

На правах рукописи



ПЕТРОВА Анастасия Николаевна

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА УЛЬТРАМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ,
ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ**

Специальность 01.04.07 –
физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2012

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Ордена Трудового Красного Знамени Институте физики металлов Уральского отделения Российской академии наук

Научный руководитель: Бродова Ирина Григорьевна
доктор технических наук, профессор

Официальные
оппоненты: Глезер Александр Маркович
доктор физико-математических наук, профессор,
Институт металловедения и физики металлов
имени Г. В. Курдюмова в составе ФГУП ЦНИИ
чермет им. И. П. Бардина, директор

Попов Владимир Владимирович
доктор технических наук, профессор,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Ордена Трудового Красного
Знамени Институт физики металлов уральского
отделения Российской академии наук,
заведующий лабораторией диффузии

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт проблем
сверхпластичности металлов Российской
академии наук, г. Уфа

Защита состоится «14» декабря 2012 г. в 15 час. 00 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.285.02 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, Зал заседаний ученого совета, ауд. I.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина».

Автореферат разослан 9 ноября 2012 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета:



Пилипенко Геннадий Иванович
доктор физико-математических наук,
профессор

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Сплавы на основе алюминия являются важными и широко применяемыми материалами во многих отраслях промышленности. Благодаря большому разнообразию составов, известных к настоящему времени, эти материалы обладают очень широким комплексом физических и механических характеристик. Однако для сохранения лидирующих позиций в разряде перспективных материалов для наиболее востребованных к настоящему времени отраслей промышленности – авиационной, космической, автомобильной и других требуется постоянное совершенствование способов получения и обработки сплавов. В последние годы широкое применение получили методы, основанные на воздействии больших пластических деформаций, позволившие резко измельчить структуру металлов и сплавов и регулировать их свойства. Проведенные к настоящему времени экспериментальные и теоретические исследования деформационного поведения металлов и сплавов наглядно продемонстрировали положительную роль такого подхода. Судя по многочисленным публикациям, одним из наиболее распространенных способов формирования ультрамикроструктурного (УМК) состояния в алюминиевых сплавах является способ равноканального углового прессования (РКУП), с помощью которого удалось значительно повысить важные эксплуатационные свойства этих материалов, такие, как прочность, пластичность, жаростойкость, вязкость разрушения. Несмотря на это, использование такой технологии для получения массивных заготовок малопроизводительно из-за низких скоростей деформации, необходимости большого количества циклов прессования, ограничений, связанных с конструкцией оснастки. С целью дальнейшего совершенствования способов создания УМК и нанокристаллических (НК) материалов в РФЯЦ-ВНИИТФ на основе схемы РКУП разработан способ динамического канально-углового прессования (ДКУП)¹, использующий в качестве источника внешней нагрузки энергию пороховых газов, что обеспечило повышение скорости деформации на 4-5 порядков (10^4 - 10^5 с⁻¹), по сравнению с РКУП.

К началу проведения исследований в рамках диссертационной работы отсутствовали какие-либо экспериментальные данные о комплексном воздействии импульсного давления и простого сдвига на структурообразование в алюминиевых сплавах. Поэтому основное внимание в работе уделено изучению закономерностей влияния физических параметров ДКУП на структурно-фазовые превращения в алюминиевых сплавах АМц и В95,

¹ Пат. 2283717 Российская Федерация, МПК⁵ В 21 J 5/04, В 21 C 23/18, С 21 D 7/02. Способ динамической обработки материалов / Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З.; заявитель и патентообладатель Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З. – № 2004131484/02; заявл. 28.10.04; опубл. 27.04.06, Бюл. № 26. - 64 с.: ил.

являющихся типичными представителями твердорастворных и многофазных систем. Данный выбор сплавов дает возможность проследить взаимосвязь состава сплавов с разной подвижностью дислокационного ансамбля и механизмов образования и масштаба УМК структуры. Кроме того, важно исследовать влияние сверхвысоких скоростей деформации на кинетику фазовых превращений при ДКУП легированных сплавов. Требуется рассмотреть также ряд нерешенных вопросов, связанных с выяснением влияния дефектности и масштаба структуры на механические и физические свойства, в частности, диссипативную способность УМК материалов.

Основные исследования по теме диссертации выполнены в лаборатории цветных сплавов Института физики металлов УрО РАН в рамках плановой темы РАН (шифр «СТРУКТУРА», номер государственной регистрации 01201064335).

Работа выполнена при поддержке Программ фундаментальных исследований Президиума РАН «Теплофизика и механика экстремальных энергетических воздействий и физика сильно сжатого вещества» (проект № 09-П-2-1017) и «Вещество при высоких плотностях энергии» (проект № 12-П-2-1009), Проекта РФФИ №11-03-00047 «Исследование фазовых превращений, физико-механических свойств и термической стабильности наноструктурированных металлов и сплавов, полученных высокоэнергетическими методами деформации», Программы ориентированных фундаментальных исследований УрО РАН «Применение нового способа интенсивной пластической деформации для наноструктурирования металлов и сплавов конструкционного назначения, используемых на предприятиях ядерного и аэрокосмического комплексов» (проект №11-2-11ЯЦ) и молодежного инновационного проекта УрО РАН №12-2-ИП-387 «Получение ультрамелкокристаллической и наноструктуры в алюминиевых конструкционных сплавах различными методами интенсивной пластической деформации».

Степень разработанности темы исследования

Исследование структуры и свойств объёмных ультрамикрокристаллических сплавов на основе алюминия, полученных методом динамического прессования в РФЯЦ-ВНИИТФ, выполняется только в ИФМ УрО РАН. К началу проведения исследований в рамках диссертационной работы, отсутствовали какие-либо экспериментальные данные о комплексном воздействии импульсного давления и простого сдвига на структурообразование в алюминиевых сплавах. В связи с этим все основные результаты в работе получены впервые и являются оригинальными.

Целью диссертационной работы являлось изучение эволюции структуры и кинетики фазовых переходов при высокоскоростной деформации алюминиевых сплавов методом динамического канально-углового прессования, определение их физических и механических свойств, экспериментальное

исследование механизмов структурообразования в алюминиевых сплавах в зависимости от их состава, скорости и степени деформации.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

1. Экспериментально исследовать влияние параметров динамического канально-углового прессования (начальной скорости движения образца через каналы, количества циклов прессования, геометрии оснастки) на структурные и фазовые превращения в алюминиевых сплавах с разным твердорастворным упрочнением. Определить оптимальный режим деформирования для получения объемных заготовок из промышленных алюминиевых сплавов Al-Zn-Mg-Cu (B95) и Al-Mn (АМц) с УМК структурой, обеспечивающей высокий уровень механических свойств.

2. Изучить закономерности структурообразования при кручении под высоким квазигидростатическим давлением в сплавах АМц и B95 в зависимости от степени деформации.

3. Определить механизмы формирования УМК и НК структур в процессе деформации алюминиевых сплавов разными методами в условиях квазистатического и динамического нагружений.

4. Рассмотреть эволюцию структуры и свойств УМК сплавов, полученных ДКУП, в процессе последующего динамического сжатия по методу Гопкинсона - Кольского.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Впервые исследованы закономерности формирования структуры, физические и механические свойства алюминиевых сплавов, полученных методом ДКУП со скоростью 10^4 - 10^5 с⁻¹. Установлена зависимость структурно-фазовых переходов в сплавах B95 и АМц от режимов ДКУП (начальной скорости движения образца через каналы, числа циклов прессования и геометрии оснастки). Показана высокая эффективность измельчения структуры до субмикронного уровня (200-600 нм) при 1-2 циклах динамического прессования, повышение твёрдости и условного предела текучести в два раза.

2. Определены механизмы формирования НК и УМК структур в сплавах разного состава в зависимости от степени и скорости деформации. Обнаружено, что в сплаве Al-Mn со слабым твёрдорастворным упрочнением наблюдается циклический характер структурообразования, обусловленный чередованием процессов фрагментации и рекристаллизации с ростом степени и скорости деформации. В сплаве Al-Zn-Mg-Cu с дисперсионным и сильным твёрдорастворным упрочнением преобладает фрагментированная структура и только при истинной деформации $\epsilon=6,4-6,9$ происходит смена механизма формирования структуры и инициируются фазовые превращения и процессы динамического возврата и рекристаллизации.

3. Проанализированы геометрические характеристики микрорельефа поверхности разрушения при квазистатическом растяжении УМК сплавов, полученных методом ДКУП. На основании количественной оценки показателя

шероховатости (показателя Хёрста) установлены структурно-морфологическая равномерность материала и снижение шероховатости изломов по сравнению с крупнокристаллическими сплавами.

4. При динамическом сжатии методом Гопкинсона-Кольского обнаружена высокая диссипативная способность УМК алюминиевых сплавов, полученных ДКУП. Повышение доли энергии, переходящей в тепло, и уменьшение накопленной энергии связаны с разупрочнением материалов и регулируются снижением количества структурных дефектов при дополнительной интенсивной деформации сплавов.

Теоретическая и практическая значимость работы.

Полученные в работе экспериментальные результаты о механизмах формирования структуры в алюминиевых сплавах в условиях сложных внешних нагрузок – ударной волны и простого сдвига, расширяют знания и дополняют представления о физике процессов, протекающих при интенсивной пластической деформации алюминиевых сплавов.

Результаты работы свидетельствуют, что метод ДКУП можно рекомендовать для практического использования с целью эффективного измельчения структуры, повышения прочностных характеристик и диссипативной способности объемных алюминиевых сплавов разного состава. В частности, этим способом получены объемные заготовки из алюминиевых сплавов АМц и В95 с УМК структурой и размером кристаллитов 200-600 нм, за счет формирования которой они обладают высоким комплексом механических свойств. Прочность сплава АМц, деформированного методом ДКУП, выше на 30%, а пластичность выше в 2 раза, чем у сплава в нагартованном состоянии.

Показана возможность эффективного применения метода ДКУП для получения крупногабаритных УМК заготовок из алюминиевого сплава АМц (диаметром до 30 мм и длиной до 200 мм) уже после одного цикла прессования.

За счет использования импульсных источников энергии, вместо дорогостоящего прессового оборудования, существенно сокращается время процесса деформации, что снижает вероятность образования и роста трещин в деформируемом материале, снижает требования к прочностным характеристикам оснастки, и в целом увеличивает производительность метода.

Методология и методы исследования.

Для деформирования металлических образцов применяли методы ДКУП и кручение под высоким квазигидростатическим давлением (КВД).

Для исследования структурных особенностей и физико-механических свойств полученных образцов использовали методы оптической, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, трехмерной профилометрии структурного рельефа, инфракрасной термографии.

В данной работе выносятся на защиту следующие научные результаты и положения:

1. Установленные особенности эволюции структурного состояния и свойств алюминиевых сплавов В95 и АМц в условиях высокоскоростной деформации методом ДКУП и квазистатической деформации кручением под высоким давлением.

2. Комплекс результатов о циклическом характере механизмов формирования УМК и НК структур при разных методах деформационной обработки алюминиевых сплавов.

3. Данные о геометрических характеристиках микрорельефа поверхностей разрушения при квазистатическом растяжении УМК сплавов в терминах показателя Хёрста.

4. Повышение диссипативной способности УМК сплавов АМц и В95, полученных ДКУП, при последующем динамическом сжатии методом Гопкинсона - Кольского.

Соответствие содержания диссертации паспорту специальности, по которой она рекомендуется к защите.

Содержание диссертации соответствует формуле и пункту 3 Паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Личный вклад автора: Автор участвовала в постановке задач исследования, частично (совместно с И.Г. Ширинкиной, Т.И. Яблонских и В.В. Астафьевым) в подготовке образцов для металлографических, рентгенографических и электронно-микроскопических исследований и проведении дюротметрических измерений на сплавах в разном структурном состоянии. Автором самостоятельно проведены структурные исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (на микроскопе Philips CM-30), анализ и расчёт электронограмм, а также обработка результатов рентгеноструктурного анализа, выполненных в ЦКП ИФМ УрО РАН “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов”. Соискатель принимала участие в проведении эксперимента и обработке экспериментальных данных по динамическому сжатию образцов из алюминиевых сплавов методом Гопкинсона–Кольского и трехмерной профилометрии рельефа поверхности изломов, выполненных совместно с сотрудниками ИМСС УрО РАН. Кроме того, при непосредственном участии соискателя в ЦКП УрФУ «Современные нанотехнологии» получены и обработаны экспериментальные данные по наноиндентированию образцов после динамического прессования. Материалы диссертации неоднократно лично докладывались автором на международных конференциях в России и за рубежом в виде устных и стендовых докладов. Автор принимала активное участие в обсуждении с руководителем результатов диссертации, написании статей и тезисов докладов.

Достоверность экспериментальных данных обеспечивается использованием аттестованной экспериментальной техники и измерительных

приборов, применением разнообразных современных методов структурного анализа, устойчивой воспроизводимостью результатов, полученных для образцов разного состава, а также согласием установленных результатов с данными других авторов по наноструктурированию алюминиевых сплавов, опубликованных ранее в оригинальных экспериментальных статьях.

Апробация работы.

Материалы диссертации докладывались на следующих конференциях: Международном симпозиуме «Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations BNM-2009» (г. Уфа, Россия, 2009 г.), пятой Российской научно-практической конференции «Физические свойства металлов и сплавов» (г. Екатеринбург, Россия, 2009 г.), Международных конференциях «SHOCK WAVES IN CONDENSED MATTER» (г. С. Петербург-Новгород, Россия, 2010 г., г. Киев, Украина, 2012 г.), Открытой школе-конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы-2010» (г. Уфа, Россия, 2010 г.), XX Уральской школе металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (г. Пермь, Россия, 2010 г.), XIX Петербургских чтениях по проблемам прочности (г. С. Петербург, Россия, 2010 г.), Международном семинаре «Современные проблемы механики и физики мезоскопических систем International Workshop «Advanced Problems of Mechanics and Physics of Mesoscopic Systems» (г. Пермь, Россия, 2011 г.), Международном симпозиуме «3rd International Symposium on Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations BNM-2011» (г. Уфа, Россия, 2011 г.), Международной конференции «The 5th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NANO SPD5» (Nanjing, China, 2011 г.), XI международной конференции «Забабахинские научные чтения» (г. Снежинск, Россия, 2012 г.)

Публикации.

Основные результаты работы опубликованы в 6 научных статьях в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ и в 18 статьях и тезисах в сборниках трудов конференций.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения в виде обсуждения результатов исследования и общих выводов, списка условных обозначений и сокращений и списка литературы из 205 наименований. Общий объем диссертации: 132 страницы, в том числе 57 рисунков и 16 таблиц.

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 методология и методы исследования, приведены основные положения, выносимые на защиту, степень достоверности и апробация результатов.

Первая глава диссертации носит обзорный характер. В ней представлены литературные данные о процессах формирования УМК и НК структур при обработке металлов и сплавов (в частности, алюминия и сплавов на его основе) методами мегапластической деформации (МПД). Рассмотрены структурные особенности деформированных материалов и влияние МПД на их механические свойства. Особое внимание уделено рассмотрению влияния высокоскоростной деформации на структуру и механические свойства металлических материалов.

Во второй главе подробно описываются материалы исследования, методы и режимы их деформационной обработки, экспериментальные методики исследования структурных характеристик и комплекса физико-механических свойств полученных УМК и НК материалов.

В качестве материалов исследования были выбраны алюминий технической чистоты марки А7, сплав системы Al-Mn со слабым твердорастворным упрочнением АМц и сплав системы Al-Zn-Mg-Cu с сильным твердорастворным и дисперсионным упрочнением В95. Исходными заготовками для деформирования материалов служили прутки диаметром 14 и 30 мм с крупнокристаллической субзеренной структурой (средний размер субзерен 2 мкм).

Химический состав и специальная термическая обработка исследованных материалов (низкотемпературный отжиг для сплава АМц и высокотемпературный гетерогенизирующий отжиг для сплава В95) обеспечили разную степень легированности Al-твердого раствора, характер распределения вторичных фаз и прочностные характеристики (таблица 1).

Эти материалы выбраны в качестве объектов исследования, чтобы сравнить деформационное поведение алюминиевых сплавов с разной подвижностью дислокационного ансамбля в условиях одних и тех же нагрузений, и в то же время, они являются широко распространенными алюминиевыми сплавами, улучшение структуры и свойств которых новыми методами деформационной обработки представляет самостоятельный практический интерес.

Учитывая, что на подвижность ансамбля дислокаций оказывает влияние не только величина энергии дефекта упаковки (которая понижается при легировании алюминиевого твердого раствора), но и наличие дисперсных

интерметаллидов, можно условно считать, что сплав АМц является материалом, в котором процессы дислокационной перестройки облегчены, а сплав В95 – материалом с более низкой подвижностью дислокационного ансамбля.

Таблица 1. Характеристики исследованных материалов.

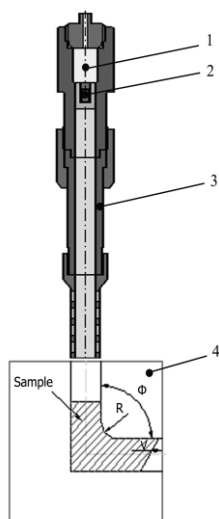
Марка сплава	Химический состав, масс. %	Термическая обработка	Фазовый состав	Подвижность дислокаций (условно)
А7	не менее 99,7Al– до 0,16 Fe– до 0,15 Si	-	Однофазный Al-твердый раствор (НВ=15)	высокая
АМц (А3003)	Al–1,5Mn–0,1Zn– 0,05Cu–0,6Si–0,7Fe	Низко-температурный отжиг	Слабелегированный однофазный Al-твердый раствор (НВ=30)	средняя
В95 (А7075)	Al–7,0Zn–2,3Mg– 1,8Cu–0,5Si–0,5Fe– 0,25Cr	Гетерогенизирующий отжиг	Пересыщенный Al-твердый раствор, дисперсоиды тугоплавких металлов, упрочняющая фаза MgZn ₂ (НВ=68)	низкая

Деформация образцов осуществлялась двумя методами: методом высокоскоростной деформации – ДКУП и методом квазистатической деформации – КВД.

На рисунке 1 показана принципиальная схема ДКУП. В экспериментах использовали матрицы с каналами, пересекающимися по углом $\Phi=90^\circ$. Начальная скорость движения образца в матрице (V) задавалась массой порохового заряда и варьировалась от 50 до 300 м/с, число циклов (N) изменяли от 1 до 4, повторные циклы осуществляли по маршруту В_c. В геометрии оснастки изменяли радиус кривизны внутренней зоны пересечения каналов R=0 и R=7 мм и диаметр каналов, в зависимости от размера заготовки (14 и 30 мм).

Заготовки из сплавов В95 и АМц в виде дисков диаметром 10 мм и толщиной 0,35 мм подвергали деформации методом КВД в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре. Для получения наиболее полной информации о процессах структурообразования в исследуемых алюминиевых сплавах число оборотов подвижной наковальни n изменяли в широком диапазоне n=0,5; 1; 2; 5; 10; 15, что соответствовало истинной деформации $\epsilon \approx 3,9; 4,1; 4,8; 5,5; 6,4; 6,9$. Истинную деформацию ϵ при КВД рассчитывали по формуле $\epsilon = \epsilon_{oc} + \epsilon_{cd}$, где $\epsilon_{oc} = \ln \frac{h_{исх}}{h_k}$ - деформация при осадке, $\epsilon_{cd} = \ln(1 + \frac{\varphi^2 r^2}{h_k^2})^{1/2}$ -

деформация сдвига ($h_{исх}$ - начальная высота образца на половине радиуса, h_k - конечная высота образца на половине радиуса, r – половина радиуса образца, φ - угол поворота наковальни в радианах).



1-заряд, 2-образец,
3-ствол, 4-матрица

Рисунок 1. Схема обработки материалов методом ДКУП.

Структурные особенности материалов исследовали с помощью оптического микроскопа Neophot-32, электронных просвечивающих микроскопов (ПЭМ) JEM-200CX и Philips CM30, сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) с использованием энергодисперсионного микроанализа и дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) QUANTA-200. Методом рентгеноструктурного анализа (РСА) определяли фазовый состав материалов, уровень микроискажений кристаллической решетки, параметр кристаллической решетки алюминия. РСА проводили с помощью дифрактометра ДРОН-3 в CoK_α излучении. Обработку дифрактограмм и расчеты проводили с помощью программ Outset и Profile. Характеристики

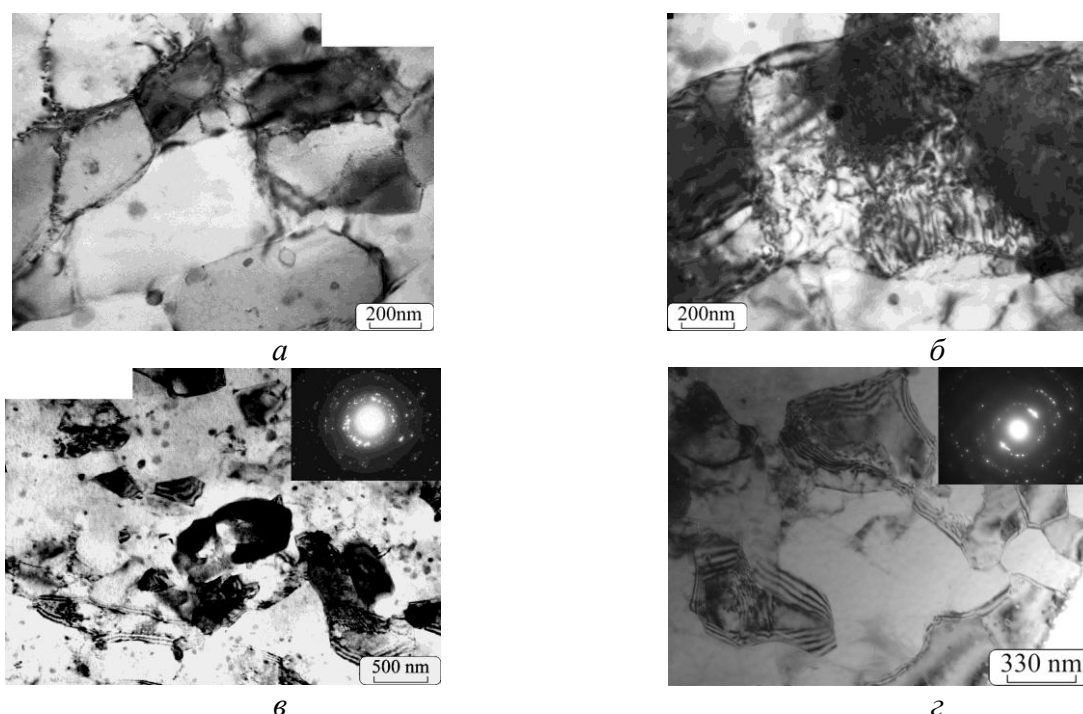
твердости материалов определяли на макро- и микро- уровне: макротвердость при испытаниях по Бринеллю и микротвердость на приборе ПМТ-3. Для оценки вклада разных механизмов упрочнения в диссертации применен метод наноиндентирования, который позволил оценить эффект упрочнения, связанный с наклепом. Твердость отдельных кристаллитов измеряли в условиях непрерывного нагружения линейно нарастающей во времени нагрузкой до 1мН при комнатной температуре с помощью Наносклерометрического модуля Зондовой Нанолaborатории NTEGRA. Прочностные и пластические свойства определяли при комнатной температуре в условиях одноосного статического растяжения на разрывной машине ZWICK/RoellZ050 при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} и динамического сжатия по методу Кольского при скоростях деформации $4-6 \times 10^3 \text{ с}^{-1}$ на оригинальной установке РСГ-25 в ИМСС УрО РАН. Для исследования термодинамики процесса диссипации и накопления энергии в УМК материалах в процессе динамического сжатия применяли метод инфракрасной термографии. Структуру изломов УМК и крупнокристаллических (КК) образцов после квазистатического растяжения исследовали на СЭМ QUANTA-200 и интерферометре-профилометре NewView5010.

В главе 3 приведены экспериментальные данные по влиянию квазистатической (МПД) и высокоскоростной (ИПД) деформации на эволюцию структуры в Al-Mn сплаве со слабым твердорастворным упрочнением АМц, что позволило определить общие и отличительные черты структурообразования при разных методах деформирования. Наиболее подробно рассмотрено влияние таких параметров нагружения при ДКУП, как начальная скорость движения образцов через каналы в матрице V , число циклов N , геометрия оснастки и размер заготовки. Методами электронной микроскопии установлено, что наибольшее влияние на процесс измельчения структуры оказывают скорость

движения образца и степень накопленной деформации, зависящая от числа циклов. Рисунок 2 демонстрирует эволюцию структуры сплава АМц в процессе ДКУП. При малой интенсивности деформации в диапазоне условий $V=50-80$ м/с, $N=2-4$ в структуре наблюдаются области фрагментированных кристаллитов с малоугловыми границами (рисунок 2а), и крупные субзерна, в которых формируются клубковые дислокационные образования, стенки дислокаций (рисунок 2б). Увеличение V до 150 м/с при $N=1-4$ приводит к постепенному переходу от субзеренной структуры с малоугловыми границами к сильно неравновесной фрагментированной структуре с высокой плотностью решеточных дислокаций внутри фрагментов (по данным РСА $\rho_d=2,8 \times 10^{14}$ 1/м²) и высокой долей большеугловых границ (рисунок 2в). Существенные изменения структуры наблюдаются при увеличении скорости до 300 м/с. При $N=1$ внутри зерен сохраняется высокая плотность дислокаций, наблюдается неравномерный дифракционный контраст, свидетельствующий о высоком уровне внутренних напряжений, и широкие «размытые» границы. С ростом N до четырех внутри фрагментов сокращается количество решеточных дислокаций, кристаллиты приобретают более равноосную форму, границы выявляются на ПЭМ изображениях более четко (рисунок 2 г). Согласно анализу структуры с помощью метода дифракции обратно рассеянных электронов, количество кристаллитов с большеугловыми границами составляет 63% при среднем угле разориентировки 20° (рисунок 3). По морфологическим признакам структуры и данным РСА анализа можно считать, что УМК структура сформировалась в процессе динамического возврата и динамической рекристаллизации. Данный вывод подтверждается сравнением гистограмм распределения размеров кристаллитов по количеству в образцах после 1 и 4 циклов при $V=300$ м/с. При неизменном среднем размере, составляющем 600-650 нм после многократного прессования, количество кристаллитов с размером менее 300 нм уменьшается, и одновременно растет число крупных кристаллитов размером более 700 нм. Такое распределение является бимодальным, что характерно для структур после динамической рекристаллизации.

Таким образом, формирование УМК структуры при ДКУП в сплаве АМц осуществляется двумя механизмами релаксации упругой энергии – фрагментацией и динамической рекристаллизацией. Переход ко второму механизму наблюдается только при многократном прессовании со скоростью не менее 300 м/с.

Структурное состояние сплава, сформировавшееся в процессе ДКУП, влияет на его механические свойства. Установлено, что твердость УМК образцов, определенная по Бринеллю, в среднем в 1,5 раза выше твердости материала в исходном состоянии и составляет 78 НВ. Максимальное значение микротвердости H_μ , достигнутое в эксперименте, составляет 950 МПа, что в 2 раза выше, чем в исходном состоянии.



а, б – $V=50$ м/с, $N=4$, *в* – $V=150$ м/с, $N=1$, *г* – $V=300$ м/с, $N=4$

Рисунок 2. ПЭМ изображения тонкой структуры сплава АМц после ДКУП.

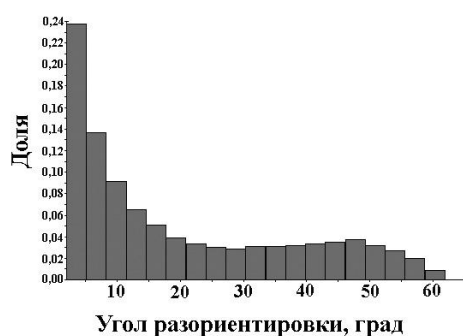


Рисунок 3. Гистограмма

распределения угла разориентировки кристаллитов по количеству в сплаве АМц после ДКУП при $V=300$ м/с $N=4$.

Влияние V и N на прочностные и пластические свойства сплава АМц в УМК состоянии относительно исходного и нагартованного состояний показано в таблице 2. Формирование УМК структуры с бимодальным распределением кристаллитов по размеру ($N=4$, $V=300$ м/с) приводит к повышению на 75% значения временного сопротивления и в 2 раза относительного удлинения по сравнению с крупнокристаллическим сплавом в нагартованном состоянии.

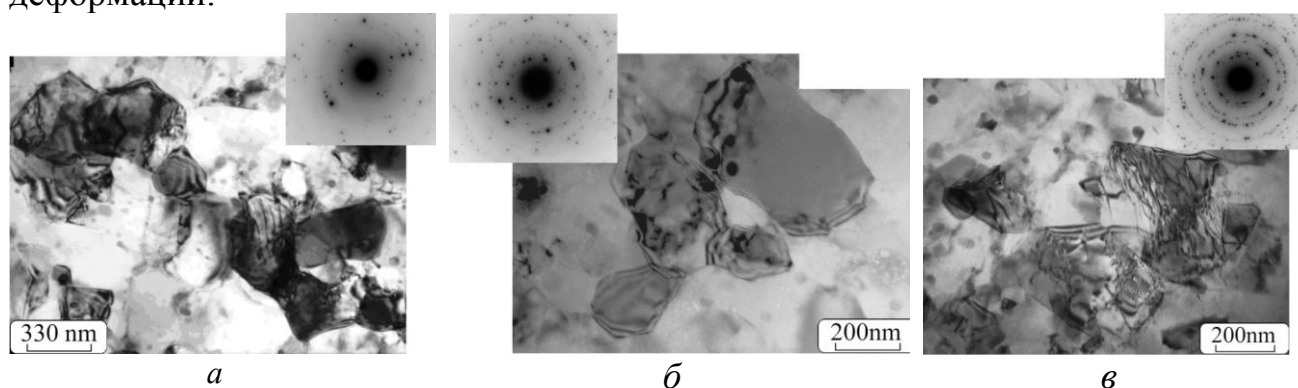
Таблица 2. Механические свойства сплава АМц после различных обработок.

Образец	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Исходный КК	114	146	32
После ДКУП, $N=2$, $V=80$ м/с	171	185	10
После ДКУП, $N=4$, $V=80$ м/с	176	202	10
После ДКУП, $N=4$, $V=300$ м/с	176	255	14
Нагартованный*	175	200	6
* - справочные данные			

После однократного ДКУП были получены крупногабаритные цилиндрические образцы сплава АМц диаметром 30 мм и длиной до 200 мм с

УМК структурой, идентичной структуре, полученной в образцах меньшего размера, характеризующиеся повышенной твердостью.

Результаты ПЭМ исследования эволюции структуры сплава АМц в процессе КВД (рисунок 4) показали, что с ростом степени деформации смешанная УМК структура, образованная в основном фрагментированными зернами с малоугловыми и большеугловыми границами, и единичными рекристаллизованными зернами ($\epsilon=3,9$; $n=0,5$) сменяется на рекристаллизованную структуру ($\epsilon=4,1$; $n=1$). При $\epsilon=6,4$; ($n=10$) вновь наблюдается накопление дислокаций, и активизируется процесс пластической деформации.



a *б* *в*
 $a - \epsilon=3,9$; $b - \epsilon=4,1$; $v - \epsilon=6,4$

Рисунок 4. ПЭМ изображения структуры сплава АМц после КВД при комнатной температуре.

Данные ПЭМ подтверждаются немонотонным изменением значения среднеквадратичной микродеформации решетки алюминия. Средний размер кристаллитов при КВД составляет 200 нм, что в 3 раза меньше, чем после обработки динамическим прессованием.

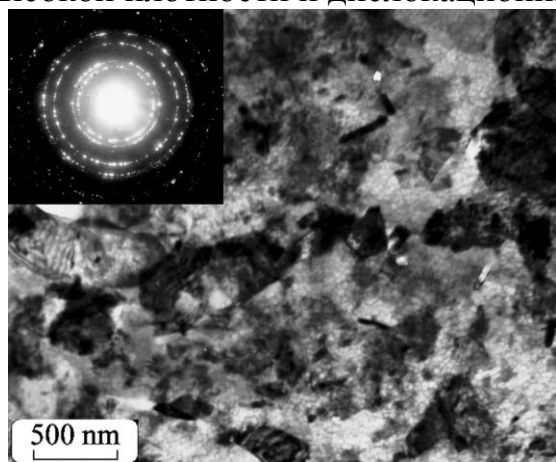
Таким образом, в отличие от обработки методом ДКУП, основным механизмом формирования УМК структуры при КВД сплава АМц является низкотемпературная динамическая рекристаллизация. Наблюдаемая цикличность формирования структуры, связанная с преобладанием либо процесса накопления структурных дефектов, либо их релаксации, может рассматриваться как чередование процессов фрагментации, динамического возврата и динамической рекристаллизации.

В четвертой главе приведены экспериментальные результаты по сравнению особенностей структурно-фазовых переходов в многокомпонентном сплаве В95 при МПД и ИПД.

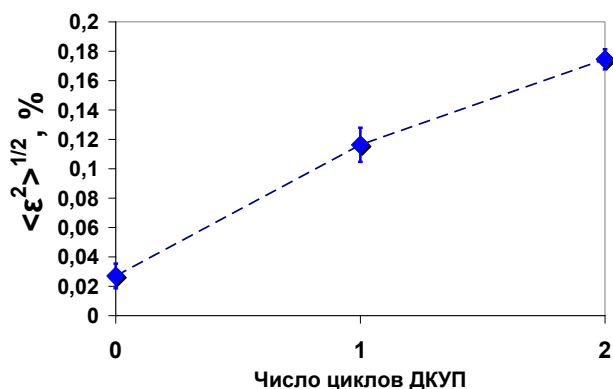
В разделе 4.1. описано влияние ДКУП на структуру и механические свойства сплава. Деформацию заготовок из сплава В95 методом ДКУП производили в скоростном режиме движения образца в каналах с $V=120-150$ м/с, варьируя число циклов $N=1, 2$ и изменяя геометрию матрицы.

В сплаве уже после однократного ДКУП формируется зеренно-субзеренная УМК структура, с высокой плотностью решеточных дислокаций и

размытыми неравновесными границами. После двукратного прессования структурно-фазовое состояние становится еще более неравновесным, формируется высокоразориентированная структура, состоящая в основном из кристаллитов, разделенных большеугловыми неравновесными границами (рисунок 5а), внутри кристаллитов наблюдаются скопления дислокаций высокой плотности и дислокационные сетки.



а



б

а – ПЭМ изображение тонкой структуры образца сплава В95 после двух циклов ДКУП, б – зависимость среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки сплава В95 от числа циклов ДКУП

Рисунок 5. Структура сплава В95 после ДКУП.

Результаты расчета значений среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ и плотности решеточных дислокаций деформированного сплава свидетельствует об усилении внутренних напряжений с ростом циклов ДКУП (рисунок 5б). Так, плотность решеточных дислокаций увеличивается в 5 раз по сравнению с исходным состоянием после первого цикла прессования и составляет $4,5 \times 10^{14} \text{ 1/м}^2$, а повторный цикл прессования приводит к дальнейшему повышению плотности решеточных дислокаций до 10^{15} 1/м^2 . Средний размер кристаллитов не изменяется и составляет 200 нм, однако увеличение циклов прессования до двух приводит к увеличению в структуре доли кристаллитов, имеющих размер менее 100 нм.

Таким образом, результаты структурных исследований свидетельствуют о том, что в сплаве В95 при деформации методом ДКУП механизмом релаксации упругой энергии является фрагментация. В этом случае УМК структура с высокоугловыми неравновесными границами формируется за счет кристаллографического сдвига, который осуществляется скольжением решеточных дислокаций, и последующего некристаллического сдвига – перемещением зернограницных дислокаций и частичных дисклинаций.

Микротвердость материала после двукратного ДКУП составляет $H_{\mu}=990 \text{ МПа}$, что на 37% выше, чем микротвердость исходного материала. В той же зависимости находится твердость материала, измеренная по Бринеллю, она составляет 109 НВ. Было установлено, что деформирование сплава в матрице с измененной конфигурацией внутренней зоны пересечения каналов

($R=0$ вместо $R=7$ мм) положительно сказывается на равномерности структуры вдоль направления прессования и повышает микротвердость материала до $H_{\mu}=1020$ МПа уже после одного цикла прессования.

На рисунке 6 приведены сравнительные диаграммы растяжения УМК образцов и крупнокристаллического аналога. Видно, что УМК сплав В95 обладает повышенной прочностью по сравнению с КК материалом. Временное сопротивление разрушению УМК сплава увеличился на 30% и составляет $\sigma_B=364$ МПа, а предел текучести - на 130 % ($\sigma_{0,2}=329$ МПа). Из сравнения кривых деформации УМК образцов следует, что повторный цикл прессования $N=2$ приводит к дополнительному упрочнению материала, в то время как относительное удлинение не меняется и составляет 14-15%.

Исследование методом СЭМ поверхностей разрушения УМК образцов, испытанных на одноосное растяжение, показало, что, несмотря на снижение пластических свойств, их изломы, как и изломы КК образцов, имеют вязкий характер.

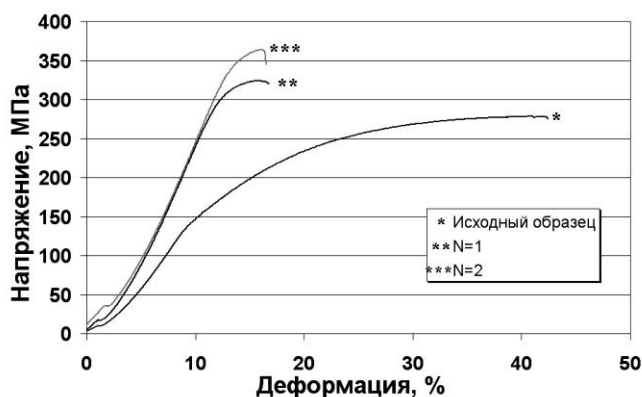


Рисунок 6. Кривые напряжение-деформация, полученные при квазистатическом растяжении образцов из сплава В95.

Для более детального сравнения морфологии поверхности разрушения, с целью получения информации о масштабной инвариантности рельефа изломов, проводили корреляционный анализ профилей поверхности разрушения УМК и КК образцов в терминах показателя Хёрста (показателя шероховатости). Для УМК и КК образцов показатель Хёрста имеет значения в

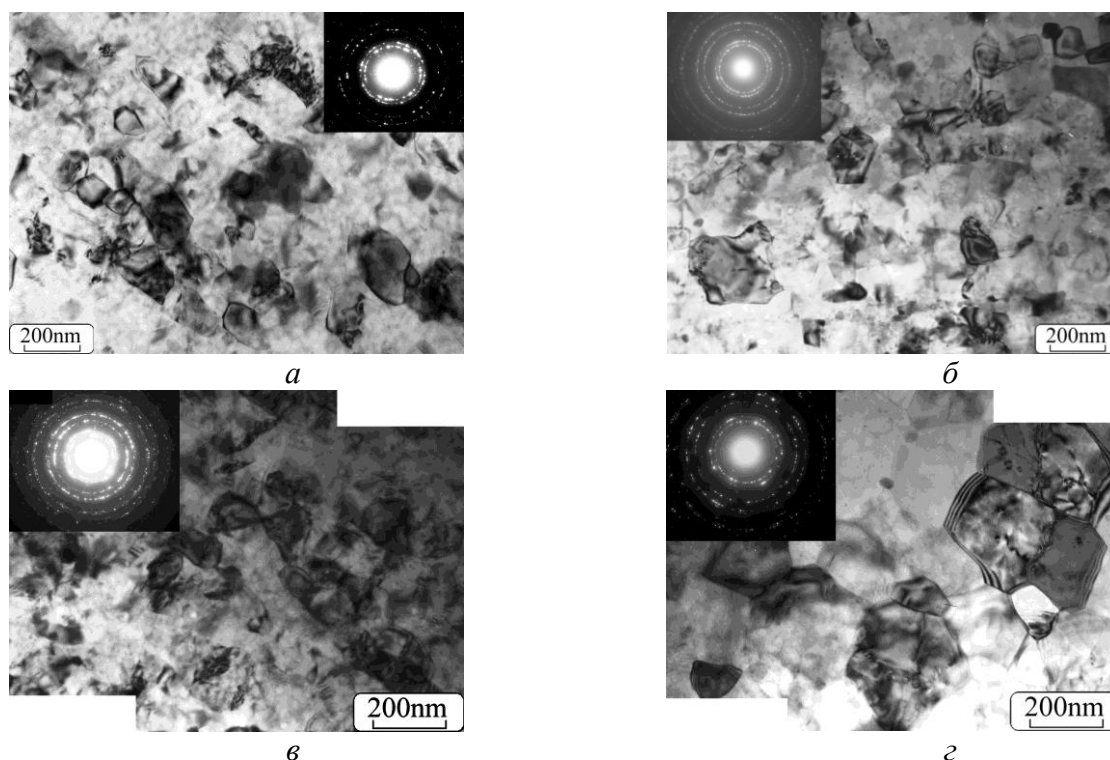
диапазоне 0,58-0,70, что говорит о наличии структурно-морфологических закономерностей формирования поверхностей разрушения в этих образцах (самоподобии и упорядоченности поверхностной структуры). С уменьшением размера зерна наблюдается тенденция к росту величины показателя Хёрста, что может свидетельствовать об увеличении доли квазихрупкого разрушения в изломе УМК сплава.

В разделе 4.2. обсуждается влияние КВД на структуру и твёрдость сплава В95.

Было установлено, что после одного оборота ($e=4,1$), процесс фрагментации исходной субзеренной структуры приводит к формированию УМК структуры с малоугловыми и большеугловыми границами кристаллитов, и средним размером 140 нм, который сохраняется при увеличении числа оборотов до двух ($e=4,8$) (рисунок 7а). При деформации в 5 оборотов ($e=5,5$) происходит формирование более равномерной структуры, состоящей полностью из кристаллитов, разделенных большеугловыми границами, при

этом их средний размер уменьшается до 85 нм. Появление наноструктуры четко определяется по характерной картине микродифракции кольцевого типа. С ростом степени деформации до $\epsilon=6,4$ (10 оборотов) структура становится еще мельче, и средний размер кристаллитов достигает 55 нм (рисунок 7б). Увеличение числа оборотов до 15 ($\epsilon=6,9$) приводит к дальнейшей эволюции структуры. В частности, наряду с областями нанозерен (рисунок 7в), появляются единичные крупные зерна, максимальный размер которых достигает 600 нм (рисунок 7г). При $\epsilon=6,9$ имеет место бимодальное распределение кристаллитов по количеству со средним размером 115 нм. То есть, при данной степени деформации в материале начинаются процессы возврата и рекристаллизации.

Методом рентгеноструктурного анализа было установлено, при деформации $\epsilon=4,1-6,9$ в сплаве протекает динамическое деформационное старение. На дифрактограммах деформированных образцов, в области малых углов отчетливо выявляются пики, относящиеся к упрочняющей метастабильной фазе $\eta'(\text{MgZn}_2)$. С ростом степени деформации количество упрочняющей фазы возрастает. Учитывая фазовые и структурные превращения, которые наблюдаются при деформации многокомпонентного сплава, можно считать, что полученные высокие значения твердости 2,5 ГПа являются следствием суммарного эффекта упрочнения, вызванного формированием УМК или НК структуры (зернограницное упрочнение) и выделений упрочняющей фазы (дисперсионное твердение).



а – $\epsilon=4,1$; б – $\epsilon=6,4$; в, г – разнотернистость структуры сплава В95 после КВД при $\epsilon=6,9$

Рисунок 7. Структура сплава В95 после обработки КВД.

Таким образом, в многокомпонентном сплаве с сильным твердорастворным и дисперсионным упрочнением переход от фрагментированной структуры к структуре динамического возврата и рекристаллизации при МПД осуществляется через дополнительный канал релаксации упругой энергии – фазовые превращения.

Глава 5 посвящена изучению термомеханического поведения УМК сплавов АМц и В95, полученных методом ДКУП, в процессе динамического сжатия (со скоростями деформации в диапазоне $4-6 \times 10^3 \text{ с}^{-1}$) по методике Гопкинсона - Кольского. Детально рассмотрен процесс тепловыделения, связанный с эволюцией в процессе динамического сжатия реальной структуры материала. Особенности процессов диссипации и накопления энергии исследованы для материалов с разным размером зерна и типом УМК структуры.

Методом инфракрасной термографии получены данные об изменении температуры образца в процессе динамического сжатия, что позволило определить долю диссипированной энергии, как отношение энергии, преобразованной в тепло к энергии, затраченной на деформирование образца - $\frac{E_2}{E_1}$. Энергию, затраченную на деформирование образца можно рассчитать как

$$E_1 = \frac{1}{V_0} \int_0^{\varepsilon_{\max}} \sigma_{\text{обр}} d\varepsilon_{\text{обр}},$$
 где V_0 - начальный объем образца, $\sigma_{\text{обр}}$ - напряжение в образце, $\varepsilon_{\text{обр}} = \ln\left(\frac{d_0}{d_1}\right)$ - мера деформации образца. Энергия, преобразованная в тепло в результате деформирования, рассчитывается как $E_2 = c\rho V_0 \Delta T$, где c - удельная теплоемкость, ρ - плотность, ΔT - изменение температуры.

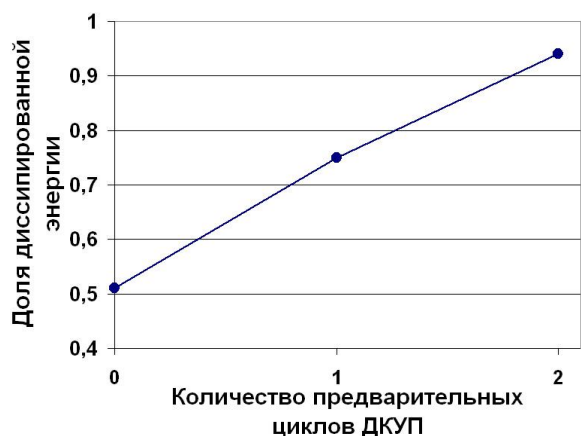


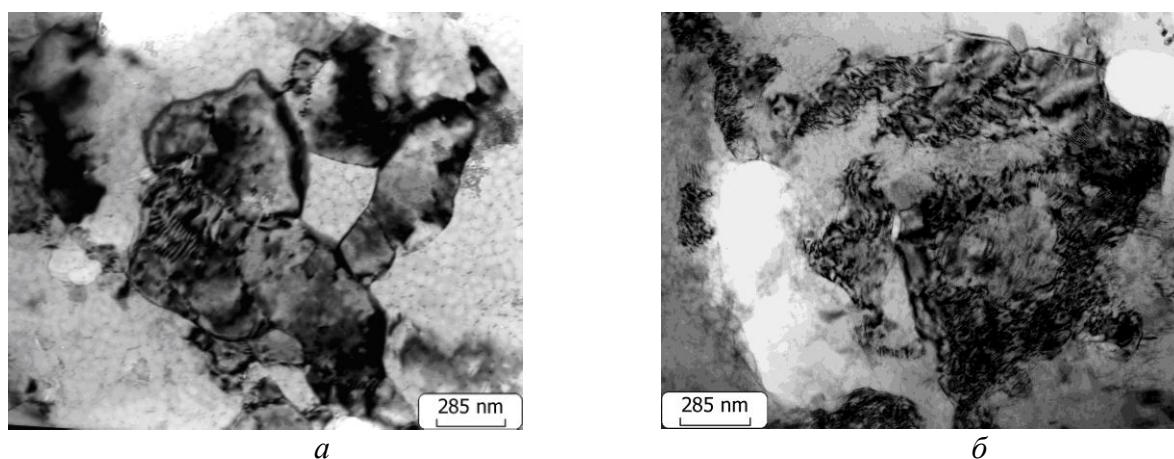
Рисунок 8. Влияние количества циклов ДКУП на долю диссипированной энергии в процессе динамического сжатия образцов сплава В95 (скорость деформации $6 \times 10^3 \text{ с}^{-1}$).

В УМК сплаве В95 обнаружено существенное увеличение средней температуры по сравнению с КК сплавом в процессе нагружения. С увеличением степени предварительно накопленной деформации ($N=2$) диссипативная способность УМК материала сильно возрастает, при этом доля диссипированной энергии в 1,8 раз превышает соответствующую характеристику для КК сплава (рисунок 8). По данным ПЭМ повышение температуры УМК образца в процессе сжатия связано с интенсивным процессом релаксации дефектов, а фрагментированная структура преобразуется в структуру динамического возврата и рекристаллизации

(рисунок 9а). При этом снижаются значения микродеформации кристаллической решетки, и понижаются плотность дислокаций и твердость сплава (рисунок 10).

В КК сплаве В95 при сжатии формируется слабоориентированная ячеистая структура (средний размер ячеек - 300 нм) с высокой плотностью дислокаций (рисунок 9б). Твердость материала существенно возрастает (рисунок 10).

Таким образом, замена фрагментированной структуры на структуру динамического возврата в УМК сплаве сопровождается возрастанием доли диссипированной энергии при динамическом сжатии, в то время как в КК сплаве часть энергии деформации расходуется на образование новых малоугловых границ, решеточных и зернограницных дефектов. При этом возникают поля внутренних напряжений, которые определяют количество накопленной энергии.



а – УМК образец, б – КК образец

Рисунок 9. Структура образцов сплава В95 после динамического сжатия.

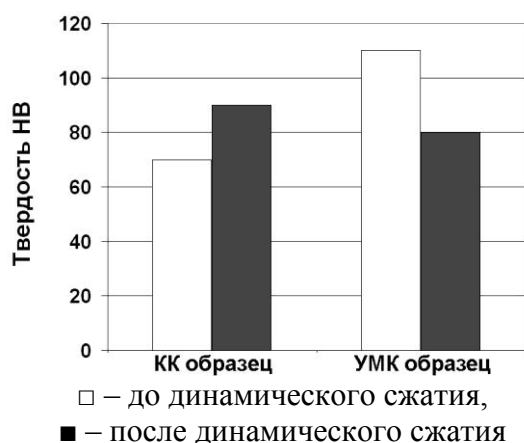
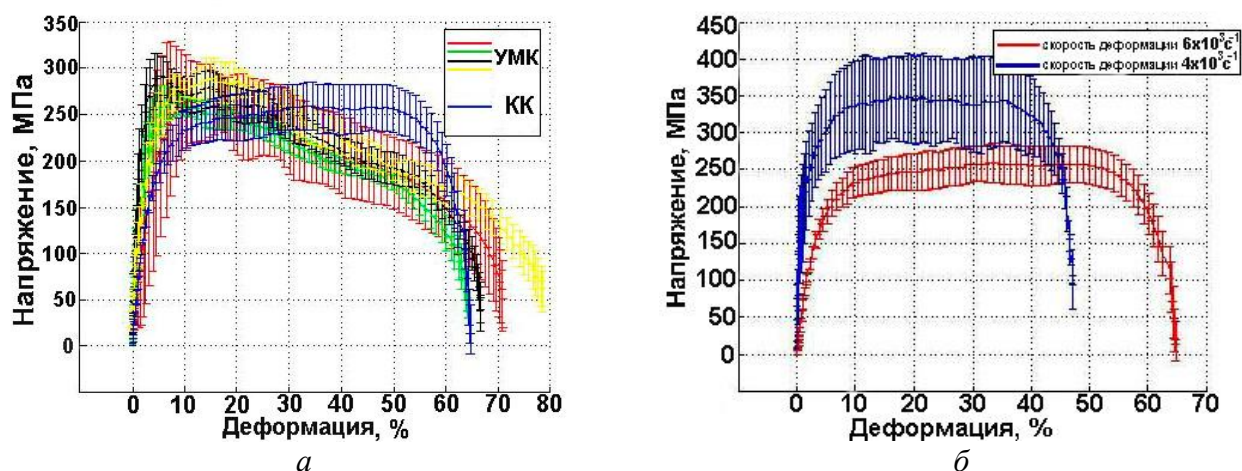


Рисунок 10. Изменение твердости КК и УМК сплава В95 при динамическом сжатии.

В экспериментах по динамическому сжатию УМК сплава АМЦ было определено не только влияние размера зерна на диссипативную способность материалов, но и влияние типа структуры. Так, доля диссипированной энергии в сплаве АМц с УМК структурой, образованной механизмом динамической рекристаллизации, на 13 % ниже, чем в сплаве с УМК фрагментированной структурой, что обусловлено разной степенью релаксации внутренних напряжений при сжатии.

Сравнение механического поведения сплавов в УМК и КК состояниях при динамическом нагружении по методу Гопкинсона - Кольского показало их различие. Например, при скорости деформации $4 \times 10^3 \text{ с}^{-1}$ динамический предел текучести на 30 % выше динамического предела текучести исходно КК сплава, кроме того, на деформационных кривых УМК образцов четко наблюдается участок разупрочнения, что совершенно не характерно для КК сплава (рисунок 11а). При увеличении скорости деформации УМК сплава В95 динамический предел текучести снижается на 30%, то есть, динамические механические характеристики проявляют обратную скоростную чувствительность (рисунок 11б). Согласно результатам структурных исследований, обнаруженные тенденции изменения механических характеристик с ростом скорости динамического сжатия обусловлены снижением общего количества структурных дефектов и релаксацией напряжений. При этом доля энергии, преобразованной в тепло, повышается на 30%.



а – УМК и КК сплав АМц при деформации со скоростью $6 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$, б – УМК сплав В95и при сжатии с разной скоростью деформации

Рисунок 11. Деформационные кривые, полученные при динамическом сжатии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В разделе обсуждение результатов систематизированы полученные в диссертационной работе данные, определены общие и различные черты деформационного поведения исследованных сплавов при статическом и динамическом деформировании, описаны преимущества метода ДКУП для формирования УМК структуры в алюминиевых сплавах по сравнению с наиболее применяемым методом МПД – РКУП. Проанализированы механизмы формирования УМК структуры при разных методах нагружения в зависимости от типа упрочнения алюминиевых сплавов. Также в разделе обосновано влияние параметров УМК структуры, формирующейся при МПД и ИПД, на свойства материалов при статических и динамических нагрузках.

В конце диссертации сформулированы основные выводы:

1. Установлено, что измельчение структуры до субмикронного уровня (200-600 нм), повышение твердости в 1,5-2 раза и условного предела текучести в 2-2,5 раза наблюдается уже при одном, двух циклах динамического канально-углового прессования со скоростью 10^4 - 10^5 с⁻¹.

2. Показано, что типичной структурой алюминиевых сплавов при методе ДКУП является фрагментированная неравновесная структура, характеризующаяся большой плотностью дислокаций $\sim 10^{14}$ - 10^{15} 1/м², наличием высокоугловых границ кристаллитов и высоким уровнем внутренних напряжений. Обнаружено, что увеличение степени и скорости деформации в твердорастворном слабелегированном сплаве АМц приводит к реализации другого механизма релаксации упругой энергии – динамической рекристаллизации.

3. Установлено, что при кручении под высоким квазигидростатическим давлением в наковальнях Бриджмена в сплаве со слабым твердорастворным упрочнением АМц наблюдается циклический характер структурообразования, обусловленный чередованием процессов фрагментации и динамической рекристаллизации с ростом степени деформации. В сплаве с дисперсионным и сильным твердорастворным упрочнением В95 преобладает фрагментированная структура, а динамическая рекристаллизация начинает играть роль релаксационного процесса только при большой степени деформации $\epsilon=6,9$. Переход от фрагментированной наноструктуры ($D=55$ нм) к структуре динамического возврата и динамической рекристаллизации в сплаве В95 сопровождается фазовыми превращениями, которые служат дополнительными каналами релаксации упругой энергии.

4. Установлена корреляция между изменением количества структурных дефектов при динамическом сжатии УМК и КК алюминиевых сплавов и диссипативной способностью материалов. Обнаружено повышение доли диссипированной энергии УМК образцов на 30-90% по сравнению с КК аналогами. Изменение диссипативной способности УМК материалов обусловлено прохождением низкотемпературного динамического возврата в

процессе сжатия и регулируется фазовым составом сплавов, масштабом УМК структуры и механизмами ее образования.

5. По результатам фрактального анализа деформационного рельефа поверхности разрушения УМК сплава В95 и равенства показателя Хёрста по объёму материала ($H=0,6-0,7$) установлены структурно-морфологическая равномерность поверхностей разрушения УМК сплава В95 и снижение шероховатости изломов по сравнению с крупнокристаллическим сплавом.

6. Показано, что метод ДКУП можно рекомендовать для практического использования с целью эффективного измельчения структуры, повышения прочностных характеристик и диссипативной способности объемных алюминиевых сплавов разного состава.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК

1. Бродова, И.Г. Эволюция структуры алюминиевого сплава В95 при сдвиге под давлением / И.Г. Бродова, И.Г. Ширинкина, А.Н. Петрова и др. // Физика металлов и металловедение. - 2011. - №6. - С. 659-667.

2. Бродова, И.Г. О диспергировании структуры алюминиевого сплава В95 разными методами интенсивной пластической деформации / И.Г. Бродова, И.Г. Ширинкина, А.Н. Петрова и др. // Перспективные материалы. - 2011. - №12. - С. 60-65.

3. Ширинкина, И.Г. Фазовые и структурные превращения в алюминиевом сплаве АМц при разных методах интенсивной пластической деформации / И.Г. Ширинкина, А.Н. Петрова, И.Г. Бродова и др. // Физика металлов и металловедение. - 2012. - №2. - С. 181-186.

4. Петрова, А.Н. Влияние размера зерна на механизмы разрушения алюминиевого сплава В95 / А.Н. Петрова, И.Г. Бродова, И.Г. Ширинкина и др. // Физика металлов и металловедение. - 2012. - №7. - С. 767-772.

5. Бродова, И.Г. Сравнение закономерностей формирования структуры алюминиевых сплавов при большой и интенсивной пластической деформации / И.Г. Бродова, А.Н. Петрова, И.Г. Ширинкина // Известия РАН, Серия физическая. - 2012. - №11. - С. 1378-1383.

6. Brodova, I.G. Fragmentation of the structure in Al-based alloys upon high speed effect / I.G. Brodova, E.V. Shorokhov, A.N. Petrova et al // Reviews on Advanced Materials Science. - 2010. - № 25. - P. 128-135.

Другие публикации

7. Brodova, I. Dispersion of the structure in Al-based alloys by different methods of severe plastic deformation / I. Brodova, I. Shirinkina, A. Petrova // Materials Science Forum. - 2011. - Vol. 667-669. - P. 517-521.

8. Petrova, A.N. Correlation of Structure and Thermodynamic Properties of Aluminum alloys at Dynamic Loading / A.N. Petrova, I.G. Brodova, O.A. Plekhov et al. // Материалы международной конференции «Ударные волны в

конденсированных средах». - Киев. - Изд-во Киев «Интерпресс ЛТД». - 2012. - С. 196-199.

9. Petrova, A.N. Deformation Behavior of Technical Aluminum at Dynamic Compaction / A.N. Petrova, V.V. Astafiev, I.G. Brodova et al. // Материалы международной конференции «Ударные волны в конденсированных средах». - Киев. - Изд-во Киев «Интерпресс ЛТД». - 2012. - С. 274-276.

Отпечатано на Ризографе ИФМ УрО РАН тир. 85 зак. 58
объем 1 печ. л. формат 60x84 1/16
620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18