и свойств образцов деформированного сплава показывает, что относительно умеренная зависимость механических свойств от режима МПД является следствием одновременного протекания при нанофрагментации двух взаимосвязанных процессов: динамической рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора.

Отжиг при 150 °С в течение 15 ч сплава после МПД приводит к образованию в нем НК- структуры, дисперсность и однородность которой возрастают с увеличением МПД. Так, после КВД при $P = 4$ ГПа $\varphi = 2\pi$ рад и отжига размеры нанозерен преимущественно варьируются в диапазоне 30–100 нм, при $\varphi = 10\pi$ рад – 40–80 нм, а при $\varphi = 20\pi$ рад – 30–50 нм (рисунок 4). Характер формирующейся при отжиге НК- структуры определяется в значительной степени исходными структурными особенностями сильнодеформированного сплава, демонстрируя структурную наследственность. Так, НК- структура после КВД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 2\pi$ рад и отжига образуется в результате преобразования НФр- полосовой субструктуры с характерными размерами отдельных нанофрагментов около 30 нм, наряду с которыми выявлялись отдельные рекристаллизованные нанозерна размером 30–50 нм (см. рисунок 3). Неоднородность деформированной структуры является причиной разнотерности структуры сплава, образующейся при отжиге.

Отжиг после КВД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 10\pi$ рад приводит к формированию несколько более однородной в основном НК- структуры (рисунок 4). Это является результатом превращения существовавшей в деформированном состоянии более стабилизиро-

ванной и однородной по размерам структуры, состоявшей из смеси деформационных нанофрагментов и динамически рекристаллизованных нанозерен, количество и размеры которых были соизмеримы и составляли в основном 40–80 нм. Размеры НК-зерен, образующиеся в процессе рекристаллизации при отжиге, при некоторой тенденции к росту более крупных СМК- зерен, остаются практически на том же уровне, что и после МПД.

Однородная и дисперсная НК- структура наблюдается и в отожженном сплаве после КВД $P = 4$ ГПа, $\varphi = 20\pi$ рад (рисунок 4). Первоначально образовавшиеся при МПД динамически рекристаллизованные нанозерна размером 30–50 нм занимали почти весь объем деформированного образца, и последующий отжиг практически не изменяет их размеров. При этом более крупные СМК- зерна представляют собой «конгломераты» НК-блоков с малоугловой разориентацией (см. рисунок 4).

Существующие в отожженном сплаве нанозерна независимо от режима МПД обладают различной разориентацией, в том числе и высокоугловой. При отжиге происходит увеличение углов разориентации между НК-зернами. Обращает на себя внимание спрямление границ отдельных нанозерен. Вместе с тем, сохраняются нанозерна и с неравновесными выпукло-вогнутыми границами, количество которых уменьшается при росте предварительной деформации (см. рисунок 4). Переход структуры сплава В-1469 при отжиге в более равновесное состояние также подтверждается полным исчезновением существовавших в деформированном состоянии «дипольных» границ.

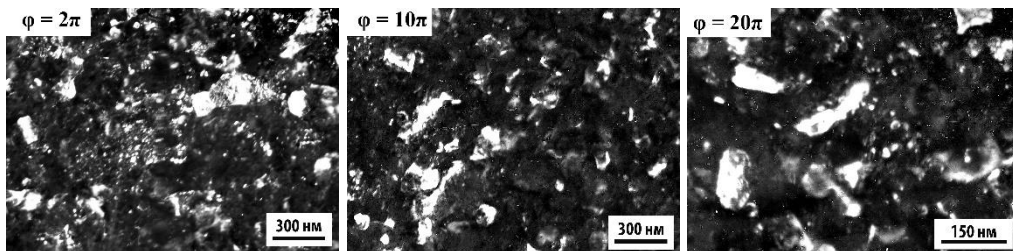


Рисунок 4 – Темнопольные изображения микроструктуры сплава В-1469 после МПД и отжига при 150 °С, 15 ч в близких рефлексах $(530)_{T_2}$, $(111)_{Al}$, $(200)_{Al}$

Отжиг сильнодеформированного сплава В-1469 не вызывает заметного изменения его фазового состава. Высокодисперсные частицы фазы T_2 зарождаются преимущественно гетерогенно на границах нанозерен. Увеличение МПД способствует росту размера частиц при отжиге от 5 до 15 нм, при некотором возрастании суммарной плотности распределения выделений с учетом появления еще и в теле СМК- и НК-зерен частиц, размеры которых не превышают нескольких нанометров.

Сохранение в сплаве В-1469 после низкотемпературного отжига характеристик прочности и пластичности на уровне сильнодеформированного состояния, в соответствии с результатами электронно-микроскопического исследования, обусловлено, во-первых, соразмерностью нанофрагментов и нанозерен, возникших при МПД, с нанозернами, которые эволюционировали при последующем отжиге. Во-вторых, отжиг не вызывает существенных изменений объемной доли стабильной фазы T_2 , ее размеров,

формы, локализации и плотности распределения, то есть тех параметров, которые могут оказывать, в том числе, и неблагоприятное влияние на механические свойства. Исследования позволяют объяснить причину стабилизации структуры и твердости сильнодеформированного сплава В-1469 при низкотемпературном отжиге барьерным эффектом стабильной фазы T_2 , гетерогенно зародившейся на границах нанозерен.

В 5 главе приводится анализ влияния МПД и последующей термической обработки на структурные и фазовые превращения сплава В-1461 и взаимосвязь структурных состояний сплава с его механическими свойствами.

В сплаве В-1461 с МК- структурой после закалки от 530 °С, 15 мин и отжига 160 °С, 32 ч наблюдается развитая зеренно-субзеренная структура с размером субзерен 2–3 мкм. В объеме выявляются равномерно распределенные дисперсные частицы δ' (Al_3Li) диаметром около 5 нм и фазы T_1 в виде тонких пластин длиной 20–30 нм, а также небольшое количество дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$ диаметром до 10 нм.

КВД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 2\pi$ рад приводит к изменению структурного состояния сплава В-1461 и формированию в нем однородной фрагментированной наноструктуры с размером фрагментов 50–100 нм. На фоне нанофрагментов выявляются отдельные нанозерна меньшего размера с хорошо сформированными границами. Нанофрагменты и нанозерна имеют преимущественно средне- и большеугловую разориентации между собой. Скопления нанофрагментов разделяются крупномасштабными протяженными «дипольными» границами (рисунок 5). В процессе МПД (или сразу после при естественном старении) происходит образование частиц стабильной T_2 -фазы диаметром 5–10 нм, которые выделяются преимущественно гетерогенно на границах нанозерен и дипольных границах (рисунок 5).

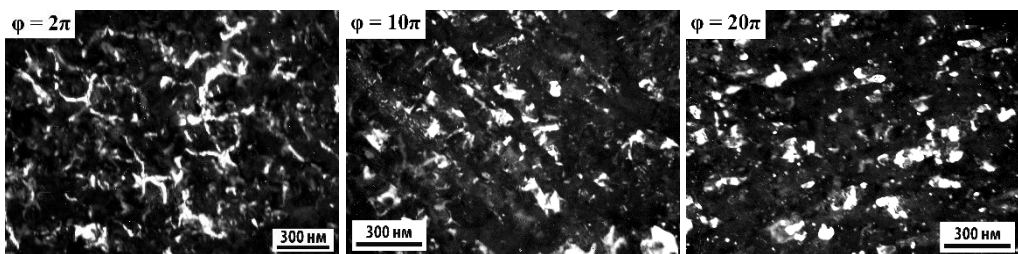


Рисунок 5 – Темнопольные изображения микроструктуры сплава В-1461 после МПД в близких рефлексах $(530)_{T_2}$, $(111)_{Al}$, $(200)_{Al}$

Увеличение МПД (с возрастанием угла поворота φ от 2π до 10π рад) способствует активизации динамической рекристаллизации, с одной стороны, и увеличению дисперсности структуры, с другой. Это подтверждается формированием в сильнодеформированном сплаве в основном нанокристаллической структуры (рисунок 5). НФр- структура сохраняется в некоторых участках образца. Размеры рекристаллизованных нанозерен соизмеримы с размером нанофрагментов и колеблются в интервале 20–100 нм. Нанозерна имеют равноосную форму и либо спрямленные, либо выпукло-вогнутые границы (рисунок 5). Активизация динамической рекристаллизации при МПД на $\varphi = 10\pi$ рад приводит к уменьшению протяженности дипольных границ. Увеличение МПД приводит к появлению в

отдельных участках образца слабо выраженной полосчатости с характерной шириной полос от 50 до 100 нм. После МПД на $\varphi = 10\pi$ в сплаве также обнаружена зародившаяся гетерогенно на границах нанозерен и сохранившихся фрагментах дипольных границ фаза T_2 (рисунок 5).

Дальнейшая МПД (с повышением угла поворота φ до 20π рад) вызывает усиление интенсивности протяженного «полосчатого» контраста. Деформационные полосы шириной от 50 до 100 нм хорошо визуализируются во всем объеме образца (рисунок 5). При данном режиме МПД в значительной степени реализуется динамическая рекристаллизация: полосы состоят из свободных от дислокаций нанозерен диаметром до 50 нм. Об образовании при МПД рекристаллизованной структуры также свидетельствует исчезновение крупномасштабных дипольных границ. Изменение режима деформации не оказывает заметного влияния на объемную долю, характер распределения и размеры частиц T_2 -фазы (диаметром около 10 нм).

МПД обеспечивает высокопрочное состояние сплава В-1461 (таблица 3).

Таблица 3 – Механические свойства сплава В-1461 после МПД

Обработка	Твердость, ГПа	Приведенный модуль упругости E, ГПа	Пластичность, %	Показатель жесткости, НГ/Е
МПД $\varphi = 2\pi$	2,27±0,02	90,1±0,9	81±1	0,0272±0,0001
МПД $\varphi = 10\pi$	2,8±0,1	68±2	71±2	0,0443±0,0007
МПД $\varphi = 20\pi$	2,65±0,03	83±4	76±2	0,0347±0,0007
Закалка и старение 160 °С, 32 ч	1,81±0,04	75±3	82±2	0,0262±0,0004

Исходя из того, что режим МПД не оказывает заметного влияния на зарождение и рост T_2 -фазы, особенности изменения характеристик прочности, пластичности и модуля упругости в зависимости от приложенной деформации мы связали только с особенностями наноструктурного состояния сплава. Так, наиболее высокими величинами пластичности и модуля упругости, а также пониженной твердостью, обладал сплав с НФр- структурой ($\varphi = 2\pi$ рад). Максимальное упрочнение обеспечил переход от НФр- структуры к смешанной (НФр + НК) в ходе частичной динамической рекристаллизации ($\varphi = 10\pi$ рад). Кроме того, дополнительным фактором упрочнения могло быть непосредственное измельчение структурных элементов – нанофрагментов и нанозерен. Наличие неравновесной смешанной субструктуры также вызвало закономерное снижение пластичности и модуля упругости. Образование доминирующей рекристаллизованной (в результате активизации динамической рекристаллизации) НК- структуры привело к некоторому разупрочнению сплава, сопровождавшемуся увеличением пластичности и модуля упругости.

При отжиге 150 °С, 15 ч в сильнодеформированном сплаве В-1461 происходит статическая рекристаллизация, в результате которой формируется смешанная (СМК- и НК-) структура с бимодальным распределением зерен по размерам. Структура отожженного сплава во многом определяется структурными особенностями сильнодеформированного состояния, т.е. обладает структурной наследственностью.

В отожженном сплаве после КВД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 2\pi$ рад обнаружены преимущественно однородно распределенные по сечению всего образца нанозерна диаметром менее 100 нм и отдельные СМК- зерна, диаметр которых превышал 150–200 нм (рисунок 6). Образовавшиеся при отжиге СМК- и НК- зерна обладают равноосной или близкой к ней формой и имеют преимущественно спрямленные границы. На светлопольных изображениях нанозерен, сохранивших выпукло-вогнутые границы, присутствует характерный деформационный контраст в виде дуг диаметром около 50 нм (рисунок 6), подобный контрасту, обнаруженному ранее при исследовании структуры после МПД. Переход сплава при отжиге в более равновесное (рекристаллизованное) состояние приводит к уменьшению плотности дипольных границ. Сопоставление структур после деформации и отжига позволило объяснить наличие бимодальной структуры при отжиге сильнодеформированного сплава реализацией двух процессов: трансформацией НФр- структуры в НК и ростом уже существовавших после МПД динамически рекристаллизованных зерен от НК- до СМК- масштаба. Однако нельзя исключать того, что часть СМК- кристаллов образовалась *in situ* непосредственным слиянием соседних нанофрагментов с близкой ориентацией решеток.

После отжига, как и в деформированном состоянии (см. рисунок 5), на границах НК- и СМК- зерен присутствуют частицы фазы T_2 . Отжиг практически не оказал влияния на размеры фазы (в отожженном сплаве диаметры частиц T_2 не превышают 10 нм), но способствовал некоторому возрастанию плотности ее распределения.

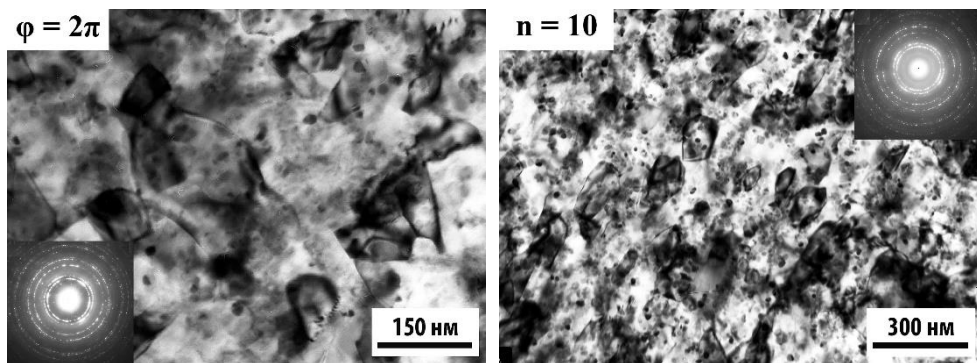


Рисунок 6 – Светлопольные изображения микроструктуры сплава В-1461 после МПД и отжига при 150 °С, 15 ч

Повышение МПД (с увеличением угла поворота φ от 2π до 10π рад) приводит к увеличению дисперсности смешанной структуры в отожженном сплаве: диаметр НК-зерен составляет 50–70 нм, а СМК- зерен – 150–170 нм. В этом случае, наряду с преимущественно однородным распределением зерен в объеме образца, появляются отдельные участки с «полосчатой» структурой, в которых НК- и СМК- зерна распределены анизотропно вдоль кристаллографических направлений, совпадающих с направлениями деформационных полос, образуя протяженные конгломераты длиной более 200 нм. СМК- зерна имеют, в основном, спрямленные границы, а нанозерна – выпукло-вогнутые. Существование в отожженном сплаве нанозерен с неравновес-

ными выпукло-вогнутыми границами приводит к появлению вблизи них деформационного контраста в виде дуг. Структура СМК- зерен неоднородна – они разделены малоугловыми границами на равноосные блоки диаметром около 20 нм. Повышение МПД не оказывает заметного влияния на плотность распределения и размеры фазы T_2 , зародившейся гетерогенно по границам СМК- и нанозерен и по границам полос.

В отожженном сплаве после МПД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 20\pi$ рад сохраняется образовавшаяся при деформации «полосчатая» структура. Последующий отжиг деформированного сплава вызывает уширение деформационных полос до 100–200 нм (рисунок 6). Размеры нанозерен в пределах полос составляют 40–50 нм, а СМК- зерен – 150 нм. Наличие полосчатой структуры приводит к анизотропному распределению и изменению формы СМК- и НК- зерен: они, как и их скопления, вытягиваются вдоль кристаллографических направлений исходных деформационных полос (рисунок 6). Наиболее заметно эта тенденция проявляется у нанозерен, где отношение ширины к длине составляет приблизительно 1 к 2. Их границы либо спрямлены, либо выпукло-вогнуты (на изображениях вблизи последних обычно присутствует контраст деформационного происхождения в виде дуг, что подтверждает предположение об их неравновесном состоянии). По-видимому, образование бимодальной структуры является результатом трансформации НК-структуры со средним диаметром нанозерен 40–50 нм, сформировавшейся при МПД в ходе динамической рекристаллизации (см. рисунок 5). Скорее всего, в процессе отжига происходил аномальный рост отдельных нанозерен, аналогичный процессу вторичной рекристаллизации в сплавах с МК- структурой.

Изменение режима МПД не вызывает в отожженном сплаве заметного изменения объемной доли выделений фазы T_2 , зародившихся гетерогенно на границах деформационных полос, СМК- и НК- зерен: диаметр частиц T_2 не превышает 10 нм, а плотность их распределения остается низкой и практически не отличается от обнаруженной в деформированном состоянии (рисунок 6). После отжига сплав сохраняет высокопрочное состояние – характеристики твердости претерпели незначительное снижение, сопровождавшееся повышением (или сохранением на прежнем уровне) пластичности и немонотонным изменением модуля упругости и показателя жесткости. Наиболее низкими величинами твердости и модуля упругости обладает сплав, отожженный после МПД при $\varphi = 2\pi$ рад. Наиболее высокой твердостью – сплав после МПД при $\varphi = 10\pi$ рад. Сопоставление структурных изменений в процессе отжига со свойствами показало, что наибольшее изменение последних вызывает трансформация НФр- структуры. Измельчение НК- и СМК- зерен и появление участков с их анизотропным распределением при МПД на φ до 10π – 20π рад обеспечивает более высокий уровень прочностных характеристик и модуля упругости. Существенной зависимости пластичности от режима МПД обнаружено не было.

В **главе 6** проводились исследования влияния длительного вылеживания на стабильность УМЗ- структуры и свойств промышленных сплавов 1450 и В-1469 после МПД или после МПД и последующего отжига, поскольку вылеживание при температуре окружающей среды является неизбежным этапом в технологической цепи изготовления, обработки, хранения и эксплуатации алюминиевых сплавов.

По данным рентгеноструктурного анализа при длительном вылеживании сплава 1450 после МПД при комнатной температуре происходит релаксация накопленных при МПД искажений. На это указывает сужение ширины дифракционных максимумов относительно деформированного состояния. Данные изменения связаны с существенной эволюцией структуры в ходе длительного вылеживания сплава: после вылеживания наблюдаются хорошо сформировавшиеся НК- и СМК- зерна, аналогичные образующимся при отжиге. При этом характеристики образующейся при вылеживании структуры определяются в значительной степени режимом МПД (рисунок 7). Так, после КВД при 4 ГПа ее дисперсность и однородность возрастают с увеличением угла поворота φ от $0,5\pi$ до 10π . Следует отметить, что исходная разориентированная ячеистая субструктура после КВД на $\varphi = 0,5\pi$ также частично превращается в смешанную НК + СМК структуру. После КВД при 8 ГПа и $\varphi = 20\pi$ увеличивается разнорзернистость, что сопровождается бимодальным распределением зерен по размерам.

В отличие от отожженного сплава, в сплаве после МПД и вылеживания большинство образовавшихся зерен имеют преимущественно неравновесные выпукло-вогнутые границы, и только незначительная часть – более плоские сравнительно равновесные. Доля последних несколько возрастает с повышением деформации. Можно полагать, что нанозерна с выпуклыми границами трансформировались из нанофрагментов в ходе статической рекристаллизации, а с более плоскими границами – путем дальнейшего развития статической рекристаллизации за счет спрямления границ зерен, ранее появившихся при МПД в процессе динамической рекристаллизации.

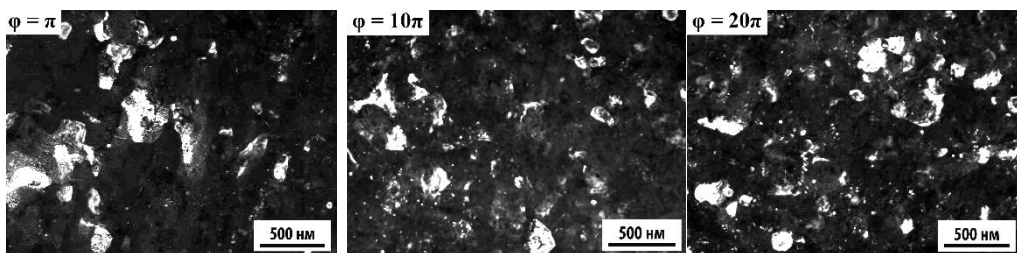


Рисунок 7 – Темнопольные изображения рекристаллизованных зерен в рефлексе $(220)_{Al}$ легированного сплава 1450 после МПД и вылеживания при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1,5 года

Вылеживание приводит к резкому уменьшению протяженности дипольных границ, образовавшихся ранее при МПД, и сохранению их только в виде коротких фрагментов вдоль некоторых поверхностей раздела. Анализ показывает, что после вылеживания плотность фрагментов последовательно уменьшается с возрастанием угла поворота φ от π до 10π рад, а в образцах после МПД при $P = 8$ ГПа, $\varphi = 20\pi$ рад они практически полностью исчезают.

При вылеживании сильнодеформированного сплава в течение 1 месяца происходит процесс естественного старения. Фазовый состав зависит от режима МПД. Так, после МПД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 0,5\pi$ рад он практически не отличается от сплава с МК-структурой после старения $190\text{ }^{\circ}\text{C}$, 15 ч: внутри дислокационных ячеек присутствуют равноосные частицы фаз β' (Al_3Zr) и $Al_3(Zr_x,Sc_{1-x})$ диаметром 10–20 нм, в объеме зерен равномерно распределены частицы метастабильных фаз θ' и δ' диаметром менее 1 нм,

а также незначительное количество композитных частиц β'/δ' и $Al_3(Zr_x, Sc_{1-x})/\delta'$. После МПД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 1-10\pi$ обнаружены стабильные фазы T_2 и S_1 , обе выделяются гетерогенно и, возможно, гомогенно, что следует из слабого контраста типа «ржи» на изображениях отдельных зерен. Частицы, образовавшиеся на границах нанозерен и дипольных границах, имеют форму плоских дисков диаметром 10 нм (рисунок 8). Изменение режима МПД в указанных пределах не оказывает заметного влияния на характер зарождения и роста выделившихся фаз. Увеличение продолжительности естественного старения до 1,5 лет приводит к некоторому возрастанию объемной доли фаз. На этой стадии старения они выделяются гетерогенно и гомогенно в форме плоских дисков (рисунок 8). Возрастание предшествующей МПД способствует уменьшению плотности и увеличению размеров выделений.

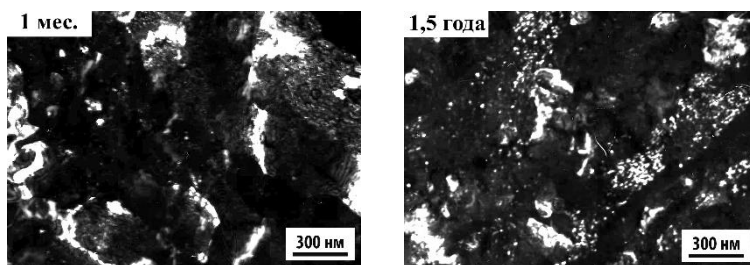


Рисунок 8 – Темнопольные изображения в рефлексах $(530)_{T_2}$ и $(660)_{S_1}$ микроструктуры легированного сплава 1450 после МПД ($P = 4$ ГПа $\varphi = 10\pi$) и вылеживания

Таким образом, проведенное исследование показало, что вылеживание оказывает существенное влияние на структурные составляющие подвергнутого МПД легированного сплава 1450 и приводит к развитию процесса рекристаллизации и образованию более стабильной наноструктуры. В то же время, полной релаксации накопленных при МПД упругих напряжений в процессе вылеживания не происходит.

Результаты измерения механических свойств показывают, что вылеживание в течение 1,5 лет после МПД позволяет получить уникальное сочетание свойств микротвердости, модуля упругости и пластичности сплава. Пластичность сплава в этом случае сопоставима со значениями отожженного после МПД сплава, и только на 10 % ниже пластичности сплава с МК- структурой. Микротвердость сплава после вылеживания сохраняется на высоком уровне и превышает микротвердость сплава с МК- структурой более чем в 2,5...2,8 раза (в зависимости от режима МПД).

Анализ структуры позволяет объяснить обнаруженное изменение свойств одновременной реализацией процессов: рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора. Снижение микротвердости сильнодеформированного сплава после вылеживания указывает на то, что в данном случае преобладающее влияние на ее изменение оказывают процессы рекристаллизации и возврата. Незначительное повышение пластичности при вылеживании сплава после МПД связано с трансформацией НФр- структуры в более равновесную НК.

В третьей главе было показано, что отжиг деформированного сплава 1450 приводит к образованию рекристаллизованной структуры: равноосных СМК- и НК- зерен

с хорошо сформированными границами и выделений дисперсных частиц стабильных фаз T_2 и S_1 в форме плоских дисков. Длительное вылеживание в течение 1,5 лет не влияет на фазовый состав, микроструктуру и механические свойства сплава. Таким образом, отжиг, используемый после МПД, обеспечивает достаточно стабильное наноструктурированное и нанофазное состояние легированного сплава 1450.

Так как ранее в главе 4 было обнаружено ускорение кинетики структурно-фазовых превращений после МПД в сплаве В-1469 по сравнению с сплавом 1450, то первоначально исследовали образцы сплава В-1469 уже после 1 недели вылеживания.

Вылеживание образца, деформированного при $\varphi = 2\pi$ рад, в течение 7 дней приводит к частичной трансформации его сильнофрагментированной структуры и возрастанию доли рекристаллизованных нанозерен со средним размером 30–70 нм. Сохранение большого количества фрагментов дипольных границ свидетельствует, что полной рекристаллизации не происходит. Характер зарождения и объемная доля фазы T_2 , обнаруженной после МПД, в процессе вылеживания практически не меняется. Однако, обращает на себя внимание появление дифракционного контраста типа ряби, типичного для внутризеренного механизма образования δ' -фазы в данных сплавах, но на микроэлектронogramмах рефлексы δ' -фазы не были идентифицированы.

При увеличении продолжительности вылеживания до 2 лет происходит заметное развитие процесса статической рекристаллизации, в результате которой фрагментированная структура трансформируется в рекристаллизованную НК- и СМК- (рисунок 9). Изображения структуры сплава характеризуются «полосчатым» неоднородным контрастом, толщина полос составляет около 150 нм. Элементы структуры сплава имеют бимодальное распределение по размерам: равноосные зерна и субзерна диаметром 30–70 нм и более крупные вытянутые размерами 100–150 нм (рисунок 9). Элементы структуры обладают различной разориентацией, в том числе и высокоугловой. Увеличение продолжительности вылеживания сопровождается гомогенным выделением фазы T_2 , плотность же гетерогенно зародившихся частиц в процессе вылеживания практически не изменяется.

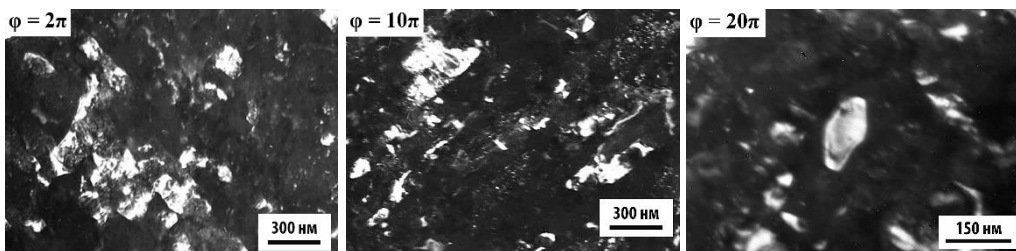


Рисунок 9 – Темнопольные изображения в близких рефлексах $(530)_{T_2}$, $(111)_{Al}$, $(200)_{Al}$ микроструктуры сплава В-1469 после МПД и вылеживания в течение 2 лет

В более деформированном ($\varphi = 10\pi$) сплаве при вылеживании в течение 7 дней образуется в основном рекристаллизованная структура с хорошо сформированными нанозернами размером 50–100 нм. Переход от деформированной НФр- структуры к НК- сопровождается исчезновением дипольных границ в сплаве. Границы образовавшихся при вылеживании нанозерен остаются неравновесными. Структура

образца обладает некоторыми особенностями, характерными для образца, подвергнутого деформации при $\varphi = 2\pi$ и выдержке в течение 2 лет. На снимках видны области «полосчатой» неоднородной структуры, в которых нанозерна чередуются с более крупными вытянутыми зернами. Это указывает на то, что увеличение деформации способствует ускорению кинетики рекристаллизации. С другой стороны, увеличение деформации приводит к измельчению структуры, толщина «полос» уменьшается до 100 нм. Характер зарождения и объемная доля фаз в процессе вылеживания после МПД остаются практически неизменными.

Увеличение продолжительности вылеживания до 2 лет приводит к развитию процесса статической рекристаллизации и образованию более стабильной структуры: «полосы» становятся более четкими, их границы «декорированы» дисперсными наночастицами. Все зерна характеризуются более четкой огранкой (рисунок 9) и наличием большеугловой разориентации. При этом длительная выдержка не приводит к заметному изменению размеров фаз: большинство зерен α -матрицы остаются в диапазоне 50–100 нм, а частицы T_2 -фазы – 10 нм. В процессе вылеживания активизируется гомогенное выделение частиц избыточных фаз, приводящее к увеличению объемной доли внутрезеренных выделений.

В 4 главе было показано, что при МПД на $\varphi = 20\pi$ рад в сплаве образовалась в основном рекристаллизованная структура с двумя типами зерен: равноосными НК-зернами диаметром до 50 нм и более крупными вытянутыми СМК-зернами размерами до 200 нм. Вылеживание в течение 7 дней не оказывает влияния на ее состояние: размеры зерен сохраняются в тех же пределах, структура продолжает оставаться неравновесной. Плотность гетерогенно зародившихся частиц фазы T_2 в процессе вылеживания практически не изменяется, однако, при этом происходит гомогенное выделение T_2 -фазы. Размер частиц составлял 5–10 нм. Проведенный подробный анализ позволяет сделать вывод о стабилизации полученного смешанного НК + СМК состояния, при котором дальнейшее увеличение продолжительности вылеживания до 2 лет не приводит к заметным изменениям в структуре сплава: размер НК-зерен сохраняется на уровне 50 нм и СМК – менее 200 нм; характер зарождения и объемная доля избыточных фаз, обнаруженных после МПД и недельной выдержки, в процессе 2-летнего вылеживания практически не меняются (рисунок 9).

Таким образом, размерная стабильность образовавшихся УМЗ-структур может быть объяснена интенсивным зарождением частиц на границах в процессе деформации и при вылеживании. Можно сделать вывод, что данные частицы оказывают сильное барьерное действие, блокируя рост α -зерен в процессе вылеживания сплава.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные результаты и выводы данной работы:

1. Выполнены сравнительные исследования сплавов 1450, В-1469 и В-1461 в исходном высокопрочном состоянии, предшествующем мегапластической деформации. Установлено, что в сплавах близкого состава 1450 и В-1461 при искусственном старении на максимальную прочность происходит распад пересыщенного твердого раствора с образованием метастабильных δ' , β' и равновесной T_1 фаз. Дополнительное

легирование сплава В-1469 серебром приводит к ускорению процессов распада и образованию частиц стабильных фаз δ' , β' , T_1 и Ω с преобладанием фазы T_1 .

2. Обнаружено, что мегапластическая деформация кручением под высоким давлением в многокомпонентных промышленных алюминий-литиевых сплавах 1450, В-1469 и В-1461 последнего поколения приводит к образованию нанофрагментированной, нанокристаллической, субмикрокристаллической или смешанной ультрамелкозернистой структуры. Конкретный вариант и разнообразие структуры определяется полнотой и механизмом динамической рекристаллизации, степень развития которой зависит от состава сплава и величины мегапластической деформации. Процессы деформационной нанофрагментации и динамической рекристаллизации сопровождаются деформационно-индуцированным распадом твердого раствора с образованием высокодисперсных равновесных фаз.

3. Обнаружено, что формирующаяся в сплавах при мегапластической деформации фрагментированная структура нестабильна и при дальнейшем низкотемпературном отжиге (150 °С, 15 ч) или длительном вылеживании при комнатной температуре испытывает трансформацию в рекристаллизованную ультрамелкозернистую структуру в результате статической рекристаллизации. При вылеживании полнота рекристаллизации увеличивается с возрастанием деформации и времени последующей выдержки при комнатной температуре, а характер формирующейся в процессе отжига ультрамелкозернистой структуры определяется процессами рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора.

4. Показано, что переход в исследованных стареющих алюминий-литиевых сплавах от микрокристаллического к субмикрокристаллическому или нанокристаллическому состоянию приводит к изменению схемы и механизма распада пересыщенного твердого раствора при искусственном и естественном старении: в сплаве 1450 вместо метастабильных δ' , β' и равновесной T_1 фаз начинают выделяться дисперсные равновесные фазы S_1 и T_2 ; в сплаве В-1469 вместо фаз δ' , β' , T_1 и Ω – T_2 -фаза; а в сплаве В-1461 вместо фаз δ' , β' и T_1 – T_2 -фаза.

5. Показано, что использование мегапластической деформации обеспечивает повышение твердости (на 25–210 %), приведенного модуля упругости (12–20 %), и параметра жесткости (40–250 %) исследуемых сплавов. Повышение этих характеристик сопровождается некоторым снижением пластичности сплавов (до 13%). Отжиг при 150 °С, 15 ч или длительное вылеживание не вызывают заметного изменения механических свойств: снижение твердости на 4–25 % сопровождается повышением пластичности на 1–7 %.

6. Установлено, что размерно-морфологическая стабильность рекристаллизованной нанокристаллической структуры и сохранение постоянными объемной доли, характера распределения и локализации, химического состава и типа выделившихся наноразмерных фаз обеспечивают стабильность механических свойств сплавов в процессе длительного (до 2 лет) вылеживания. Сделан вывод, что высокая фазовая и размерная стабильность структуры и, соответственно, свойств сплавов при длительном вылеживании обусловлена барьерным эффектом образующихся мелкодисперсных равновесных фаз.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Влияние интенсивной пластической деформации на образование нанокристаллической структуры и старение многокомпонентного алюминий-литиевого сплава с малыми добавками Sc и Mg / Л.И. Кайгородова, Д.Ю. Распосиенко, В.Г. Пушин, В.П. Пилюгин // Физика Металлов и Металловедение. – 2011. – Т.111, №1. – С. 74–81.
2. Влияние длительного вылеживания на структуру и свойства сплава на основе системы Al-Li-Cu-Zr, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением под давлением / Л.И. Кайгородова, Д.Ю. Распосиенко, В.Г. Пушин, В.П. Пилюгин // Физика Металлов и Металловедение. – 2012. – Т. 113, № 9. – С. 913–924
3. Особенности структуры и свойств сплава на основе системы Al-Li-Cu-Zr, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением под давлением / Л.И. Кайгородова, Д.Ю. Распосиенко, В.Г. Пушин, В.П. Пилюгин // Деформация и разрушение материалов. – 2013. – №6 – С. 21–29.
4. Влияние длительного вылеживания на структуру и свойства сплава на основе системы Al-Li-Cu-Zr, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением под давлением / Л.И. Кайгородова, Д.Ю. Распосиенко, В.Г. Пушин, В.П. Пилюгин // Деформация и разрушение. – 2013. – №7. – С. 26–32.
5. Стабильность нанокристаллической структуры и фазовые превращения в высокопрочном сплаве Al-Li-Cu-Zr / Л.И. Кайгородова, В.П. Пилюгин, В.Г. Пушин, Д.Ю. Распосиенко // Материаловедение. – 2013. – № 3. – С. 53–60.
6. Структура и свойства стареющего сплава Al-Li-Cu-Zr-Sc-Ag после мегапластической деформации кручением под давлением / Л. И. Кайгородова, Д. Ю. Распосиенко, В. Г. Пушин, В. П. Пилюгин, С. В. Смирнов // Физика Металлов и Металловедение. – 2015. – Т.116, № 4. – С. 366–376.
7. Влияние отжига на структуру и свойства сплава Al-Li-Cu-Zr-Sc-Ag, подвергнутого мегапластической деформации / Л. И. Кайгородова, Д. Ю. Распосиенко, В. Г. Пушин, В. П. Пилюгин, С. В. Смирнов // Физика Металлов и Металловедение. – 2015. – Т. 116, № 9. – С. 1–9.
8. Структура стареющего сплава Al-Li-Cu-Zr-Sc-Ag после мегапластической деформации и длительного вылеживания / Л. И. Кайгородова, Д. Ю. Распосиенко, В. Г. Пушин, В. П. Пилюгин, С. В. Смирнов // Физика Металлов и Металловедение. – 2015. – Т. 116, № 11. – С. 1–8.