

Прочность интенсивно пластически деформированного и дисперсноупрочненного Al-Zn-Mg-Cu-Sc-Zr сплава

Крымский С.В.^{1,†}, Никулин П.А.¹, Мурашкин М.Ю.^{1,2}, Маркушев М.В.^{1,‡}

[†]stkr_ims@mail.ru; [‡]mvmark@imsda

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

²Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К.Маркса 12, 450000 Уфа

Strength of severely deformed and precipitation-hardened Al-Zn-Mg-Cu-Sc-Zr alloy

S.V. Krymskiy¹, P.A. Nikulin¹, M.Yu. Murashkin^{1,2}, M.V. Markushev¹

¹Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

²Ufa State Aviation Technical University, K.Marx St. 12, 450000 Ufa

На примере высокопрочного деформируемого алюминиевого сплава типа 1965 представлены результаты оценки потенциала деформационно-термической обработки, реализующей эффекты структурного упрочнения от интенсивной пластической деформации и дисперсионного твердения. Показана возможность достижения уникальной прочности сплава за счет совмещения наноструктурирования его основы и формирования нанодисперсных частиц различной природы. Прослежены структурные изменения сплава в процессе обработки, обсуждена природа его механического поведения.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, дисперсионное твердение, прочность.

The potential of thermo-mechanical treatment, realizing the effects of precipitation hardening and structural strengthening by severe plastic deformation, is analyzed for 1965-type high-strength aluminum alloy. The ability to achieve the unique alloy strength due to combination of nanostructure of the matrix and high densities of nanodispersed phases of different origin has been shown. The nature of the alloy mechanical behavior resulted from structure and phase transformations under the treatment is discussed.

Keywords: aluminum alloy, severe plastic deformation, dispersional hardening, strength.

1. Введение

Известно, что деформационная обработка алюминиевых сплавов, реализующая «холодную» интенсивную пластическую деформацию (ИПД), приводит к формированию в них неравновесных ультрамелкозернистых и наноструктурных состояний (с размером зерен/фрагментов менее 1.0 и 0.1 мкм, соответственно), для которых характерно сочетание аномально высокой прочности и низких пластичности и вязкости при комнатной температуре [1-4]. Рационального и даже уникального комплекса свойств таких сплавов можно добиться пост-ИПД термической обработкой, приводящей к трансформации их деформационных структур в рекристаллизованные зеренные с чуть подросшими зёрнами и с преимущественно высокоугловым спектром разори-

ентировок их границ [4-6]. При этом незначительная часть структурного упрочнения сплава, достигнутая при ИПД, теряется, но одновременно заметно уменьшается его склонность к локализации микропластической деформации, приводя к меньшей повреждаемости и способствуя повышению пластичности и трещиностойкости [7-8].

Представляло интерес исследовать потенциал более сложной, по сути и процессам, обработки сплавов, реализующей их структурное упрочнение от ИПД, а также до- и пост-ИПД дисперсионное твердение.

2. Материал и методы исследования

Исследования проводили на слитках сплава типа 1965 (Al 8.1Zn 2.3Cu 0.27Sc 0.10Zr), имевших после гомоген-

низации равноосную зеренную структуру с размером зерна ~ 21 мкм (рис. 1а). Комплексно легированный Sc и Zr сплав был исходно структурно и дисперсно упрочнен за счет значительного измельчения литой структуры и формирования при гомогенизации высокой плотности наноразмерных, преимущественно когерентных алюминидов $Al_3(Zr,Sc)$ (рис. 1б).

Механически вырезанные из слитков заготовки в форме дисков толщиной 1 и диаметром 20 мм подвергали интенсивной пластической деформации при комнатной температуре кручением 10 оборотов под давлением 6 ГПа. Предварительно диски закаливали в воду с температуры 460 °С, а после ИПД искусственно старили при 140 и 160 °С длительностью от 0.5 до 48 часов.

Параметры исходной зеренной структуры сплава, а также изменения размера и распределения частиц первичных фаз в процессе обработки, изучали с помощью оптического микроскопа Nikon L-150. При этом анализировали не менее 10-ти полей зрения с охватом порядка 350-400 зерен и 3000-3400 частиц. Для создания оптического контраста механически полированные образцы травили в реактиве Келлера (1 HF, 1.5 HCl, 2.5 HNO₃, 95 H₂O (мл)). Тонкую структуру изучали в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL 2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Объекты готовили струйной полировкой на приборе «Tenipol-3» при температуре -28°С и напряжении 20В в 20% растворе азотной кислоты в метаноле.

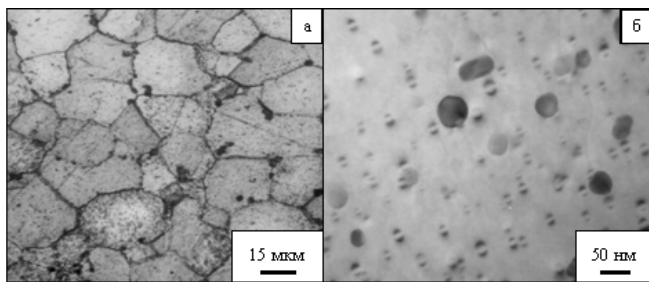


Рис. 1. Структура слитка сплава 1965 после гомогенизации и закалки. а – зеренная структура (оптическая микроскопия), б – выделения $Al_3(Zr,Sc)$ (просвечивающая электронная микроскопия).

Микротвердость сплава оценивали методом Виккерса. Параметры статической прочности при комнатной температуре определяли по результатам растяжения полированных компактных образцов с рабочей частью $1 \times 2 \times 0,4$ мм. Испытывали не менее 3-х образцов каждого состояния, ось которых являлась касательной к середине радиуса ИПД диска.

3. Результаты и их обсуждение

По данным металлографического анализа установлено, что площадь, занимаемая грубыми частицами первичных фаз на поверхности диска до и после ИПД сплава, практически одинакова и составила $3,7 \pm 0,8$ % и $4,2 \pm 1,0$ %, соответственно. При ИПД происходило лишь разрушение наиболее крупных частиц (рис. 2), с последующим их разворотом и перераспределением в объеме образца выстраиванием по окружностям диска (рис.

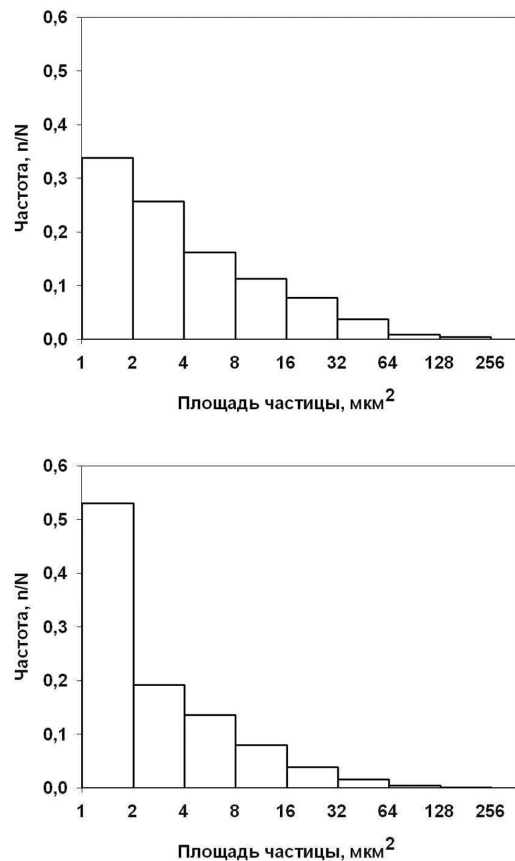


Рис. 2. Распределение частиц первичных фаз по площади на шлифе до (а) и после (б) ИПД

За). Этот результат означал, что при ИПД не было растворения частиц первичных фаз, которое наблюдали, например в [2,9]. Кроме того, он свидетельствовал в пользу того, что легированность пересыщенного предварительной закалкой твердого раствора на основе алюминия при ИПД не изменялась, во всяком случае, за счет этих фаз.

ПЭМ анализ показал, что при ИПД формируется сравнительно однородная наноструктура матрицы сплава с преимущественно равноосными фрагментами размером ~ 80 -100 нм (рис. 3б). При этом признаков распада пересыщенного до деформации твердого раствора обнаружено не было. Причина, видимо, обусловлена специфическим диффузным контрастом из-за чрезвычайной неравновесности фрагментированной структуры, вслед-

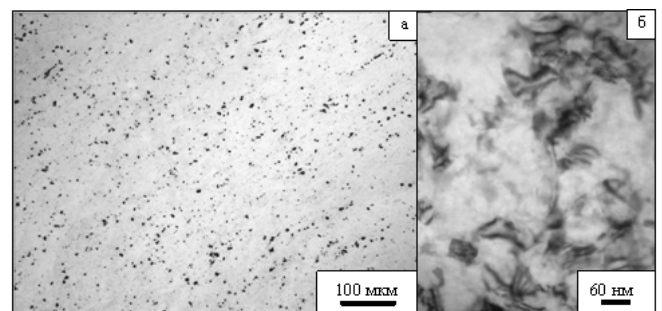


Рис. 3. Структура сплава 1965 после интенсивной пластической деформации. а – распределение частиц первичных фаз в левой верхней четверти диска, б – фрагментированная структура матрицы.

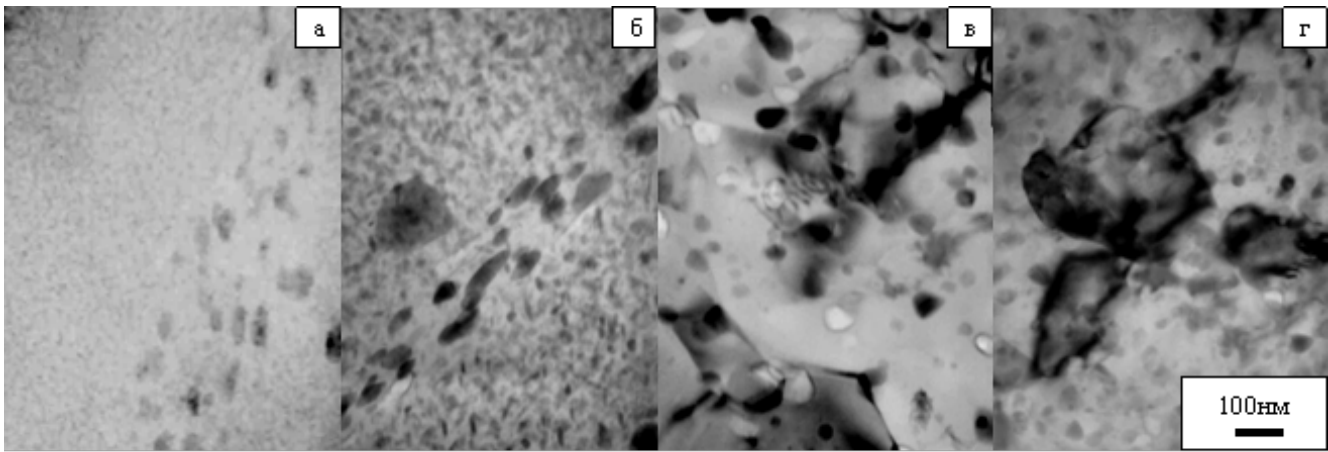


Рис. 4. Структура состаренного в течение 48 часов сплава 1965 при температуре 140 (а и в) и 160°C (б и г). а и б – без ИПД. В теле зерен видны выделения метастабильной, а в строках вдоль границ зерен стабильной η -фазы. в и г – с ИПД. Темные компактные – вторичные выделения стабильной η -фазы, светлые – дисперсоиды $Al_3(Zr, Sc)$, потерявшие когерентность, и выделения метастабильной η -фазы.

ствие чего обнаружение и ПЭМ идентификация вторых фаз была крайне затруднена. По этой же причине нельзя было говорить и о кажущемся растворении присутствовавших до ИПД выделений алюминидов циркония и скандия, так как их изображение снова обнаруживали после релаксации внутренних напряжений матрицы, вызванной длительными низкотемпературными пост-ИПД отжигами.

Другим результатом, обнаруженным после ИПД и искусственного старения сплава, оказалось заметное увеличение размеров алюминидов переходных металлов, сопровождавшееся потерей когерентности (рис. 4). Причины – вызванные ИПД сильные искажения решетки окружающей их матрицы, а также активизация диффузионных процессов при отжиге. В результате, сплав после обработки, к сожалению, терял часть упрочняющего эффекта от этих частиц.

Как и следовало ожидать, при пост-ИПД старении имел место и распад пересыщенного предварительной закалкой алюминиевого твердого раствора с формированием выделений стабильных и метастабильных модификаций основной упрочняющей η ($MgZn_2$) фазы. Отличительной особенностью распада было то, что он сопровождался трансформацией ее нанофрагментированной структуры (рис. 3б) в нанозеренную (рис. 4 в, г), т.е. проходил одновременно с возвратом и непрерывной рекристаллизацией матрицы. Судя по морфологии, плотности и распределению выделений, ИПД активизировала распад, и изменила его стадийность, о чем указывалось, например, в [10-12]. В результате старения по тем же режимам в ИПД сплаве формировались частицы преимущественно стабильных фаз в форме диска, меньшей плотности и больших размеров (рис. 4).

Описанные выше структурные изменения сплава, вызванные ИПД, должны были заметно повысить его прочность и твердость, что и было зафиксировано. Так твердость увеличилась с 80-95 до 170-200 HV и достигла уровня, отмечаемого после упрочняющей термической обработки T1 (закалка и искусственное старение при 140 °C, 16 ч.) слитка, т.е. после его максимального дисперсного упрочнения. Пределы же текучести и прочности при растяжении при комнатной температуре ИПД

сплава достигли 890 и 940 МПа, соответственно, при относительном удлинении 4-6%.

Как отмечалось выше, при последующем искусственном старении, термическое упрочнение ИПД сплава, вследствие распада пересыщенного алюминиевого твердого раствора и дисперсионного твердения, протекало одновременно с разупрочнением, вызванным возвратом и рекристаллизацией фрагментированной структуры. Наложение этих процессов активизировало распад и привело к смещению максимумов на зависимостях твердости от длительности старения к меньшим выдержкам (рис. 5). Однако старение по этим режимам обеспечило и дальнейшее упрочнение ИПД сплава с фиксированием его твердости ~270 HV. Такая аномально высокая твердость сплава обусловлена совмещением в одной обработке наноструктурного и нанодисперсного упрочнения, что мы и планировали реализовать.

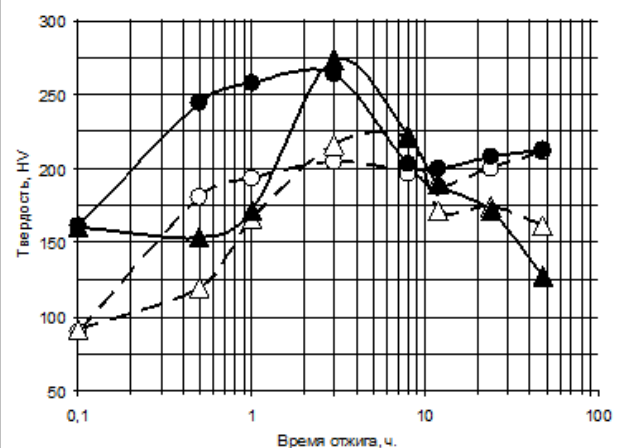


Рис. 5. Зависимости твердости от длительности отжига сплава 1965 при 140 (●) и 160°C (Δ). сплошные линии – с ИПД, пунктирные – без ИПД.

Таким образом, нам удалось показать, что предварительная закалка, с целью фиксации пересыщенного твердого раствора основными легирующими элементами, и последующая холодная ИПД, приводящая к его наноструктурированию, могут значительно повысить проч-

ность высокопрочного алюминиевого сплава, придав ему уникальные для деформируемых сплавов параметры твердости и прочности при растяжении, соответственно до ~ 200 HV и 900 МПа. А совмещение закалки, ИПД наноструктурирования кристаллической основы и ее пост-ИПД дисперсного упрочнения вторичными выделениями позволяет повысить его твердость до ~270 HV. Однако, из-за высокой хрупкости состаренных на максимальную твердость ИПД состояний, повышенную прочность сплава при растяжении зафиксировать не удалось вследствие его преждевременного разрушения в упругой области. Из чего следует, что необходимо научиться управлять процессами трансформации зеренной структуры высоколегированных алюминиевых сплавов, а также параметрами и распределением вторых фаз при их многоэтапной деформационно-термической обработке, включающей интенсивное деформирование. Только в этом случае появится возможность реализации в них наноструктурных и дисперсноупрочненных состояний, обладающих уникальным комплексом свойств.

4. Выводы

1. Установлено, что эффект предварительной закалки, сохраняясь в интенсивно деформированном высокопрочном алюминиевом сплаве типа 1965, обеспечивает формирование однородной наноструктуры с размером фрагментов ~ 100 нм. В результате его твердость после ИПД заметно возрастает и достигает уровня, отмечаемого в состоянии после стандартной упрочняющей термообработки по режиму T1. Такое повышение твердости сплава одновременно сопровождается увеличением и сближением значений параметров его статической прочности при растяжении при комнатной температуре и достижения ими уникального уровня (~ 900 МПа) при сохранении удовлетворительного относительного удлинения.

2. Установлено, что при пост-ИПД искусственном старении сплава имеют место структурно-фазовые превращения, заметно изменяющие его строение, фиксируемое после ИПД. Термическое упрочнение нанофрагментированной матрицы, вследствие распада пересыщенного основными легирующими элементами алюминиевого твердого раствора, протекает одновременно с ее разупрочнением возвратом и непрерывной рекристаллизацией. Наложение этих процессов приводит к активизации диффузионных процессов, ускорению распада алюминиевого твердого раствора и смещению максимумов на зависимостях твердости от длительности старения к меньшим выдержкам. При этом сплав, несмотря на разупрочнение, обусловленное трансформацией деформационной структуры в более равновесную зеренную, все же упрочняется, и уровень его твердости становится значительно выше достигнутого после ИПД. Такое упрочнение сплава обусловлено совмещением эффектов его структурного упрочнения и дисперсионного твердения. Однако, из-за высокой хрупкости интенсивно деформированного и состаренного на максимальную твердость сплава, повышенные характеристики его прочности при растяжении не были зафиксированы.

Литература

1. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov. *Mater. Sci. Eng. A* **168**, 141 (1993)
2. R.Z. Valiev, I.V. Aleksandrov. *Bulk Nanostructured Metallic Materials: Production, Structure and Properties*. Moscow, Akademkniga (2007) 398 p. (in Russian) [Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурированные металлические материалы: получение, структура и свойства. Москва, Академкнига (2007) 398 с.]
3. F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen et al. *Trans. Royal Soc. A*. **357**, 1663 (1999)
4. M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin. *Mater. Sci. Eng. A* **367**, 234 (2004)
5. M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin. *Phys. Met. Metall.* **5**, 506 (2000)
6. M.V. Markushev, A. Vinogradov. In: *Severe Plastic Deformation: Towards Bulk Production of Nanostructured Materials*, (ed) B. Altan, Nova Science Publishers, USA 233 (2006)
7. M.V. Markushev. *Probl. Mat. Sci.* **4**, 217 (2007)
8. M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin. In: *Aluminium Alloys. Their Physical and Mechanical Properties*, (eds.) J.Hirsch, B.Skrotzki and G.Gottstein, DGM, **2**, 1518 (2008)
9. I.G. Brodova, I.G. Shirinkina, A.N. Petrova. *Letters on Mater.* **1**, 32 (2011)
10. L.I. Kaigorodova, E.I. Vladimirova, E.I. Ivanova et al. *Phys. Met. Metall.* **1**, 63 (2003)
11. J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh et al. *Mater. Sci. Eng. A* **460–461**, 77 (2007)
12. G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao et al. *Acta Mater.* **57**, 3123 (2009)