

На правах рукописи



Крымский Станислав Вацлавович

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КРИОПРОКАТАННОГО
АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16**

Специальность 05.16.01 –

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Уфа – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении
науки Институте проблем сверхпластичности металлов
Российской академии наук (ИПСМ РАН)

Научный руководитель: доктор технических наук,
Маркушев Михаил Вячеславович

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор,
главный научный сотрудник
Института физики металлов УрО РАН
Бродова Ирина Григорьевна

доктор технических наук,
ведущий научный сотрудник,
зав. лабораторией, зам. директора
Института физики перспективных
материалов УГАТУ
Рааб Георгий Иосифович

Ведущая организация: Тольяттинский государственный
университет, г. Тольятти

Защита состоится «24» марта 2016 г. в 15 час. 30 мин. на заседании
диссертационного совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном
бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности
металлов РАН (450001, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39).

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим
высылать по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Ст.
Халтурина, 39, ученому секретарю диссертационного совета.
Факс: + 7 (347) 282-37-59

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте
ИПСМ РАН по адресу: <http://www.imsr.ru/>

Автореферат разослан «_____» _____ 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физико-математических наук

Имаев Марсель Фаниревич



ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования.

Постоянно растущие потребности рынка в высокопрочных металлических материалах вынуждают искать новые неметаллургические пути их получения. Известно, что высокопрочное состояние металлов и сплавов может быть обеспечено за счет формирования в них ультрамелкозернистой (УМЗ) и/или нанокристаллической (НК) (с размером зерна/кристаллита менее 1 и 0,1 мкм, соответственно) структуры при интенсивной пластической деформации (ИПД). Для этого, как правило, требуются специальные методы обработки и оборудование, обеспечивающие деформацию заготовок с большими степенями ($\epsilon \gg 1$), что значительно усложняет и сам процесс, и его реализацию. Более простой подход подразумевает использование традиционных промышленных методов деформации в условиях максимально подавляющих возврат. К таким методам, в первую очередь, относится прокатка при криогенных (ниже температуры жидкого азота) температурах.

ИПД алюминиевые сплавы, наряду с высокой прочностью, обычно обладают пониженной пластичностью и вязкостью, что существенно снижает потенциал их применения и заставляет больше внимания уделять развитию стратегии повышения баланса свойств. При этом критическим становится выбор схемы и режимов всех этапов термомеханической обработки (ТМО), в том числе пост-ИПД термической обработки (ТО), обеспечивающих повышение пластичности и вязкости с минимальной потерей прочности. Для этого термонеупрочняемые сплавы после ИПД обычно подвергают отжигу, формирующему более равновесные структуры той же дисперсности. При этом их прочность уменьшается незначительно, а пластичность и вязкость могут быть многократно повышены. Большой интерес и сложности вызывают сложнолегированные термоупрочняемые сплавы, структуро- и свойство-формирование которых при ТМО с ИПД в значительной степени контролируется распадом алюминиевого твердого раствора и его продуктами.

Цель работы – изучение потенциала ТМО термоупрочняемого алюминиевого сплава Д16, сочетающей криопробатку (КП) и упрочняющую термообработку, для реализации структурных состояний, обеспечивающих его высокую прочность, а также уникальный баланс параметров конструкционной прочности.

Частные задачи:

1. Исследовать эффект КП до $\epsilon \sim 3,5$ на структуру, фазовый состав, механические свойства и сопротивление межкристаллитной коррозии (МКК) сплава.
2. Исследовать феноменологию и природу структурно-фазовых превращений при естественном и искусственном старении КП сплава.

3. Определить режимы ТМО, обеспечивающие достижение наибольшей прочности сплава, а также улучшенных параметров его конструкционной прочности.

4. Развить физические представления о процессах, обеспечивающих достижение указанных выше состояний.

5. Оценить потенциал возможного использования полученных результатов в промышленности.

Научная новизна:

1. Впервые исследовано структурно-механическое поведение и оценены параметры конструкционной прочности алюминиевого сплава Д16 системы Al-Cu-Mg, подвергнутого большим пластическим деформациям, реализованным изотермической прокаткой при температуре жидкого азота.

2. Установлено, что новые наноразмерные зерна при криопротатке предварительно закаленного сплава Д16 формируются посредством развития непрерывной динамической рекристаллизации. Вследствие слабой термической активации наноструктурирование затруднено и прокатка даже с $\epsilon \sim 3,5$ приводит к формированию лишь смешанной структуры с долей зерен нанометрического размера менее 50%.

3. Обнаружено, что криопротатка до $\epsilon \sim 2,0$ уменьшает на $0,005 \text{ \AA}$ параметр решетки матрицы предварительно закаленного сплава Д16, а с дальнейшим ростом степени, напротив, увеличивает его на $0,003 \text{ \AA}$.

4. Показано, что пост-деформационное старение криопротатанного сплава Д16 может одновременно повысить показатели его статической прочности, пластичности, трещиностойкости и сопротивления межкристаллитной коррозии.

Практическая ценность:

1. Изучены особенности структурного и механического поведения сплава Д16 при термомеханической обработке, сочетающей упрочняющую термическую обработку и большую пластическую деформацию при отрицательных температурах.

2. Разработаны научные основы технологии получения высокопрочных криокатаных листов из среднепрочного сплава Д16, способных конкурировать с полуфабрикатами из высокопрочных алюминиевых сплавов.

3. Показано, что ТМО сплава Д16 с криопротаткой позволяет придать ему как уникальный уровень параметров статической прочности при комнатной температуре, так и уникальный баланс его прочности и пластичности (предел текучести 610 МПа при относительном удлинении 10 %) при параметрах трещиностойкости и сопротивления межкристаллитной коррозии на уровне стандартно термообработанного по режиму Т1 прессованного полуфабриката.

Достоверность экспериментальных данных обеспечивается применением аттестованного и поверенного экспериментального оборудования, использованием взаимодополняющих стандартизованных

методов структурного и фазового анализа, устойчивой воспроизводимостью результатов, статистически значимым количеством измерений, а также сравнением полученных результатов с данными других исследователей.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Закономерности структурных и фазовых изменений в закаленном сплаве Д16 в процессе криопробки в интервале степеней $e \sim 0,9 \dots 3,5$.
2. Особенности структурно-фазовых изменений в криопробанном сплаве при пост-деформационном отжиге.
3. Комплекс механических и коррозионных свойств сплава, после ТМО, включающей закалку, криопробку и старение.

Апробация работы. Основные материалы диссертации докладывались на: Всероссийских зимних школах-семинарах аспирантов и молодых ученых «Актуальные проблемы науки и техники» (г. Уфа, Россия, 2010, 2011 гг.), Открытых школах-конференциях стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» (УМЗНМ) (г. Уфа, Россия, 2010, 2012, 2014 гг.), IV Всероссийской конференции по наноматериалам «Нано-2011» (Москва, Россия, 2011 г.), 5-ой Международной конференции «Nanomaterials by Severe Plastic Deformation» (г. Нанкин, КНР, 2011), 3-ем Международном симпозиуме «Bulk Nanostructured Materials: from fundamentals to innovations» (BNM-2011) (г. Уфа, Россия, 2011), 52-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (АПП) (г. Уфа, Россия, 2012 г.), 7-ой Международной конференции «Material Technologies and Modeling «ММТ-2012»» (г. Ариэль, Израиль, 2012), III и V Международных конференциях «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (DFMN) (Москва, Россия, 2009, 2013), XII Международной конференции «Nanostructured Materials» (Москва, Россия, 2014), XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов» (г. Самара, Россия, 2015), 11-й Международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии» (СММТ) (Санкт-Петербург, Россия, 2015), 12-й Международной конференции «Superplasticity in Advanced Materials» (ICSAM) (Токио, Япония, 2015).

Публикации. Основные результаты работы опубликованы в 12 научных статьях в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ и в 30 статьях и тезисах в сборниках трудов конференций.

Номер темы. Основные исследования по теме диссертации выполнены в лаборатории 08 «Материаловедение и технологии легких сплавов» ФГБУН ИПСМ РАН в рамках плановых тем РАН (№№ 0120105309, 01201358648 и 01201455195), а также Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы №14.740.11.0278 «Разработка научных основ технологии производства криопробанных высокопрочных и обладающих улучшенными параметрами конструкционной прочности алюминиевых листов из сплавов Д16» и проекта РФФИ № 08-08-12135 «Наноструктурирование интенсивной пластической

деформацией и предельная прочность промышленных деформируемых алюминиевых сплавов».

Личный вклад автора. Автор принимал непосредственное участие в постановке и проведении ТМО, металлографических, электронно-микроскопических и рентгеноструктурных исследований, механических и коррозионных испытаний, а также в обсуждении результатов и написании статей и тезисов. Автор лично представил большинство заявленных докладов на указанных выше научных форумах.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка условных обозначений и сокращений и списка литературы из 171 наименования. Общий объем диссертации 138 страниц, в том числе 40 рисунков и 9 таблиц.

Автор считает своим долгом выразить благодарность к.т.н. Е.В. Автократовой и к.ф.-м.н. О.Ш. Ситдикову за помощь в получении и обсуждении ряда результатов, а также инженеру П.А. Классману за помощь в выполнении криогенной прокатки.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы исследований, описана степень ее разработанности, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, показаны научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, описаны подходы и методология исследования, приведены основные положения, выносимые на защиту, степень достоверности и апробация результатов.

В **первой главе** приведены и проанализированы данные литературы о процессах структурных и фазовых превращений в алюминиевых сплавах при низкотемпературной деформации, в том числе при ИПД, и пост-деформационной ТО. Проанализирована взаимосвязь структурных и фазовых изменений на различных этапах обработки сплавов. Рассмотрены основные факторы, влияющие на параметры конструкционной прочности сплавов, а также их уровни, достигнутые в ИПД сплавах.

Во **второй главе** описаны материал исследования, методы и режимы ТМО с криопрокаткой, методы исследования и определяемые параметры структуры и фазового состава, механических и коррозионных свойств.

В **третьей главе** приведены и проанализированы экспериментальные данные по влиянию степени деформации при КП на структуру и фазовый состав предварительно закаленного сплава Д16.

С использованием оптической металлографии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии (ОМ, СЭМ и ПЭМ) обнаружено, что после КП с $\epsilon \sim 0,9$ тип зеренной структуры сплава не изменился и остался преимущественно волокнистым (рис. 1). При этом волокнистые зерна приобрели форму блинов (pancake) и одновременно с увеличением их длины и уменьшением толщины (S_B), в некоторых отмечалась фрагментация –

деление на части новыми поперечными высокоугловыми границами (ВУГ). Внутри волокнистых зерен и фрагментов формировалась развитая ячеистая структура с высокой плотностью дислокаций (ρ) и неоднородной сеткой малоугловых границ (МУГ) (рис.1 и табл.1). При этом плотность дислокаций была того же порядка, что и в НК материалах, полученных ИПД при комнатной температуре со значительно большими степенями. В структуре КП сплава были обнаружены лишь отдельные нанозерна размером (D_3) ~ 130 нм (рис. 1в и табл.1) с типичным для сильнодеформированных структур ПЭМ контрастом. Спектр разориентировок границ был как в исходном прутке бимодальным, но с меньшим средним углом разориентировок границ (Θ_{cp}) $\sim 8^\circ$ и меньшей долей высокоугловых границ ($N_{ВУГ}/N$) (ВУГ) $\sim 13\%$.

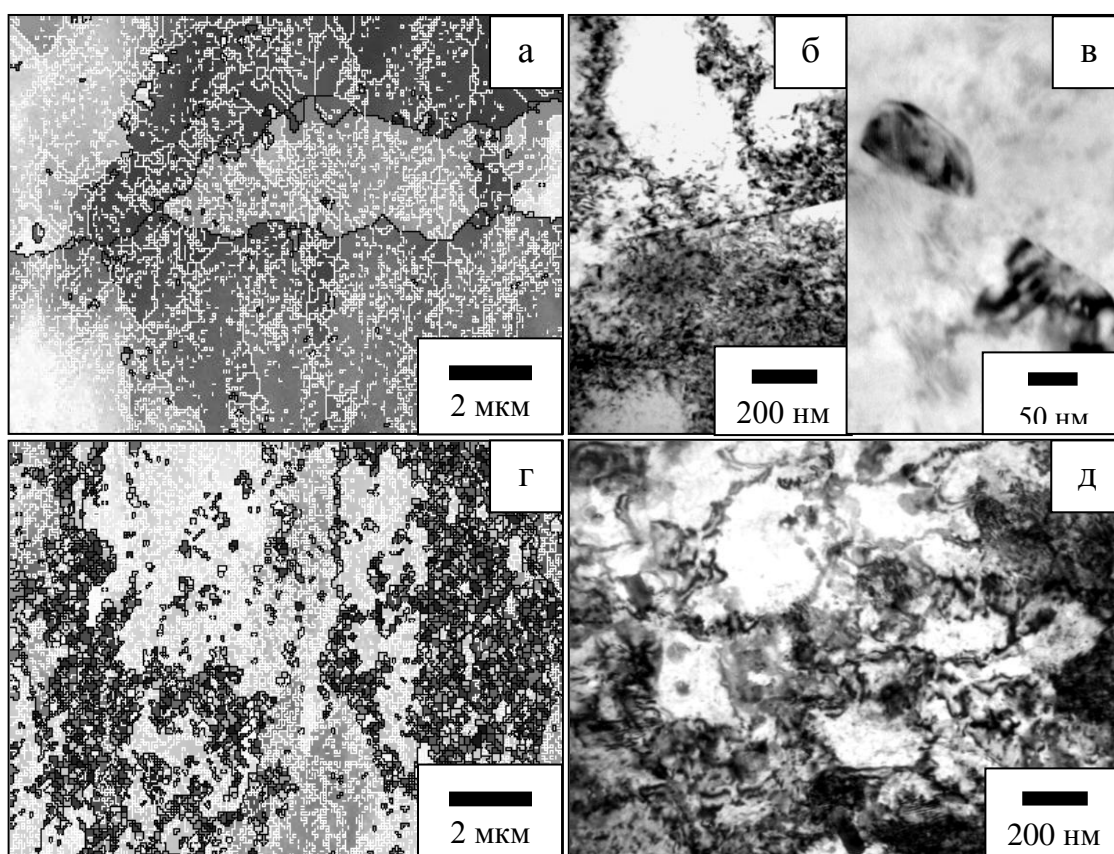


Рисунок 1 – СЭМ-EBSD (а, г) и ПЭМ (б, в, д) структуры криопрокатанного с $\epsilon \sim 0,9$ (а-в) и $\epsilon \sim 3,5$ (г, д) сплава Д16

При КП в интервале $\epsilon \sim 0,9-2,0$ повышалась однородность ячеистой структуры, а волокнистые зерна утонялись до размеров рекристаллизованных в исходном прутке. При этом плотность дислокаций, доля ВУГ и Θ_{cp} увеличивались незначительно (табл. 1). К заметным изменениям параметров структуры можно было отнести уменьшение размера субзерна (табл. 1), уменьшение ширины границ ячеек и более выраженный полосовой характер ячеистой структуры из-за того, что ячейки меньшего размера «формировали» полосы сдвига, которые были разделены более крупными ячейками с меньшей плотностью дислокаций.

КП с $\epsilon \sim 3,5$ привела к качественным изменениям строения сплава (рис. 1 и табл. 1). На фоне еще более тонких ($\sim 5-7$ мкм) и фрагментированных

волокнистых зерен, в сплаве сформировалась смешанная структура, состоящая из чередующихся областей равноосных субзерен ($D_{сз}$) размером ~ 150 нм, и областей новых, мелких зерен того же размера, доля (V_3) которых доходила до 45%. При этом плотность дислокаций практически не изменилась, а границы зерен и субзерен стали еще более четкими и тонкими. Доля ВУГ в такой структуре достигла 70 %, а спектр разориентировок границ стал близким к теоретическому распределению с максимумом около 45° и средним углом $\sim 31^\circ$.

Табл. 1. Параметры структуры сплава Д16 в различных состояниях

Состояние	S_B , мкм	D_3 , мкм	V_3 , %	$N_{ВУГ}/N$, %	$\Theta_{ср}$, град	$D_{сз}$, мкм*	ρ , 10^{14} м^{-2}
Исходное	100-200	5	4-5	27	16	5/4	0,8
КП $\epsilon \sim 0,9$	20-30	0,13	1-2	13	8	0,54/0,66	6,1
КП $\epsilon \sim 2,0$	10-20	0,13	1-2	11	8	0,48/0,42	7,2
КП $\epsilon \sim 3,5$	5-7	0,15	44-45	71	31	0,15/0,17	7,2

* вдоль/поперек направления прокатки.

Таким образом, можно заключить, что при КП сплава сначала формируются слаборазориентированные дислокационные структуры с широкими границами, затем происходит их совершенствование и утонение дислокационных границ. Активное формирование ВУГ и новых зерен начинается при степенях $\epsilon \sim 2,0$ и при степенях $\epsilon \sim 3,5$ все еще не завершается.

Из данных РСА следует, что вследствие накопления высокой плотности дефектов кристаллического строения, КП приводит к значительному уширению рентгеновских пиков от алюминиевого твердого раствора. При этом изменения интенсивности пиков от основных упрочняющих S (Al_2CuMg) и θ (Al_2Cu) фаз были незначительны, что означало отсутствие активного динамического старения при КП. В результате, твердый раствор в криопрокатанном сплаве оставался пересыщенным основными легирующими элементами и способным к последующему старению.

Обнаружена немонотонная зависимость параметра решетки от степени деформации сплава (рис. 2). Сначала, с ростом степени деформации до $\epsilon \sim 0,9$, параметр резко уменьшался, затем изменялся слабо и при $\epsilon > 2$ также резко увеличивался, однако к $\epsilon \sim 3,5$ не достигал исходного уровня. Уменьшение и последующая стабилизация параметра решетки, видимо, были вызваны резким повышением плотности дефектов, а также формированием и совершенствованием ячеистой структуры, соответственно. Последующее же увеличение параметра, вероятно, было обусловлено релаксацией внутренних напряжений за счет формирования высокоугловых границ и новых зерен.

Кроме того, на его величине все же могло сказаться и динамическое старение, хотя и не было зафиксировано методами РСА. Однако с большой долей вероятности можно предположить, что распад алюминиевого твердого раствора с образованием кластеров и/или зон Гинье-Престона-Багаряцкого (ЗГПБ) все же имел место. При этом выделение магния должно было сопровождаться уменьшением параметра решетки, а выделение меди - его увеличением. Таким образом, полученные данные свидетельствовали в пользу большей вероятности выделения θ -фазы с ростом степени деформации.

Четвертая глава посвящена анализу структурно-фазовых превращений при отжиге КП сплава. Вследствие сохранения пересыщенности алюминиевого твердого раствора при КП, при последующем нагреве сплава до комнатной температуры и выше одновременно развивались два процесса – возврат и распад твердого раствора.

При вылеживании при комнатной температуре длительностью более 10 часов отмечалось повышение твердости сплава, при этом степень его упрочнения возрастала со степенью деформации. В результате, сплав демонстрировал максимальную микротвердость ~ 190 HV после КП с $\epsilon \sim 3,5$. Такое поведение могло быть вызвано только превалированием дисперсионного твердения над процессами возврата, приводящим к повышению твердости сплава за счет закрепления дислокаций предвыделениями и зонами, обогащенными магнием и медью.

Обнаружена схожесть в поведении при искусственном старении при 100 и 150 °С сплава без и после КП. Так стадии упрочнения и разупрочнения на кинетических кривых старения обоих состояний сплава при 100 °С были практически параллельны (рис. 3). Отличие отмечалось лишь на начальном этапе старения, на котором твердость недеформированного сплава не изменялась, а деформированного – заметно уменьшалась. Причина - более интенсивное разупрочнение последнего за счет возврата деформационной структуры матрицы, чем ее упрочнение от старения. Пик же твердости, обусловленный распадом твердого раствора и формированием ЗГПБ, наблюдался для обоих состояний после 10-12 часов, затем следовало разупрочнение, причем исходного прутка более сильное. При этом максимальные значения их твердости лишь незначительно превышали

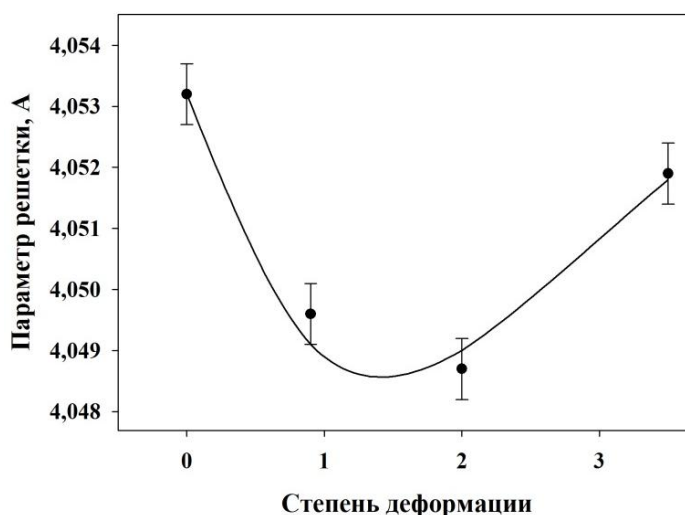


Рисунок 2 – Изменение параметра кристаллической решетки сплава Д16 в зависимости от степени криогенной прокатки

соответствующие уровни, зафиксированные перед старением. С повышением температуры старения до 150 °С недеформированный сплав практически вел себя так же (рис. 3). А поведение КП сплава отличалось тем, что при всех исследованных выдержках превалировал эффект дисперсионного твердения, приведший не только к появлению явных экстремумов, но и к «усилению» на 20-30 HV эффекта деформационного упрочнения от КП.

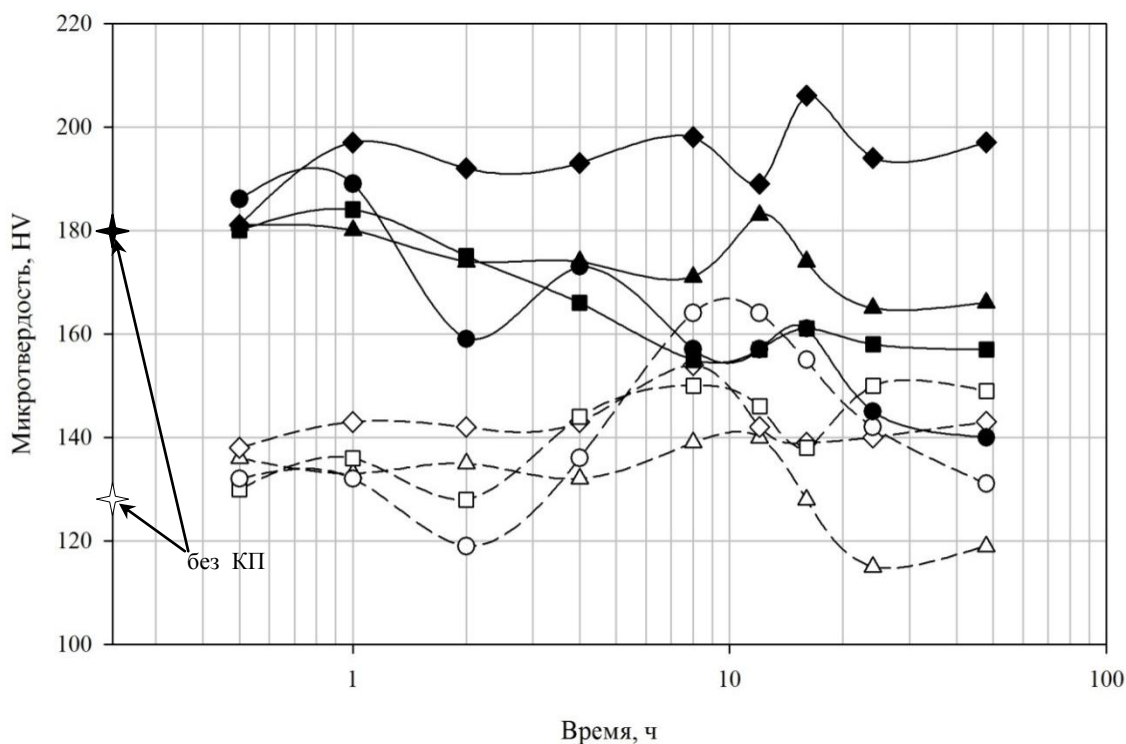


Рисунок 3 – Изменения твердости закаленного (символы без заливки) и криопрокатанного (символы с заливкой) сплава при старении при 100 (Δ), 150 (◇), 170 (□) и 190 °С (○).

Иная по сути и тенденциям ситуация отмечалась при старении сплава при 170 и 190 °С. На кинетических кривых изменения твердости прутка четко просматривались два пика. Первый, вероятно, был вызван упрочнением матрицы ЗГПБ, а второй - частицами метастабильных S' и θ' фаз, формирование которых повысило его твердость на 25-35 HV. Поведение же КП сплава при отжиге при обеих температурах было иным: сначала сплав упрочнялся до 190-210 HV при выдержке ~1 час, а затем разупрочнялся до уровня аналогично состаренного недеформированного сплава.

Признаки возврата структуры матрицы, протекавшего при вылеживании сплава при комнатной температуре, методами ПЭМ выявить не удалось (рис. 4). После же длительного старения при 150°С участки субзеренной структуры, свидетельствовавшие о развитии процессов возврата и полигонизации, можно было легко обнаружить. При этом размер ячеек практически не изменялся и в структуре, также как и после криопрокатки,

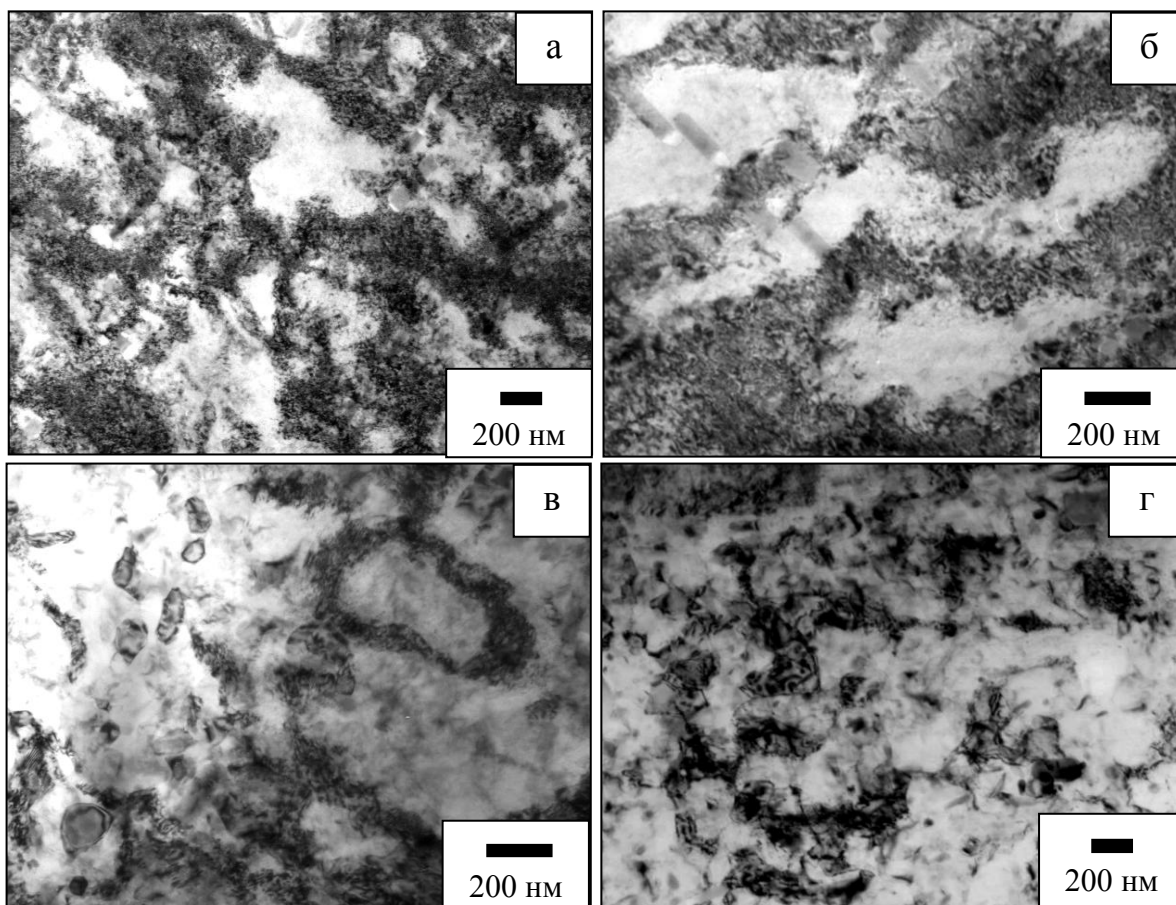


Рисунок 4 – ПЭМ структура сплава после КП с $\epsilon \sim 2,0$ и старения при 20°C, 144 ч (а), 100°C, 12 ч (б), 150°C, 16 ч (в) и 190°C, 12 ч (г)

присутствовали лишь отдельные нанозерна и снижалась до $4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ плотность дислокаций.

С повышением температуры старения сплава до 170 °С трансформация его деформационной структуры в равновесную еще более облегчалась вследствие активизации кроме возврата и статической рекристаллизации, причем на фоне более активного распада твердого раствора. Формировалась смешанная структура, аналогичная структуре после КП с $\epsilon \sim 3,5$, и состоящая из областей новых НК зерен, и нерекристаллизованных областей. При этом новые зерна отличались четким экстинкционным ПЭМ контрастом границ и отсутствием в теле дислокаций. Еще более активно возврат и рекристаллизация проходили при 190 °С: после 12 часов старения плотность дислокаций снизилась до $(2-3) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, размер ячеек уменьшился в 2 раза (рис. 5б) и составил 170-200 нм, а объемная доля нанозерен достигла 15-20 % на фоне увеличения доли ВУГ до 40% и угла $\Theta_{\text{ср}}$ до 24°.

Распад пересыщенного твердого раствора при естественном старении КП сплава происходил с выделением кластеров и зон, обогащенных магнием и медью, преимущественно на элементах дислокационной структуры, сферической формы и нанометрического размера (~5-10 нм) (рис. 6а). После же старения при 100 °С, 12 ч размер упрочняющих фаз и их плотность были почти в два раза больше (рис. 6б). С увеличением температуры и

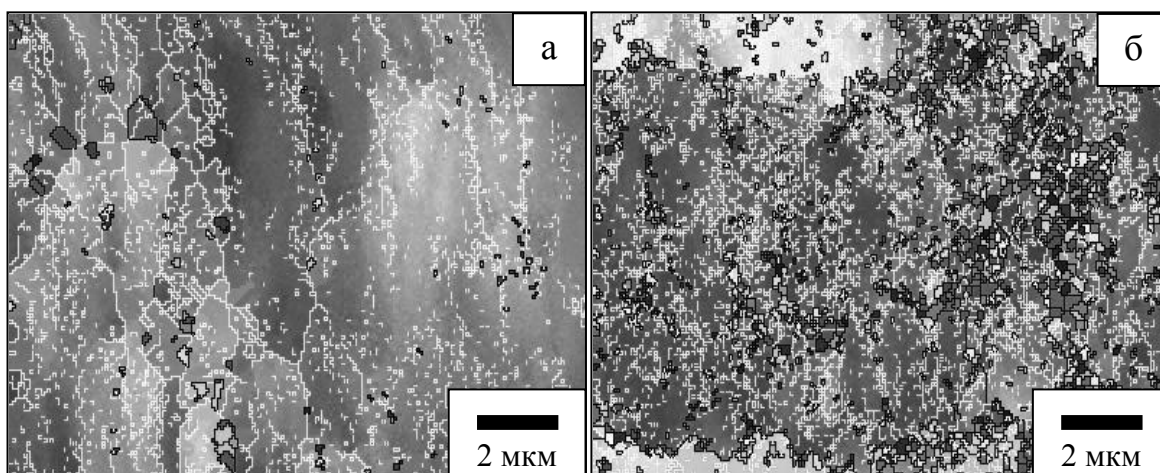


Рисунок 5 – СЭМ-EBSD структура сплава после КП с $\epsilon \sim 2,0$ и старения при 100 (а) и 190 °С (б) в течение 12 часов

длительности старения морфология фаз изменялась. Так после 16 часовой выдержки при 150 °С наблюдали преимущественно вытянутые частицы веретенообразной формы 20-30 нм в длину и 5-10 нм в ширину (рис. 6в). При более высоких температурах отмечался «бимодальный» распад: в областях возврата - внутри ячеек, свободных от дислокаций, формировались вытянутые веретенообразные частицы длиной 50-70 нм и шириной 30-50 нм, областях с рекристаллизованной структурой - компактные частицы длиной

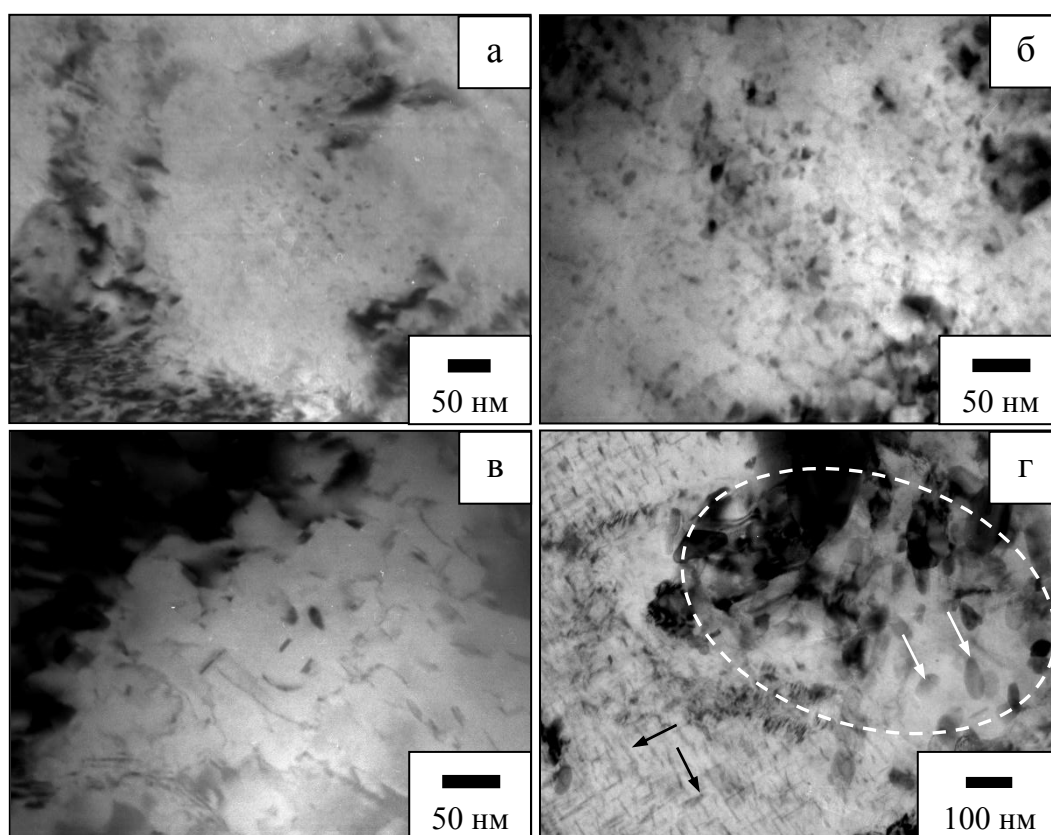


Рисунок 6 – Упрочняющие частицы в сплаве после прокатки с $\epsilon \sim 2,0$ и старения при 20 °С в течение 144 ч (а), 100 °С в течение 12 ч (б), 150 °С в течение 16 ч (в) и 190 °С в течение 12 ч (г)

30-50 нм и шириной 20-30 нм (рис. 6г). Формирование таких продуктов было обусловлено разным уровнем микронапряжений решетки в областях возврата и рекристаллизации.

Из данных РСА на рисунке 7, следует, что КП сплава не только активизировала распад твердого раствора, но и привела к увеличению объемной доли выделений θ -фазы. Приняв во внимание эти данные и то, что судя по обнаруженной в ПЭМ разнице в морфологии фаз, можно было предположить, что при всех исследованных режимах старения S-фаза и/или ее метастабильные модификации формируются в виде пластинчатых выделений и вносят соответствующий вклад в упрочнение матрицы. В то же время, θ -фаза формируется преимущественно в виде компактных частиц в областях, где активно протекают рекристаллизационные процессы, явно внося меньший упрочняющий эффект и приводя к меньшей прочности этих участков и, соответственно, к разупрочнению сплава. Косвенным подтверждением этому служил и обнаруженный характер изменений параметра решетки алюминиевой матрицы в процессе КП.

Физической предпосылкой выделения фаз различного состава при старении криопрокатанного сплава могла быть разница коэффициентов диффузии меди и магния в алюминии. Известно, что повышение плотности дефектов кристаллического строения облегчает диффузию легирующих элементов. При низкотемпературном старении криопрокатанного сплава с сильнодеформированной матрицей этот эффект несомненно имел место и ускорил диффузию как атомов меди (атомный радиус 0,126 нм), так и магния (атомный радиус 0,160 нм), обеспечив их перераспределение, необходимое и достаточное для ускоренного формирования обеих фаз. Когда же старение при высоких температурах приводило к формированию смешанной структуры, в областях с равновесной рекристаллизованной структурой диффузия атомов магния, в силу их большего размера, затруднялась сильнее, приводя к более быстрому перераспределению атомов меди в теле зерен и более активному формированию θ -фазы.

В пятой главе приведены результаты оценки параметров

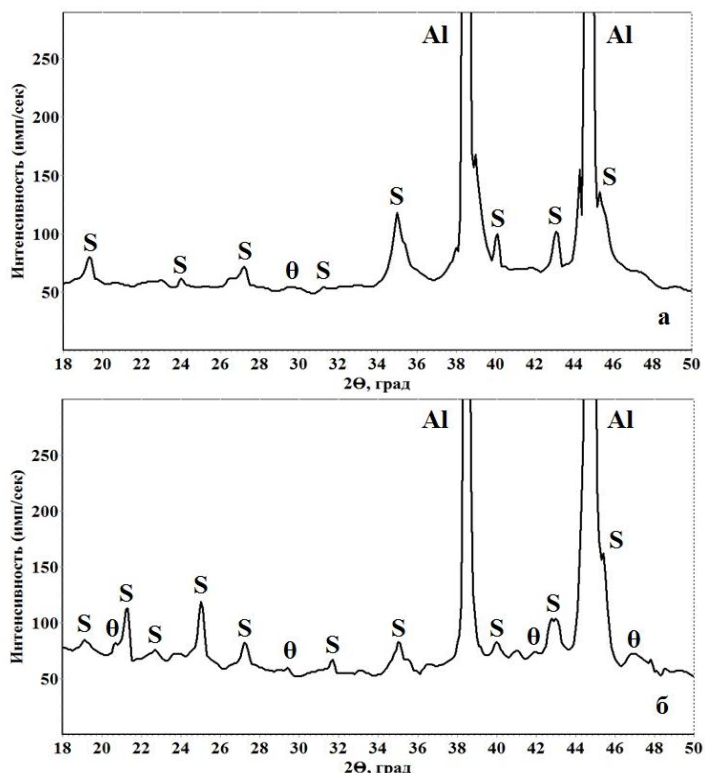


Рисунок 7 – Дифрактограммы состаренного при 190 °С, 12 часов сплава без (а) и после КП с $\epsilon \sim 2,0$ (б).

конструкционной прочности КП сплава.

Механические свойства. Обнаружено, что прокатка и последующее вылеживание сплава в течение 6 суток (состояние КП+ЕС) приводят к сочетанию параметров уникально высокой прочности, удовлетворительной пластичности и низкой трещиностойкости – удельной работы зарождения и роста трещины (A_z и A_p) (табл. 2). Такой результат достигнут, прежде всего, за счет структурного упрочнения от формирования при КП развитой наноячейистой структуры, а также за счет активизации зонного распада предварительно пересыщенного и сильнодеформированного алюминиевого твердого раствора. Искусственное же старение прокатанного сплава по серийному режиму (состояние КП+ИС) привело к его заметному разупрочнению, причем практически до уровня, достигаемого в результате дисперсионного твердения при упрочняющей ТО по режиму Т1. Причина – наложение и интенсивное протекание процессов распада твердого раствора, возврата и рекристаллизации деформационной структуры. Таким образом, установлено, что эффект структурного упрочнения сплава, обусловленный большой низкотемпературной пластической деформацией, теряется при последующем отжиге даже при температурах и длительностях, соответствующих стандартным режимам его искусственного старения. Кроме того, несмотря на сильное разупрочнение, показатели пластичности и трещиностойкости КП сплава после такого отжига увеличивались незначительно. Соответственно, старение сплава по стандартным режимам «сводит на нет» все усилия, направленные на повышение его свойств ТМО с криодеформированием.

Таблица 2. Механические свойства сплава при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	A_p , кДж/м ²	A_z , кДж/м ²	ΣA , кДж/м ²
Т (З + ЕС)*	280/-**	430/-	19,0/-	-	-	-
Т1 (З + ИС) (190 °С, 12 ч)	390/-	440/-	7,0/-	-	-	-
КП + ЕС (6 суток)	590/505	640/540	5,9/2,0	4/3	27/13	31/16
КП + ИС (190 °С, 12 ч)	405/405	465/435	7,1/2,9	9/4	31/13	40/17
КП + ИС (разраб.)	610/510	665/550	10,4/3,1	18/5	42/18	60/23
КП + Т	285/270	455/430	27,8/20,3	149/80	94/48	243/128
КП + Т1	375/365	465/450	12,0/8,6	48/18	90/28	138/46

* З – закалка, ЕС – естественное старение, ИС – искусственное старение,

** образцы долевые (ДП)/поперечные (ПД)

Исправить ситуацию позволило изменение режимов искусственного старения КП сплава. При этом, наряду с дополнительным упрочнением сплава до $\sigma_{0,2}=610$ МПа и $\sigma_B=665$ МПа, одновременно удалось добиться повышения и параметров его пластичности и трещиностойкости, придав сплаву уникальный баланс механических свойств, характеризующий его повышенную конструкционную прочность в условиях статического нагружения при комнатной температуре. Так сплав после КП и старения по разработанному режиму демонстрировал уникально высокую для него прочность и наилучшее сочетание прочности и пластичности при одноосном растяжении. При этом его трещиностойкость также превышала уровень, достигаемый после криопрокатки и старения по серийным режимам: работа разрушения ДП и ПД образцов составила 60 и 23 кДж/м², соответственно (табл. 2). Хотя эти величины были значительно меньше обнаруженных в криопрокатанном и стандартно термоупрочненном (КП+Т и КП+Т1) сплаве, однако, надо иметь в виду, что при этом КП сплав после перезакалки полностью терял эффект структурного упрочнения, достигнутый при прокатке, и параметры его статической прочности при растяжении при комнатной температуре снижались до уровня, фиксируемого в состоянии Т1.

Анализ параметров трещиностойкости сплава также показал, что во всех исследованных состояниях, кроме состояния КП+Т, работа зарождения трещины, как в образцах ДП, так и образцах ПД, значительно превышает работу, затрачиваемую на ее распространение. Такое поведение характерно для малопластичных материалов, демонстрирующих относительно низкую вязкость. При этом в образцах ДП работа зарождения трещины в 2,0-2,5 раза, а работа распространения трещины – в 1,5-3,5 раза была выше, чем в образцах ПД. Вероятно, это связано с тем, что зарождение и распространение трещины вдоль волокон и строчек вторых фаз (образцы ПД) было легче, чем поперек их, и меньше зависело от особенностей зеренного строения сплава, а определялось преимущественно строчечностью, которая во всех деформированных состояниях была одинакова.

Соппротивление межкристаллитной коррозии (МКК). Обнаружено, что поверхность контакта с коррозионной средой исходного прутка в состоянии Т, в целом, осталась неповрежденной, наблюдались лишь единичные мелкие локальные поражения. А в прутке в состоянии Т1 очаги были заметно больше. При этом вдоль контактной поверхности они были распределены неравномерно, а их ветвистая форма свидетельствовала о развитии коррозии, как по границам волокон, так и субзеренным малоугловым границам.

В криопрокатанном и естественно-состаренном сплаве, в отличие от недеформированного состояния (Т), МКК проникла на большую глубину и прошла с большей интенсивностью (табл. 3). Однако, несмотря на заметное относительное увеличение обоих параметров, изменение абсолютных значений было не столь значимым. Несколько по-другому вел себя прокатанный и искусственно-состаренный по стандартному режиму сплав. Помимо того, что он обладал наименьшим сопротивлением МКК из исследованных состояний, интенсивность коррозии сплава в результате

криопротатки увеличилась почти вдвое и прокорродировавшей оказалась практически вся контактная поверхность при глубине очагов, соизмеримой с наблюдаемой в недеформированном Т1 сплаве (табл. 3). Проведение же искусственного старения КП сплава по разработанному режиму заметно снизило и интенсивность, и глубину его МКК.

Таблица 3. Параметры сопротивления МКК сплава при комнатной температуре

Состояние	Глубина, мкм	Интенсивность, %
Т	25	4
Т1	525	50
КП + ЕС	35	14
КП + ИС (190 °С, 12 ч)	475	88
КП + ИС (разраб.)	50	23

Судя по морфологии очагов поражения, вне зависимости от режимов обработки сплава, МКК в основном развивалась вдоль границ волокон, на которых были расположены строчки избыточных фаз и было возможным формирование обедненных медью и магнием зон свободных от вторичных выделений упрочняющих фаз (рис. 8). Как отмечалось выше, при криодеформации сплава волокна вытягивались, а их толщина уменьшалась, приводя, соответственно, к уменьшению расстояния между строчками. При этом одновременно происходило и дробление крупных частиц избыточных фаз. В результате, на контактной поверхности образцов из прокатанного сплава плотность таких частиц была выше, так как строчки представляли собой более узкие цепочки частиц, причем с большей плотностью частиц и меньшим межчастичным расстоянием как вдоль, так и поперек волокон. Кроме того, при прокатке увеличивалась плотность дефектов кристаллического строения, главным образом дислокаций, и замещение субструктуры пресс-эффекта более дисперсной ячеистой структурой.

Основной же эффект на МКК криопротатанного сплава оказал распад предварительно пересыщенного алюминиевого твердого раствора и его продукты. Вылеживание при комнатной температуре как недеформированного, так и КП сплава привело лишь к образованию ЗГПБ. А из-за когерентности кристаллических решеток зон и матрицы сплава, первые не оказали значимого влияния, как на интенсивность, так и на глубину МКК. Если при искусственном старении недеформированного сплава формировались преимущественно полукогерентные пластинчатые выделения S-фазы, то это приводило к увеличению разности электрохимических

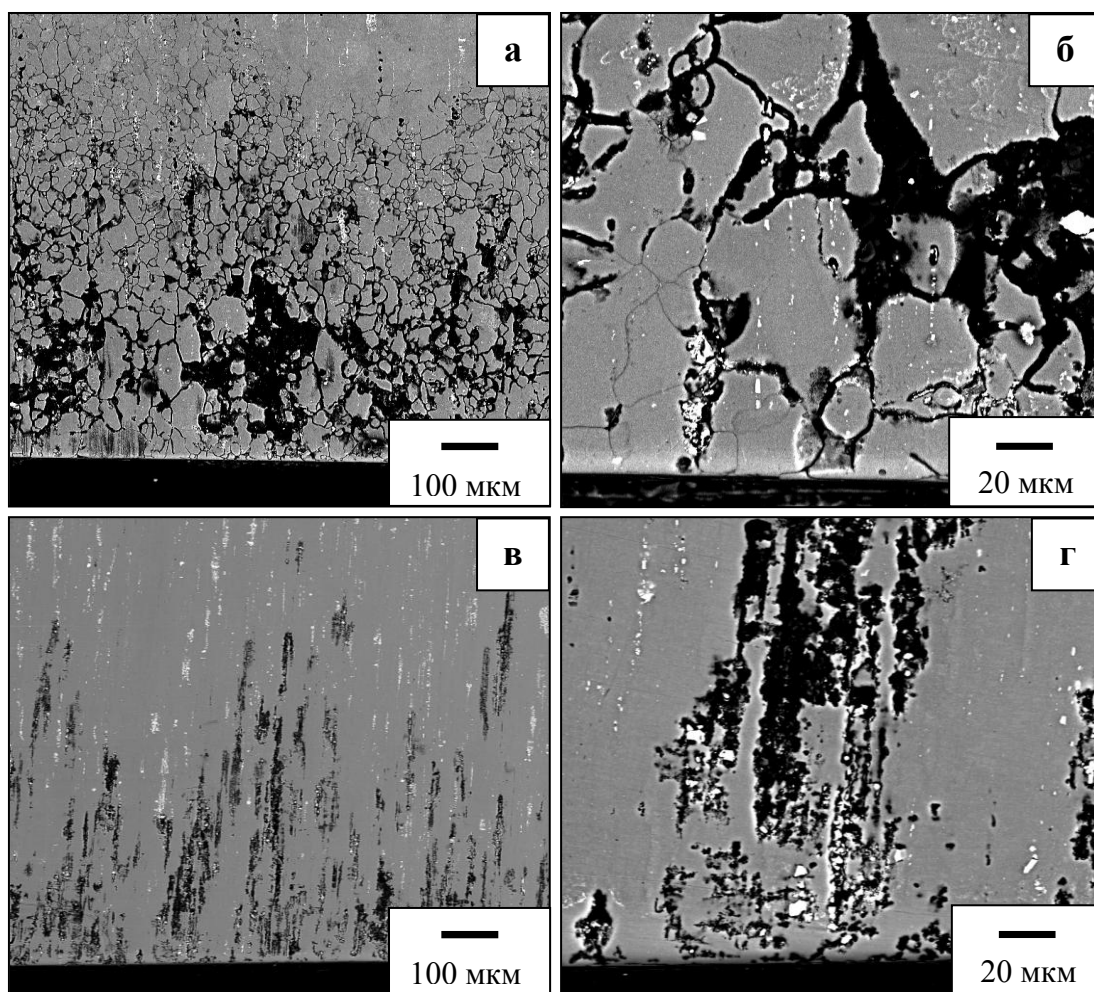


Рисунок 8 – Очаги коррозионного поражения алюминиевого сплава Д16 после закалки и ИС при 190°С, 12 ч (а,б) и после КП с $e \sim 2,0$ и ИС при 190°С, 12 ч (в,г).

потенциалов на границе фаза/матрица и вызывало более интенсивную, чем в состоянии Т (после вылеживания) коррозию сплава (рис. 8, табл. 3).

Эффект же КП, выразившийся в увеличении интенсивности МКК, обусловлен синергией выше рассмотренных факторов, а также влиянием рекристаллизационных процессов на кинетику и стадийность распада, и морфологию его продуктов. А именно, при ИС крипрокатанного сплава в рекристаллизованных участках формировались компактные некогерентные выделения стабильных фаз. Именно они, по-видимому, и интенсифицировали коррозию сплава.

В шестой главе приведены рекомендации по промышленному использованию результатов работы.

Показано, что листы из сплава Д16, подвергнутого КП и последующему старению по разработанному режиму, благодаря уникальному сочетанию параметров конструкционной прочности и удельной стоимости базового материала, могут составить успешную конкуренцию другим известным конструкционным материалам при производстве изделий и конструкций ответственного назначения. Например, при прочих равных

требованиях, более дорогие алюминиевые и титановые сплавы и композиты на их основе могут быть заменены криодеформированными алюминиевыми листами из сплавов типа Д16 для изготовления элементов конструкций, для которых снижение веса является критичным.

Полученные в работе результаты могут быть рекомендованы для использования в ИМЕТ РАН, ИФМ УрО РАН, ОАО «ВИАМ», ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей», НПО «Энергия», авиационных конструкторских бюро, других организациях и учреждениях, занимающихся разработкой, внедрением и производством спецтехники, а также новых материалов и технологических процессов.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Изменение структуры закаленного сплава Д16 при криогенной прокатке при температуре жидкого азота до степеней $\epsilon \sim 2$ протекает в направлении от однородного распределения дислокаций к образованию полос, содержащих ячеистую структуру, и ее совершенствование. При больших степенях деформации имеет место наноструктурирование с формированием смешанной структуры с размером зерен и субзерен 100-200 нм. При этом в процессе прокатки в 8-9 раз увеличивается плотность дислокаций, в три раза повышаются микронапряжения кристаллической решетки, а ее параметр изменяется немонотонно: сначала, до $\epsilon \sim 0,9$, он резко уменьшается, а затем повышается, приближаясь к значениям в состаренном на максимальную прочность сплаве. Одновременно, криогенная деформация не вызывает значимого динамического старения сплава, регистрируемого методами ПЭМ и РСА, а алюминиевый твердый раствор остается пересыщенным основными легирующими элементами и способным к последующему старению.

2. ТМО горячепрессованного сплава Д16, включающая закалку, многопереходную изотермическую прокатку при температуре жидкого азота до суммарной степени $\epsilon \sim 2$ и естественное старение, обеспечивает достижение высокопрочного состояния с $\sigma_{0,2} = 590$ МПа, $\sigma_B = 640$ МПа и $\delta = 5,9$ % за счет синергетического эффекта от реализации четырех основных механизмов упрочнения: твердорастворного, дислокационного, зернограницного и дисперсионного.

3. Совмещение структурного и дисперсионного упрочнения при постдеформационном отжиге КП сплава в интервале температур 100-150 °С приводит к заметному повышению его прочности. Максимальное упрочнение достигается при старении с выдержкой 8-16 часов. Дополнительное упрочнение крипрокатанного сплава обусловлено структурными изменениями, протекающими преимущественно на стадии возврата и зонного распада пересыщенного твердого раствора с продуктами в виде нанометрических зон и пластинчатых частиц метастабильных фаз, равномерно распределенных на элементах дислокационной структуры.

4. При более высоких температурах пост-деформационного отжига (вплоть до 190 °С), упрочняющий эффект от криодеформации сохраняется или незначительно усиливается только на начальной стадии (в течение 1 часа), а затем полностью теряется. Интенсивное разупрочнение сплава происходит как за счет возврата и рекристаллизации структуры, так и за счет изменения стадийности распада алюминиевого твердого раствора и природы выделяющихся продуктов. Деформационная структура трансформируется в смешанную, состоящую из областей рекристаллизованных зерен с компактными выделениями и нерекристаллизованных областей со структурой возврата, упрочненных более дисперсными пластинчатыми выделениями.

5. ТМО горячепрессованного сплава Д16, включающая закалку, многопереходную изотермическую прокатку при температуре жидкого азота до суммарной степени $\epsilon \sim 2$ и искусственное старение по разработанному режиму, обеспечивает высокую статическую прочность при растяжении при комнатной температуре и уникальное сочетание прочностных и пластических свойств. Так предел текучести вдоль и поперек направления прокатки составил 610/510 МПа, предел прочности - 665/550 МПа, при относительном удлинении 10,4/3,1 %, соответственно. При этом сплав обладает удовлетворительной трещиностойкостью и сопротивлением межкристаллитной коррозии.

6. Оценка потенциала полученных результатов показала, что по величине удельной прочности, а также по соотношению прочности и базовой стоимости, сплав Д16 после обработки, включающей закалку, криопробатку и старение может успешно конкурировать со многими известными конструкционными материалами не только на алюминиевой основе.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих научных статьях в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ:

1. Маркушев, М.В. Микроструктура и свойства алюминиевого сплава Д16, подвергнутого криогенной прокатке / М.В. Маркушев, Е.В. Автократова, И.Я. Казакулов, С.В. Крымский, М.Ю. Мочалова, М.Ю. Мурашкин, О.Ш. Ситдигов // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 4. – С.36-41.
2. Krymskiy, S.V. Structure and hardness of cryorolled and heat-treated 2xxx aluminum alloy / S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin, O.Sh. Sitdikov // Materials Science Forum. – 2011. – V. 667-669. – P. 925-930.
3. Автократова, Е.В. Особенности структуры алюминиевого сплава Д16, интенсивно деформированного при температуре жидкого азота / Е.В. Автократова, С.В. Крымский, М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдигов // Письма о материалах. – 2011. – Т. 1. – № 2. – С. 92-95.

4. Крымский, С.В. К вопросу о наноструктурировании алюминиевого сплава Д16 с использованием криогенной деформации / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдилов // Перспективные материалы. – 2011. – № 12. – С. 262-266.
5. Крымский, С.В. Твердость криопрокатанного и искусственно состаренного алюминиевого сплава Д16 / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев // Письма о материалах. – 2012. – Т. 2. – № 1. – С. 45-48.
6. Krymskiy, S.V. Strength of cryorolled commercial heat hardenable aluminum alloy with multilevel nanostructure / S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, M.Yu. Murashkin, M.V. Markushev // Reviews on Advanced Materials Science. – 2012. – V. 31. – № 2. – P.145-150.
7. Крымский, С.В. Межкристаллитная коррозия алюминиевого сплава Д16 после криопрокатки и старения / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев // Письма о материалах. – 2012. – Т. 2. – № 4. – С. 227-230.
8. Крымский, С.В. Об эффекте криодеформирования на сопротивление межкристаллитной коррозии алюминиевого сплава Д16 / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев // Перспективные материалы. – 2013. – № 15. – С. 61-66.
9. Маркушев, М.В. Прочность и трещиностойкость криопрокатанного и состаренного алюминиевого сплава Д16 / М.В. Маркушев, Е.В. Автократова, С.В. Крымский, О.Ш. Ситдилов // Перспективные материалы. – 2013. – №15. – С. 74-78.
10. Крымский, С.В. Прочность и трещиностойкость криопрокатанного и состаренного алюминиевого сплава Д16 / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев // Вестник Тамбовского государственного университета. – 2013. – Т.18. – № 4. – С. 1601-1602.
11. Крымский, С.В. Структура алюминиевого сплава Д16 криопрокатанного с различной степенью / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, А.В. Михайловская, М.В. Маркушев // Физика металлов и металловедение. 2015. – Т. 116. – № 7. – С. 714-723.
12. Avtokratova, E. Nanostructuring of 2XXX Aluminum Alloy Under Cryorolling to High Strains / E. Avtokratova, S. Krymskiy, A. Mikhaylovskaya, O. Sitdikov, M. Markushev // Materials Science Forum. – 2016. – V. 838-839. – P. 367-372.