

Structure of ultrafine grained alloy A2024 after combined heat-deformation treatment

A. N. Petrova¹, I. G. Shirinkina¹, I. G. Brodova^{1,†}, L. Kaczmarek², M. Stenglinski²

[†]brodova@imp.uran.ru

¹M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, 18 S. Kovalevskoy st., 620990, Yekaterinburg, Russia

²Technical University of Lodz, 1/15 Stefanovskogo st., 90-924, Lodz, Poland

The present work studies the effect of preliminary heat treatment on the features of ultra fine-grained (UFG) structure formation in Al-Cu-Mg alloy by means of high pressure torsion in Bridgman anvils. Heat treatment was carried out following two regimes: regime 1 included heating to a temperature of 500°C, 16 hours and quenching in water, and regime 2 additionally included two-stage T6I6 aging: 120°C, 1.5 hours and 160°C, 6 hours, after quenching with water quenching after each stage. The number of revolutions of the anvil was $n = 5, 10$, which, according to the calculation, corresponded to the true logarithmic strain $e \approx 5.5, 6.5$. It is shown that after the preliminary two-stage aging T6I6 of coarse-grained alloy fragmented grain/subgrain structure with high dislocation density was formed at $e = 5.5$. The relaxation processes were suppressed by blocking of the grain boundaries by dispersed particles of the strengthening S phase. It was shown that at $e = 6.5$ alloy structure is refined to the nanolevel, and the process of dynamic dissolution of S phase precipitates started parallel. It is accompanied by the appearance of defect-free grains and a mixed structure was formed. In the case of the torsion of hardened coarse-grained alloy, the main mechanism of grain refinement to 450 nm is dynamic recrystallization. At $e = 6.5$ the dynamic aging of the supersaturated Al solid solution becomes the additional relaxation channel of the elastic energy and the hardness of the UFG alloy increases up to 3000 MPa.

Keywords: aluminum alloy, severe plastic deformation, heat deformation, structure, hardness.

Структура ультрамелкозернистого сплава А2024 при комбинированной термомеханической обработке

Петрова А. Н.¹, Ширинкина И. Г.¹, Бродова И. Г.^{1,†}, Качмарек Л.², Стеглински М.²

[†]brodova@imp.uran.ru

¹Институт физики металлов УрО РАН им. М.Н. Михеева, ул. Софьи Ковалевской 18, 620990, Екатеринбург, Россия

²Технический университет города Лодзь, ул. Стефановского 1/15, 90-924, Лодзь, Польша

В работе рассмотрено влияние предварительной термической обработки на особенности формирования ультрамелкозернистой (УМК) структуры при кручении под высоким квазигидростатическим давлением в наковальнях Бриджмена Al-Cu-Mg сплава. Термическая обработка проводилась по двум режимам: режим 1 включал нагрев до температуры 500°C, 16 часов и закалку в воду, а режим 2 после закалки дополнительно включал двухстадийное старение Т6I6: 120°C, 1,5 часа и 160°C, 6 часов, после каждой стадии образцы закаливали в воду. Число оборотов наковальни составляло $n = 5, 10$, что по расчёту соответствовало истинной логарифмической деформации $e \approx 5.5, 6.5$ в точках, лежащих на половине радиуса образца. Установлено, что предварительное двухстадийное старение крупнозернистого сплава способствует образованию фрагментированной зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дислокаций при $e = 5.5$ и задерживает релаксационные процессы за счет блокировки границ зерен/субзерен дисперсными частицами упрочняющей фазы S. Показано, что при $e = 6.5$ происходит измельчение структуры сплава до наноуровня, и параллельно идёт процесс динамического растворения частиц S фазы, который сопровождается появлением бездефектных зерен и формированием смешанной структуры. В случае кручения закаленного крупнозернистого сплава основным механизмом измельчения структуры до 450 нм является динамическая рекристаллизация. При $e = 6.5$ появляется дополнительный канал релаксации упругой энергии — динамическое старение пересыщенного Al твёрдого раствора, в результате которого твёрдость УМК сплава возрастает до 3000 МПа.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, термическая обработка, структура, свойства.

1. Введение

Сплав A2024 относится к системе Al-Mg-Mn и широко применяется в качестве конструкционного материала, к которому предъявляются такие требования, как высокая удельная прочность и технологическая пластичность. Сплав является термически упрочняемым, и поэтому его механические характеристики можно регулировать, меняя режимы термической обработки [1–4]. К настоящему времени разрабатываются режимы двухстадийного старения, варьируя которые можно менять морфологию и кинетику выделения упрочняющих фаз и регулировать величину упрочнения и прочность материала [5–7]. Так, авторы [7] предложили использовать режим двухстадийного старения T616 для сплава A2024 с целью изменения химического состава частиц кристаллизационного происхождения, что позволило при незначительном увеличении прочностных характеристик повысить пластичность этого материала.

Несмотря на достигнутые успехи, проблема повышения прочности сплавов системы Al-Cu-Mg остается актуальной, и одним из путей ее решения является применение комбинированных термомеханических обработок [8–12]. Работы последних лет показали, что структура и свойства сплавов с ультрамелкокристаллической (УМК) структурой, полученной методами интенсивной пластической деформации, зависит от начального структурного состояния, которое задается предшествующей термической обработкой материала.

В связи с этим, цель настоящей работы — выяснить влияние разной термообработки на закономерности структурообразования при ИПД сплава A2024.

2. Материалы и методика исследования

Материалом для исследования выбран промышленный алюминиевый сплав A2024 следующего химического состава (масс. %): Cu — 4,5; Mg — 0,4; Mn — 0,6; Si — 0,07.

Материал подвергался нескольким режимам термической обработки. Режим 1 — нагрев до температуры 500°C, 16 часов и закалка в воду. Режим 2 — закалка и последующее двухстадийное старение T616: 120°C, 1,5 часа и 160°C, 6 часов, после каждой стадии нагрева и выдержки образцы быстро охлаждались в воде [7]. После обоих режимов термообработки образцы подвергались ИПД методом кручения в наковальнях Бриджмена (метод КВД). Деформирование дисков диаметром 10 мм и толщиной 0,75 мм осуществлялось со скоростью 1 об/мин при давлении $P=4$ ГПа и комнатной температуре. Число оборотов наковальни составляло $n=5, 10$, что по расчёту соответствовало истинной логарифмической деформации $e \approx 5.5, 6.5$ в точках, лежащих на половине радиуса образца.

Металлографические исследования образцов до и после деформации проведены с помощью оптического микроскопа “Neophot-32”. Электронно-микроскопические исследования выполнены на электронных просвечивающих микроскопах (ПЭМ) JEM-200CX и Philips CM-30. Микротвердость измеряли прибором ПМТ-3 на половине радиуса образца, для определения среднего значения использовали 10 измерений.

3. Результаты и их обсуждение

Согласно приведенным выше режимам термической обработки, в состоянии 1 сплав представляет собой пересыщенный твердый раствор на основе алюминия, а в состоянии 2 — гетерофазный материал, в состав которого, помимо Al твердого раствора, входят упрочняющие фазы — алюминиды меди и магния. Структура сплава после двухстадийного старения по режиму T616 показана на рис. 1. Согласно данным ПЭМ, в структуре наблюдается несколько видов алюминидов разных форм и размеров. На светлопольном изображении четко выявляются темные дисперсоиды T-фазы размером 100–200 нм, имеющие химический состав $Al_{20}Cu_2Mn_3$ (рис. 1a) и более мелкие выделения S-фазы в виде тонких стержней (рис. 1b). На темнопольных снимках показано, что последние могут выстраиваться в длинные цепочки (рис. 1c) или располагаться на дисперсоидах T-фазы (рис. 1d). Последовательность стадий перехода от зонного к фазовому старению в сплаве A2024 подробно рассмотрена в ряде работ [3,4,12–14] и здесь не обсуждается.

После кручения на 5 оборотов ($e=5.5$) формируется типичная деформированная структура с неравномерным деформационным контрастом внутри зерен, свидетельствующим о высоких микронапряжениях решетки и высокой плотности дислокаций (рис. 2). Средний размер зерен/субзерен, рассчитанный по темнопольным изображениям, составляет 200 нм. Анализ данных, приведенных на рис. 2, указывает, что структура сформировалась механизмом фрагментации. Дисперсные частицы алюминидов, расположенные на границах и в тройных стыках зерен, стабилизируют УМК фрагментированную структуру, препятствуя протеканию релаксационных

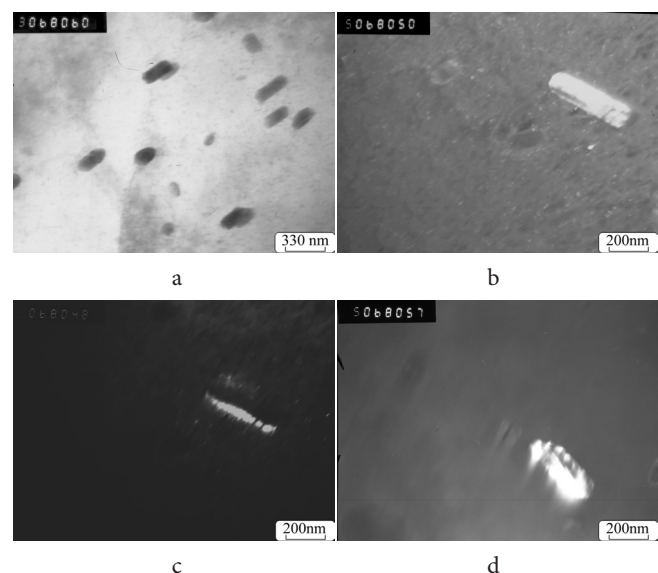


Рис. 1. Микроструктура сплава после старения по режиму T616: (a,b) светлопольные изображения; (c) темнопольное изображение в рефлексе алюминидов $g=(222)_{Al_2CuMg}$; (d) темнопольное изображение в совместном рефлексе T и S фаз.

Fig. 1. TEM microstructure after the T616 ageing: (a,b) bright field images, (c) dark field image in phase reflection $g=(222)_{Al_2CuMg}$; (d) dark field image in general reflection of T and S phases.

процессов. Согласно контрасту на темнопольных снимках и дифракционной картине, в деформированной структуре после кручения на 5 оборотов эти фазы, размер которых не превышает 10–20 нм, сохраняются (рис. 2б).

Дальнейшее повышение накопленной деформации при $n=10$ ($e=6.5$) меняет характеристики деформированной структуры (рис. 3). Также выявляются зерна со сложным внутренним строением, различные по ширине и дефектности границы фрагментов и дислокационные скопления (рис. 3а). Как следует из темнопольных снимков, несколько уменьшается анизотропия зерен, а их средний размер приближается к наноуровню (рис. 3б). Наблюдается большой разброс зерен/субзерен по размерам от 200 до 25 нм. На фоне деформированных зерен, содержащих дислокации, появляются отдельные «чистые» зерна с низкой плотностью дефектов, которые образовались в результате прохождения динамической рекристаллизации. Появление таких локальных очагов бездислокационных зерен среди фрагментированной структуры неоднократно наблюдалось при ИПД алюминиевых сплавов ранее [15,16]. Из характера кольцевой дифракционной картины следует, что все рефлексы соответствуют решетке Al матрицы, а отражений от других фаз нет (рис. 3с). Отсутствие интерметаллидов также подтверждается электронно-микроскопическими данными.

Таким образом, можно считать, что в интервале $5.5 < e < 6.5$ параллельно с измельчением структуры происходит деформационное растворение упрочняющих фаз, и происходит формирование смешанной УМК структуры, состоящей из фрагментированных и рекристаллизованных зерен. Соотношения зон, занятых теми или иными зернами, меняются по сечению образцов, что связано с неодновременным протеканием процессов деформации и релаксации.

Изменения в структуре обработанного по режиму 2 сплава, обнаруженные при увеличении величины накопленной деформации, отражаются на твердости (рис. 4). Переход от крупнокристаллического в УМК состояние сплава сопровождается резким повышением микротвердости на 900 МПа ($n=5$), которая практически не меняется, несмотря на дальнейшее деформирование материала ($n=10$). Такой ход изменения твердости свидетельствует о перераспределении вкладов структурных элементов в общее упрочнение сплава. Если при $n=5$ основной вклад в упрочнение вносят большое количество дислокаций и большеугловые границы, то при $n=10$ сохраняется зернограницное упрочнение, а снижение дислокационного упрочнения компенсируется твердорастворным упрочнением.

Особенности структурообразования при кручении сплава, обработанного по первому режиму термической обработки, показаны на рис. 5. Так, при $n=10$ основными элементами исходно закалённой структуры являются зерна с низкой плотностью дефектов, ограниченные большеугловыми границами с полосчатым контрастом, а также небольшая доля деформационных фрагментов (рис. 5а, б). На рис. 5с показано распределение зерен по размерам, из которого следует, что структура образована зернами/субзернами, размер которых изменяется

от 100 до 1200 нм при среднем размере 460 нм. По морфологическим признакам можно судить, что основным механизмом формирования УМК состояния является динамическая рекристаллизация. Образование УМК структуры, а также наличие дефектов инициируют диффузионный процесс распада пересыщенного твёрдого раствора, т.е. пластическая деформация закалённого сплава приводит к изменению его фазового состава. В результате деформационного старения из пересыщенного Al твёрдого раствора выпадают дисперсные упрочняющие фазы (рис. 5а). На рис. 5а эти сферические частицы размером менее 20 нм показаны на темнопольном снимке, снятом в совместном рефлексе θ и S фаз. Из-за близких межплоскостных расстояний в решетках упрочняющих фаз θ и S , на темнопольных изображениях их трудно разделить, тем более, что, выпадая из твёрдого раствора в процессе деформации, они меняют свою морфологию и приобретают одинаковую глобулярную форму [10].

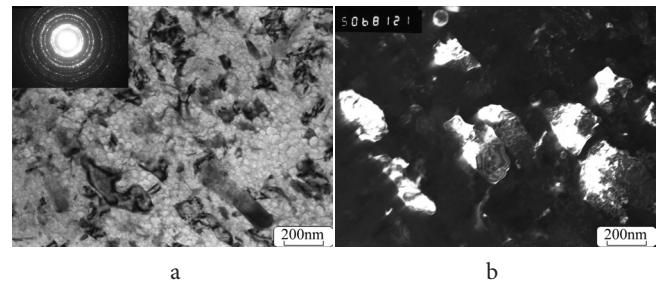


Рис. 2. Микроструктура сплава после кручения ($n=5$): (а) светлопольное изображение с микродифракцией; (б) темнопольное изображение в рефлексе матрицы.

Fig. 2. TEM microstructure after HPT ($n=5$): (a) bright field images with micro diffraction picture, (b) dark field image in the matrix reflection.

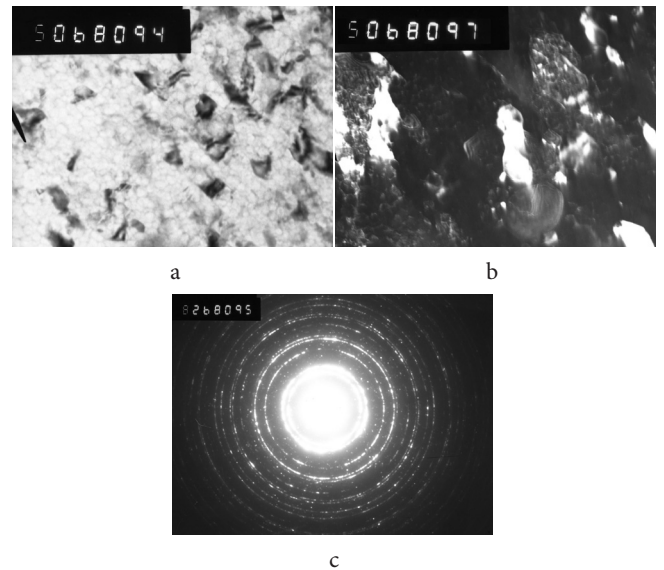


Рис. 3. Микроструктура сплава после кручения ($n=10$): (а) светлое поле; (б) темное поле в рефлексе матрицы; (с) микродифракция.

Fig. 3. TEM microstructure after HPT ($n=10$): (a) bright field image; (b) dark field image in the matrix reflection; (c) micro diffraction picture.

Несмотря на активную роль релаксационных процессов в сценарии формирования УМК сплава, его твердость, за счёт добавки к зернограничному упрочнению дисперсионной составляющей, достаточно высокая — 3000 МПа.

4. Заключение

Показано, что в результате ИПД закалённого на твёрдый раствор крупнозернистого сплава формируется УМК рекристаллизованная структура с размером зерна 450 нм. При $e=6.5$ появляется дополнительный канал релаксации упругой энергии — динамическое старение пересыщенного Al твёрдого раствора, в результате которого твердость УМК сплава возрастает до 3000 МПа.

Установлено, что в процессе КВД предварительно состаренного сплава при $e=5.5$ образуется фрагментированная зеренно-субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций, а при большей накопленной де-

формации параллельно развивается процесс динамического растворения частиц S фазы, который сопровождается появлением бездефектных зерен и формированием смешанной УМК структуры. При $e=6.5$ формируется наноструктура с размером зерна 80 нм.

Электронно-микроскопические исследования выполнены в ЦКП ИФМ УрО РАН.

Благодарность/Acknowledgements: Работа выполнена в рамках проекта ERA.Net.RUSPLUS S&T-013 LightMat4Space. This work was supported by Scientific Research by Project ERA.Net.RUSPLUS S&T-013 LightMat4Space.

Литература/Reference

1. N.A. Belov. Phases composition of commercial Al alloys. М.: MISiS (2010) 511p. (in Russian) [Н. А. Белов. Фазовый состав промышленных алюминиевых сплавов. М.:МИСиС. (2010) 511 с.].
2. D. G Eskin, J. Mater. Sci. **38**,279 – 290 (2003).
3. S. C Wang. Int. Mater.Rev. **50**,123 – 215 (2005).
4. L. Reich. Phil. Mag. Letters. **79**,636 – 638 (1999).
5. R. N Lumley, I. J. Polmear, A. J. Morton Mater. Forum. **28**, 85 – 95 (2004).
6. Wu Y.E., Wang Y.T. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. **54**, 19 – 26 (2010).
7. Ł. Kaczmarek, M. Steglinski, H. Radziszewska, M. Kolodziejchik, Ya. Savicki, V. Shimanski, R. Atrashkevich, Ya. Svinyarski. Metalloved. Term. Obrab. Metal. **9**, 45 – 50, (2012) (in Russian) [Л. Качмарек, М. Стеглински, Х. Радзишевска, М. Колодзейчик, Я. Савицки, В. Шимански, Р. Атрашкевич, Я. Свинярский. МИТОМ, **9**, 45 – 50 (2012)].
8. E. D. Hafisova, I.R. Iskanderova, R.K. Islamgaliev, D.L. Pankrotov. Letters on materials. **5**(4), 399 – 403 (2015) (in Russian) [Э.Д. Хафизова, И.Р. Искандерова, Р.К. Исламгалиев, Д.Л. Панкратов. Письма о материалах. **5**(4), 399 – 403 (2015)].
9. M.R. Gazizov, A.V. Dubina, D.A. Zhemchuzhnikova, R.O. Kaibyshev.. Phys.Met. Metallogr. **116**(7), 718 – 729 (2015).
10. E. D. Hafisova, R.K. Islamgaliev, V.D. Sitdikova. Deformation and fracture of materials. **6**, 25 – 29 (2015) (in Russian) [Э.Д. Хафизова, Р.К. Исламгалиев, В.Д. Ситдикова. Деформация и разрушение материалов. **6**, 25 – 29 (2015)].
11. S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon. Letters on materials **5**(3), 335 – 340 (2015).
12. Ying Chen, Nong Gao, Gang Sha, Simon P. Ringer, Marco J. Starink Acta Materialia. **109**, 202 – 212 (2016).
13. A.N. Petrova, H. Radziszewska, L. Kaczmarek, M. Klich, I.G. Brodova, M. Steglinski. Phys.Met. Metallogr. **117**(12), 1237 – 1244 (2016)
14. T.S. Parel, S.C. Wang, M. J. Starink Materials and Design. **31**(1), S2-S5 (2010).
15. I. G. Brodova, I. G. Shirinkina, A. N. Petrova, V. P. Pilyugin, T. P. Tolmachev. Phys. Met. Metallogr, **114**(8), 667 – 671 (2013).
16. I.G. Brodova, I.G. Shirinkina, A.N. Petrova, O.V. Antonova, V.P. Pilyugin, Phys. Met. Metallogr. **111**, 630–638 (2011).

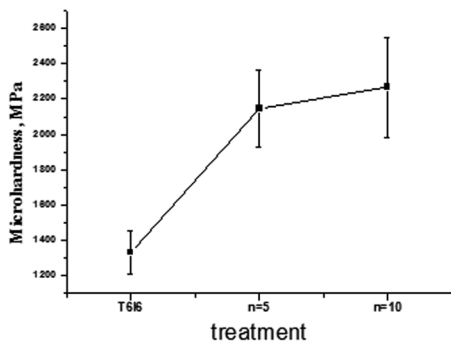


Рис. 4. Микротвердость сплава при разных обработках.
Fig. 4. Microhardness of the alloy at different treatments.

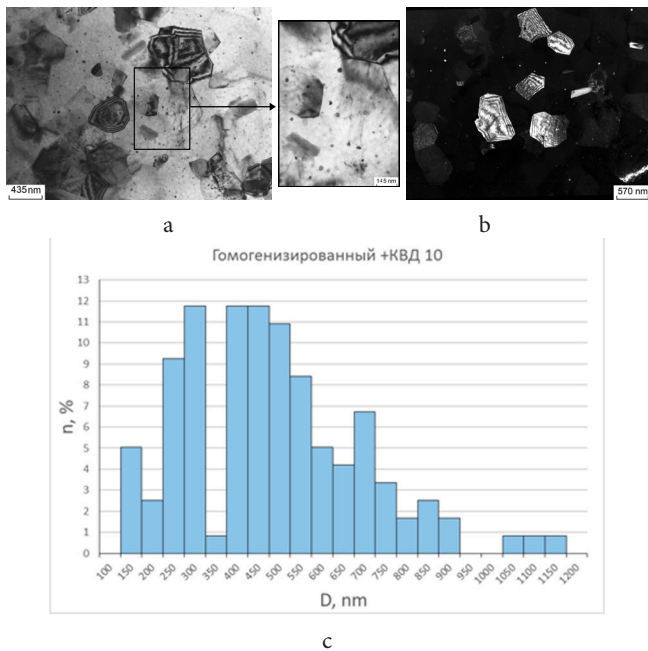


Рис. 5. Микроструктура закалённого сплава после КВД ($n=10$): (а) светлое поле (упрочняющая фаза); (б) темное поле в рефлексе матрицы; (с) распределение зёрен по размерам.

Fig. 5. TEM microstructure after HPT ($n=10$): (a) bright field image (hardening phase); (b) dark field image in the matrix reflection; (c) number fraction of grain size.