Твердость криопрокатанного и искусственно состаренного алюминиевого сплава Д16

Крымский С.В.[†], Автократова Е.В.[‡], Ситдиков О.Ш., Маркушев М.В.

[†]stkr_imsp@mail.ru; [‡]avtokratova@imsp.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

Hardness of cryorolled and artificially aged D16 aluminum alloy

S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Исследовали кинетику изменений твердости закаленного и прокатанного со степенью деформации $e\sim2$ при температуре жидкого азота сплава Д16 при искусственном старении в интервале температур 100-190°С. Показано, что упрочняющий эффект криопрокатки может быть сохранен и даже несколько усилен последующим низкотемпературным старением. Отжиг же при T>150°С одновременно с распадом алюминиевого твердого раствора активизирует процессы возврата и непрерывной рекристаллизации, преобладание которых приводит к разупрочнению сплава до уровня недеформированного дисперсно-упрочненного по стандартному режиму T1 состояния.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, твердость, криопрокатка, старение, микроструктура Kinetics of hardness changes of preliminary quenched and cryorolled at temperature of liquid nitrogen with a strain of $e\sim 2$ D16 alloy under further artificial aging in the temperature range of 100-190°C has been analyzed. It is shown that the strengthening effect of cryodeformation can be kept and even slightly improved by subsequent low-temperature aging. Simultaneous operation of decomposition of aluminum solid solution and processes of recovery and continuous recrystallization of grain structure, which take place under annealing at T>150°C, leads to the alloy hardness decrease down to the levels typical for non-deformed conventionally T6 heat hardened state.

Keywords: aluminum alloy, hardness, cryorolling, aging, microstructure.

1. Введение

Исследования последних лет по разработке новых методов упрочнения металлических материалов, обусловили значительный интерес к деформированию при криогенных температурах [1-8]. В результате такого воздействия в чистых металлах и сплавах, как правило, формируется развитая дислокационная структура [1-3], а при больших пластических деформациях - наноструктура (HC) [4-6]. При этом механизмы формирования и особенности таких структур во многом еще не ясны, как не ясен и предел упрочнения обрабатываемых материалов. Наименее изученным является структурно-механическое поведение сложнолегированных дисперсионнотвердеющих сплавов, которые обладают потенциалом совмещения эффектов деформационного и термического упрочнения. Цель работы – на примере термоупрочняемого алюминиевого сплава проследить взаимосвязь изменений его структурно-фазового состояния и твердости в процессе обработки, реализующей упрочнение от криодеформирования и искусственного старения.

2. Материал и методы исследования

Материалом исследования служил горячепрессованный пруток Ø60 мм промышленного деформируемого термоупрочняемого сплава Д16 стандартного химического состава (Al-4,4Cu-1,4Mg- 0,7Mn, вес.%), имевший грубоволокнистую структуру. Заготовки в виде пластин толщиной 5 мм, вырезанные вдоль оси прутка, сначала нагревали до 500°С и после часовой выдержки закаливали в воду для фиксирования состояния с пересыщенным алюминиевым твердым раствором. Далее сплав прокатывали в изотермических условиях при температуре жидкого азота с суммарной степенью деформации $e\sim2$, после чего отжигали в интервале температур 100-190°С с выдержкой до 48 часов с целью установления закономерностей его дисперсионного твердения за счет выделения из предварительно пересыщенного твердого раствора упрочняющих фаз.

Структуру и фазовый состав сплава анализировали методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии (ОМ и ПЭМ). Качественный и количественный анализ микроструктуры проводили с помощью микроскопа Nikon L-150 на механически полированных и протравленных реактивом Келлера шлифах. Тонкую структуру изучали в электронном микроскопе JEOL 2000EX на объектах, полученных струйной электрополировкой в 30 % растворе азотной кислоты в метаноле. Микротвердость сплава измеряли методом Виккерса при нагрузке 1 H.

3. Результаты и обсуждение

Металлографический анализ показал, что прокатка не изменила тип исходной грубоволокнистой структуры прутка, но при этом, внутри волокон сформировалась развитая деформационная структура, состоящая преимущественно из дислокационных ячеек размером ~100-200 нм (см. подробнее в [7,8]). При этом, как было показано в [8], алюминиевая матрица осталась пересыщенной основными легирующими элементами и сохранила способность к последующему дисперсионному твердению при старении. Об этом же свидетельствуют данные оценки изменений микротвердости сплава при его пост-деформационных отжигах, приведенные на рис. 1.

С изменением длительности искусственного старения при 100 и 150°С отмечалась схожесть в поведении недеформированного и криопрокатанного сплава. Так, с увеличением выдержки при 100°С наблюдались практически параллельные стадии, как упрочнения, так и разупрочнения. Отличие в поведении отмечалось лишь на начальной стадии старения, на которой твердость недеформированного сплава не изменялась, а деформированного – заметно уменьшалась. Причина последнего, по всей видимости, была обусловлена более интенсивным разупрочнением сплава за счет возврата деформационной структуры матрицы, чем ее упрочнением от старения. Пик же твердости, обусловленный распадом твердого раствора и формированием зон Гинье-Престона-Багаряцкого [9], наблюдался для обоих состояний после ~10 часовой выдержки, после которой следовало разупрочнение, причем исходного прутка более сильное. При этом максимальные значения их твердости лишь незначительно превысили соответствующие уровни, зафиксированные перед старением.

С повышением температуры старения вплоть до 150°С поведение недеформированного сплава практически не менялось (рис. 1). А поведение криопрокатанного сплава отличалось тем, что во всем интервале исследованных выдержек превалировал эффект дисперсионного твердения, приведший не только к появлению явных экстремумов, но и к «усилению» на 20-30 HV эффекта деформационного упрочнения от криопрокатки.

Иная по сути и тенденциям ситуация отмечалась при старении обоих состояний сплава при 170 и при 190°С. На кинетических кривых изменения их твердости четко просматривались два пика. Первый, вероятно, был вызван упрочнением матрицы зонами Гинье-Престона-Багаряцкого, а второй - частицами метастабильной S'-фазы (AlCuMg) [9], формирование которой повысило твердость исходного прутка на ~ 25-35 HV. Поведение же прокатанного сплава при отжиге при обеих температурах было иным: сначала сплав упрочнялся до ~190 -210 HV при выдержке ~1 час, а затем – разупрочнялся до уровня, наблюдаемого в аналогично состаренном недеформированном состоянии.

Как ожидалось, ПЭМ анализ не выявил значительных изменений структуры прокатанного сплава при старении при 100°С, которая оставалась преимущественно ячеистой с высокой плотностью дислокаций даже после выдержки 48 ч (рис. 2а). В такой структуре также наблю-



Рис. 1. Изменения твердости закаленного (символы без заливки) и криопрокатанного (символы с заливкой) сплава Д16 при искусственном старении при температурах 100 (△), 150 (◊), 170 (□) и 190°С (О).

дали продукты распада алюминиевого твердого раствора в виде высокодисперсных выделений (рис. 26).

С увеличением температуры старения границы ячеек становились более четкими, а после длительного отжига при 150°С можно было обнаружить и участки с субзернами (рис. 2в). Последнее свидетельствовало о развитии процессов полигонизации, приводящих к уменьшению запасенной энергии и разупрочнению деформированного сплава. Однако, при этой температуре старения все же превалировал эффект его дисперсионного твердения, обусловленный формированием высокой плотности мелкодисперсных пластинчатых выделений упрочняющей фазы (рис. 2г). Причем он не только полностью скомпенсировал разупрочнение сплава из-за возврата деформационной структуры, но и дополнительно его упрочнил, придав уровень твердости, заметно более высокий, чем после криопрокатки (рис. 1).

При старении при 170 и 190°С кроме возврата отмечалось протекание и рекристаллизационных процессов, в результате которых формировалась смешанная структура, состоящая из областей новых зерен нанометрического размера, и областей со структурой возврата (рис. 2д,ж). При этом границы нанозерен отличались от дислокационных границ ячеек, наблюдаемых после криопрокатки, более высокой четкостью и наличием



Рис. 2. ПЭМ структура криопрокатанного сплава Д16 после 48 ч старения при 100 (а,6), 150 (в,г), 170 (д,е) и 190°С (ж,з).

экстинкционного контраста (рис. 2е). Новые зерна, по всей видимости, формировались вследствие развития непрерывной статической рекристаллизации [10,11] в участках деформационной структуры, содержащих наноразмерные кристаллиты (фрагменты) [8]. Одновременно с рекристаллизацией в этих областях формировались отдельные, сравнительно крупные компактные вторичные выделения упрочняющей фазы, тогда как в нерекристаллизованных областях - нанодисперсные пластинчатые выделения высокой плотности (рис. 2е,з). Эти структурно-фазовые превращения и явились причиной того, что достигнутая в результате закалки и криопрокатки твердость сплава сохранялась лишь на начальных стадиях его старения при 170 и 190°С. При более длительных выдержках, в том числе соответствующих стандартному режиму старения Т1 (11-13 часов при 185-195°С [12]), проводимому с целью максимального термического упрочнения сплава, упрочняющий эффект от криопрокатки практически нивелировался. При этом доминирующую роль в разупрочнении сплава играли процессы статического возврата (полигонизации) и рекристаллизации, приводящие к снижению накопленной при криодеформации энергии, и, соответственно, - снижению твердости сплава.

4. Заключение

Установлено, что криопрокатка со степенью деформации е~2 предварительно закаленного горячепрессованного прутка алюминиевого сплава Д16 приводит к значительному его упрочнению за счет формирования деформационной структуры, состоящей преимущественно из наноразмерных ячеек. При последующем искусственном старении, на фоне распада предварительно пересыщенного основными легирующими элементами алюминиевого твердого раствора, одновременно развиваются возврат и непрерывная статическая рекристаллизация матрицы. В результате деформационная структура сплава трансформируется в более равновесную, в том числе, смешанную структуру, состоящую из нерекристаллизованных областей, упрочненных нанодисперсными пластинчатыми выделениями и областей наноразмерных рекристаллизованных зерен с более крупными продуктами распада. Пост-деформационный отжиг, не приводящий к статической рекристаллизации, сохраняет и даже может несколько усилить упрочняющий эффект, зафиксированный после криопрокатки. И наоборот, активизация при старении рекристаллизационных процессов, с формированием наноструктуры зеренного типа, разупрочняет криопрокатанный материал вплоть до уровня, отмечаемого в дисперсно-упрочненном недеформированном состоянии.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (гос. контракт № 14.740.11.0278).

Литература

- 1. P.A. Khaimovich. Probl. At. Sci. Tech. 4, 28 (2006).
- 2. T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, S.L. Semiatin. Acta Mater. **58**, 5262 (2010).
- T.N. Konkova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov. Letters on Materials. 1(3), 162 (2011) (in Russian) [Т.Н. Конькова, С.Ю. Миронов, А.В. Корзников. Письма о материалах. 1(3), 162 (2011)].
- V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov. Low Temp. Phys. 35(11), 1160 (2009).
- 5. E. Ma. JOM. 58, 49 (2006).
- 6. J. Yin, J. Lu, H. Ma. J. Mater. Sci. 39, 2851 (2004).
- S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, M.V. Markushev, M. Yu. Murashkin, O.Sh. Sitdikov. Mater. Sci. Forum 667-669, 925 (2011).
- E.V. Avtokratova, S.V. Krymskiy, M.V. Markushev, O.Sh. Sitdikov. Letters on Materials. 1(2), 92 (2011) (in Russian) [Е.В. Автократова, С.В. Крымский, М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдиков. Письма о материалах. 1(2), 92 (2011)].

- A.I. Belyaev, O.A. Romanova, O.S. Bochvar et al. Metallovedenie aluminiya i ego splavov. Moskva, Metallurgiya (1971) 352p. (in Russian) [А.И. Беляев, О.А. Романова, О.С. Бочвар и др. Металловедение алюминия и его сплавов. М: Металлургия (1971) 352 с.].
- 10. F.J. Humphreys, M. Hatherly. Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier (2004) 658 p.
- I.I. Novikov. Teoriya termicheskoi obrabotki metallov, Moskva, Metallurgiya (1986) 480 p. (in Russian) [И.И. Новиков. Теория термической обработки металлов. М: Металлургия (1986) 480 с.].
- S.G. Alieva, M.B. Altman, S.M. Ambartsumyan et al. Promyshlennye aluminievye splavy. Moskva, Metallurgiya (1984) 528 p. (in Russian) [С.Г. Алиева, М.Б. Альтман, С.М. Амбарцумян и др. Промышленные алюминиевые сплавы. М: Металлургия (1984) 528 с.].