

**Хафизова Э. Д.  
Исламгалиев Р. К.  
Корзникова Е. А.**

**ПОВЫШЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ  
И УСТАЛОСТНЫХ СВОЙСТВ  
АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА АК4-1  
ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ  
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

**Монография**

**2023**

Уфимский университет науки и технологий

Э. Д. Хафизова, Р. К. Исламгалиев, Е. А. Корзникова

**ПОВЫШЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ И УСТАЛОСТНЫХ СВОЙСТВ  
АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА АК4-1 ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ  
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Монография

Электронное издание  
локального распространения

Санкт-Петербург  
Наукоемкие технологии  
2023

© Хафизова Э. Д., Исламгалиев Р. К.,  
Корзникова Е. А., 2023

© Уфимский университет науки и  
технологий, 2023

ISBN 978-5-907804-12-8

УДК 669.71  
ББК 34.431  
X12

Рецензенты:

*Павел Васильевич Захаров* – доктор физико-математических наук, профессор Санкт-Петербургского Политехнического Университета Петра Великого;

*Гульнара Рашитовна Халикова* – кандидат технических наук, доцент Уфимского государственного нефтяного технического университета

**Хафизова Э. Д.**

X12 Повышение прочностных и усталостных свойств алюминиевого сплава АК4-1 после интенсивной пластической деформации. [Электронный ресурс]: монография / Э. Д. Хафизова, Р. К. Исламгалиев, Е. А. Корзникова. – Электрон. текстовые дан. (8,0 Мб). – СПб: Научное издание, 2023. – 120 с. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM).

ISBN 978-5-907804-12-8

Варьирование структурой любого материала дает возможность регулировать его механические и функциональные свойства. В данной работе представлены методы получения алюминиевого сплава АК4-1 с различной структурой. На базе современных представлений о строении и пластической деформации металлов рассмотрены механизмы деформации и измельчения зерен. Показана связь между деформированным и структурным состоянием металлов, приведен режим обработки алюминиевого сплава АК4-1. Создание бимодальной структуры в сочетании с дисперсными частицами приводит к повышению предела прочности и предела выносливости по сравнению со стандартной обработкой Т6.

Книга предназначена для инженеров – металлургов и обработчиков металлов давлением, научных работников, разработчиков новых технологий, оборудования и инструмента для получения объемных наноматериалов конструкционного назначения, а также для аспирантов, магистрантов, бакалавров и студентов старших курсов металлургических и машиностроительных специальностей.

Издание осуществлено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания на оказание государственных услуг ФГБОУ ВО «УУНиТ» (соглашение № 075-03-2023-119/1) «Молодежная научно-исследовательская лаборатория НОЦ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».

Текстовое электронное издание

Минимальные системные требования:

- процессор: Intel x86, x64, AMD x86, x64 не менее 1 ГГц;
- оперативная память RAM ОЗУ: не менее 512 МБайт;
- свободное место на жестком диске (HDD): не менее 120 МБайт;
- операционная система: Windows XP и выше;
- Adobe Acrobat Reader;
- привод CD-ROM;
- мышь.

© Хафизова Э. Д., Исламгалиев Р. К.,  
Корзникова Е. А., 2023

ISBN 978-5-907804-12-8

© Уфимский университет науки и технологий, 2023

Научное издание

**Хафизова Эльвира Динифовна**  
**Исламгалиев Ринат Кадыханович**  
**Корзникова Елена Александровна**

**Повышение прочностных и усталостных свойств  
алюминиевого сплава АК4-1 после интенсивной  
пластической деформации**

Монография

Электронное издание  
локального распространения

Подписано к использованию 13.12.2023.

Объем издания – 8,0 Мб.

Комплектация издания – 1 CD.

Тираж 100 экз.

Издательство «Научные технологии»

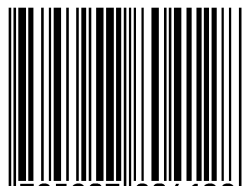
ООО «Корпорация «Интел Групп»

<https://publishing.intelgr.com>

E-mail: [publishing@intelgr.com](mailto:publishing@intelgr.com)

Тел.: +7 (812) 945-50-63

ISBN 978-5-907804-12-8



9 785907 804128



## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение .....	6
ГЛАВА 1. Обзор литературы .....	9
1.1. Особенности фазового состава алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg.....	9
1.2. Современные методы интенсивной пластической деформации.....	18
1.3. Структурные изменения в алюминиевых сплавах системы Al-Cu-Mg при деформации .....	23
1.4. Термическая стабильность алюминиевых сплавов после ИПД.....	28
1.5. Влияние ИПД на прочность и пластичность алюминиевых сплавов.....	30
1.6. Усталостные характеристики УМЗ алюминиевых сплавов .....	32
1.7. Постановка задач исследования .....	39
ГЛАВА 2. Материалы и методики исследований.....	41
2.1. Материал исследования .....	41
2.2. Термическая обработка сплава АК4-1 .....	42
2.3. Методы интенсивной пластической деформации сплава АК4-1 .....	43
2.4. Методики структурных исследований .....	44
2.4.1. Методика просвечивающей электронной микроскопии .....	44
2.4.2. Метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии .....	45
2.4.3. Методика рентгеноструктурного анализа .....	46
2.5. Методики испытаний механических свойств .....	48
2.5.1. Измерения микротвердости.....	48
2.5.2. Испытания на статическое растяжение.....	48
2.5.3. Усталостные испытания .....	49
2.6. Методики анализа различных механизмов упрочнения .....	51
ГЛАВА 3. Структура и свойства сплава АК4-1, после обработки ИПД.....	55
3.1. Структура и механические свойства образцов, подвергнутых ИПДК.....	56
3.2. Термическая стабильность УМЗ образцов, полученных ИПДК .....	63
3.3. Выбор режимов РКУП для формирования УМЗ структуры в сплаве АК4-1 .....	65
3.4. Структура образцов, подвергнутых РКУП .....	66
3.5. Выводы по главе .....	72
ГЛАВА 4. Прочность и пластичность УМЗ образцов, полученных РКУП.....	74
4.1. Механические свойства УМЗ образцов при комнатной температуре .....	74
4.2. Механические свойства УМЗ образцов при повышенных температурах .....	76

4.3. Фрактография поверхности разрушения образцов .....	78
4.4. Вклад структурных элементов в прочность сплава с УМЗ структурой....	81
4.5. Выводы по главе .....	82
ГЛАВА 5. Усталостные свойства УМЗ образцов и эволюция	
микроструктуры после усталостных испытаний .....	84
5.1. Усталостные свойства УМЗ образцов .....	84
5.2. Фрактография разрушения образцов сплава АК4-1.....	86
5.3. Эволюция микроструктуры после усталостных испытаний .....	95
5.4. Выводы по главе .....	99
Основные полученные результаты.....	101
Список сокращений и условных обозначений .....	103
Список литературы.....	104

## Введение

Алюминиевые сплавы системы Al-Cu-Mg широко используются в машиностроении и авиастроении, являются основными конструкционными материалами для изготовления деталей самолетов, поршней двигателей внутреннего сгорания, крыльчаток, колес компрессоров, а также лопаток [1-3]. Все вышеперечисленные изделия в процессе эксплуатации подвергаются циклическим нагрузкам при повышенных температурах до 150°C. В настоящее время требования к свойствам материалов на основе алюминия с каждым годом увеличиваются, однако их прочность не превышает 400 МПа. Поэтому актуальной задачей является повышение прочностных и усталостных свойств алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg для расширения областей их применения в авиационной промышленности и увеличения срока службы деталей.

В недавних исследованиях было продемонстрировано, что повышение уровня свойств в алюминиевых сплавах возможно, путем измельчения зеренной структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [4-8]. Было установлено, что структурные особенности и механические свойства ультрамелкозернистых (УМЗ) алюминиевых сплавов существенно зависят от выбранных режимов ИПД, а также химического состава материала, определяющих вклады твердорастворного и дисперсионного упрочнения. Кроме того, в УМЗ материалах наблюдается повышенная зернограничная диффузия, что может привести к снижению температуры и времени их старения, необходимых для образования выделений дисперсных частиц упрочняющих фаз. Поэтому определение рациональных параметров УМЗ структуры, приводящих к повышению прочностных и усталостных свойств в алюминиевых сплавах, является сложной задачей.

На сегодняшний день экспериментальные исследования усталостных свойств алюминиевых сплавов, подвергнутых обработке ИПД, не позволяют

выявить какие-либо общие закономерности, обеспечивающие повышение их усталостных свойств.

В настоящее время предложены два подхода повышения усталостных свойств УМЗ металлов и сплавов, в том числе и на основе алюминия [9-12]. Первый подход базируется на дополнительном отжиге образцов после ИПД, приводящем к снижению начальной плотности дислокаций и внутренних микронапряжений, а также к релаксации неравновесных границ. Однако его применение может привести к укрупнению дисперсных частиц и, соответственно, к разупрочнению УМЗ алюминиевых сплавов. Второй подход – это создание бимодальной структуры, где микронные зерна отвечают за пластичность материала, а наноразмерные зерна – за прочность. Второй подход был реализован только на медных образцах и недостаточно изучен в настоящее время. Вследствие всего этого особенности структуры, определяющие прочностные и усталостные свойства УМЗ алюминиевых сплавов, все еще остаются предметом исследований.

В связи с этим появился интерес к разработке научных принципов повышения прочностных и усталостных свойств алюминиевого сплава АК4-1 путем формирования в нем ультрамелкозернистой структуры, полученной методами интенсивной пластической деформации.

В данной работе показана возможность эффективного управления структурным состоянием (зеренным строением и фазовым составом) и, следовательно, комплексом механических свойств алюминиевого сплава АК4-1 деформационно-термической обработкой, включающей интенсивную пластическую деформацию методом равноканального углового прессования.

Определены режимы обработки равноканального углового прессования сплава АК4-1, позволяющие за счет формирования бимодальной (смешанной) структуры с размерами зерен 250 нм и полосовой структуры шириной 250 нм и регламентированного выделения и распределения дисперсных выделений упрочняющих фаз  $Al_2Cu$  и  $AlCuMg_2$  получать заготовки с повышенными прочностными и усталостными свойствами. Данная структура в сплаве АК4-1

сохраняется до температуры 175°C, что важно для деталей, работающих в диапазоне температур до 150°C.

Полученные результаты могут быть использованы для разработки опытно-промышленной технологии интенсивной пластической деформации получения полуфабрикатов и опытных изделий из ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 для получения лопаток вентилятора газотурбинного двигателя и других элементов, работающих при температурах до 150°C.

Авторы признательны сотрудникам Научно-исследовательского института физики перспективных материалов и кафедре сопротивления материалов ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий», где была выполнена большая часть данной работы, ФГУП «Центральный институт авиационного моторостроения им. П.И. Баранова» и ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет» за сотрудничество в проведении исследований.

## **ГЛАВА 1. Обзор литературы**

Известно, что одним из приоритетных направлений развития науки, технологий и техники Российской Федерации является «Индустрия наносистем», в рамках которого важное место занимают объемные ультрамелкозернистые материалы.

К УМЗ материалам условно относят массивные материалы, содержащие структурные элементы (зерна, кристаллиты, блоки, кластеры), геометрические размеры которых хотя бы в одном измерении не превышают 1 мкм, и обладающие качественно новыми свойствами, функциональными и эксплуатационными характеристиками [13-15].

К настоящему времени основные методы получения УМЗ материалов можно разделить на ряд технологических групп: методы на основе порошковой металлургии [16, 17], методы с использованием аморфизации [18], поверхностные технологии (создание покрытий и модифицированных слоев с наноструктурой) [19-22], методы интенсивной пластической деформации и комплексные методы, использующие последовательно или параллельно несколько разных технологий [15].

Настоящая глава посвящена обзору современных знаний об особенностях фазового состава алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg, методах интенсивной пластической деформации (ИПД) и о структуре, механических и усталостных свойствах металлических материалов, подвергнутых ИПД.

### **1.1. Особенности фазового состава алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg**

Алюминий образует твердые растворы со многими легирующими элементами, такими как медь, магний, марганец, цинк, литий, никель, железо и т. д. Среди алюминиевых сплавов особое место занимают сплавы системы Al-Cu-Mg [1-3, 23], к которым относится термически упрочняемый сплав АК4-1.

Основными упрочняющими фазами при термической обработке сплава АК4-1 служат фазы S-Al<sub>2</sub>CuMg и Θ-CuAl<sub>2</sub> [13], но в связи со сложным составом сплава в нем так же присутствуют другие фазы.

В одной из ранних работ в справочнике [2] был приведен общий вид диаграммы Al-Cu-Mg (Рисунок 1.1а), где в равновесии с алюминиевым твердым раствором находятся фазы  $\theta$ ,  $\beta$ , S, T. Фаза  $\theta$  (CuAl<sub>2</sub>) имеет химический состав: 54,1% Cu, 45,9% Al; молекулярная масса ее составляет 117,82; плотность 4,34 г/см<sup>3</sup>; температура плавления 590°C; решетка с 12 атомами в ячейке и с параметрами a=0,6066 нм, c=0,4874 нм и c/a=0,803. Химический состав фазы  $\beta$  (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>): 37,54% Mg и 62,46% Al; она имеет о.ц.к. решетку с периодом a=2,816 нм; плотность 2,23 г/см<sup>3</sup>; температура плавления 449°C. Фаза S, имеет формулу Al<sub>2</sub>CuMg, химический состав которой равен 44,82% Cu, 17,14% Mg и 38,04 Al; температура плавления 550°C; обладает ромбической о.ц.к. решеткой с 16 атомами в ячейке и периодами a=0,401 нм, b=0,925, c =0,715 нм. Фаза T образуется на основе соединения Al<sub>2</sub>CuMg<sub>4</sub> с химическим составом: 19,701% Cu, 30,148%Mg и 50,151% Al; плотность фазы 2,69 г/см<sup>3</sup>; температура плавления 475°C. Решетка фазы кубическая с периодом a=1,431 нм [2].

На рисунке 1.1б представлено сечение тройной диаграммы Al-Cu-Mg при температуре 200°C, если отметить сплав АК4-1, то он попадает в область с малым содержанием Cu и Mg, то есть в сплаве при температуре 200°C будут находиться фазы Al, Al<sub>2</sub>Cu и Al<sub>2</sub>CuMg. В научной литературе обсуждается несколько видов последовательностей образования фазы S(Al<sub>2</sub>CuMg) и состава метастабильных промежуточных фаз [24-29]. В настоящей работе предполагается, что образование фазы S происходит по схеме: зоны Гинье-Престона (ГП)→S''→S'→(Al<sub>2</sub>CuMg).

На рисунке 1.2 приведены элементарные ячейки зон ГП и фазы S''. Структура фазы S'' точно не определена, и предлагается три варианта элементарной ячейки этой фазы: первая предложенная F. Cuisiat, вторая – С. Wolverton и третья – S. C. Wang and M. J. Starink [25]. Кроме того, другие исследователи не поддерживают теорию о существовании этой фазы [26, 27].

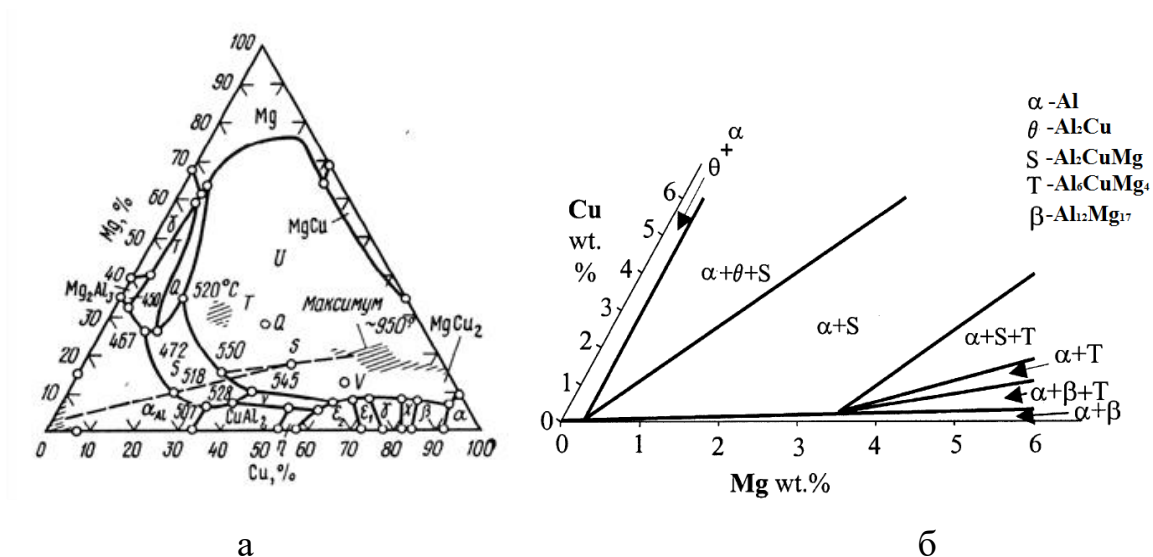


Рисунок 1.1 – Диаграммы состояний: а – системы Al-Cu-Mg [2], б – сечение тройной диаграммы Al-Cu-Mg при температуре 200°C [25]

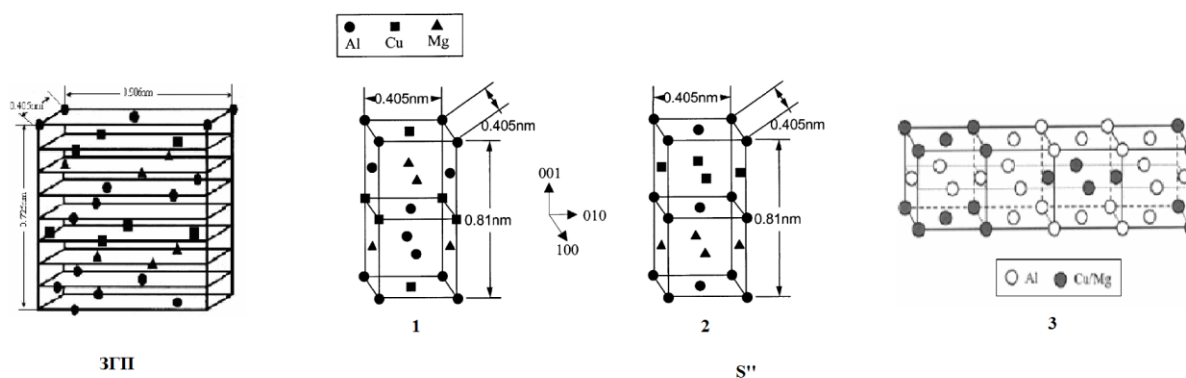


Рисунок 1.2 – Элементарные ячейки ЗГП [28] и метастабильно промежуточной фазы S'' [25]

На рисунке 1.3 представлены элементарные ячейки фазы S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) о которой тоже нет точной информации. Считается что две фазы S' и S имеют одинаковый стехиометрический состав и ту же кристаллографическую структуры, но есть небольшая разница в постоянных решетки. Другие же считают, что нет никакого различия между двумя фазами [25].





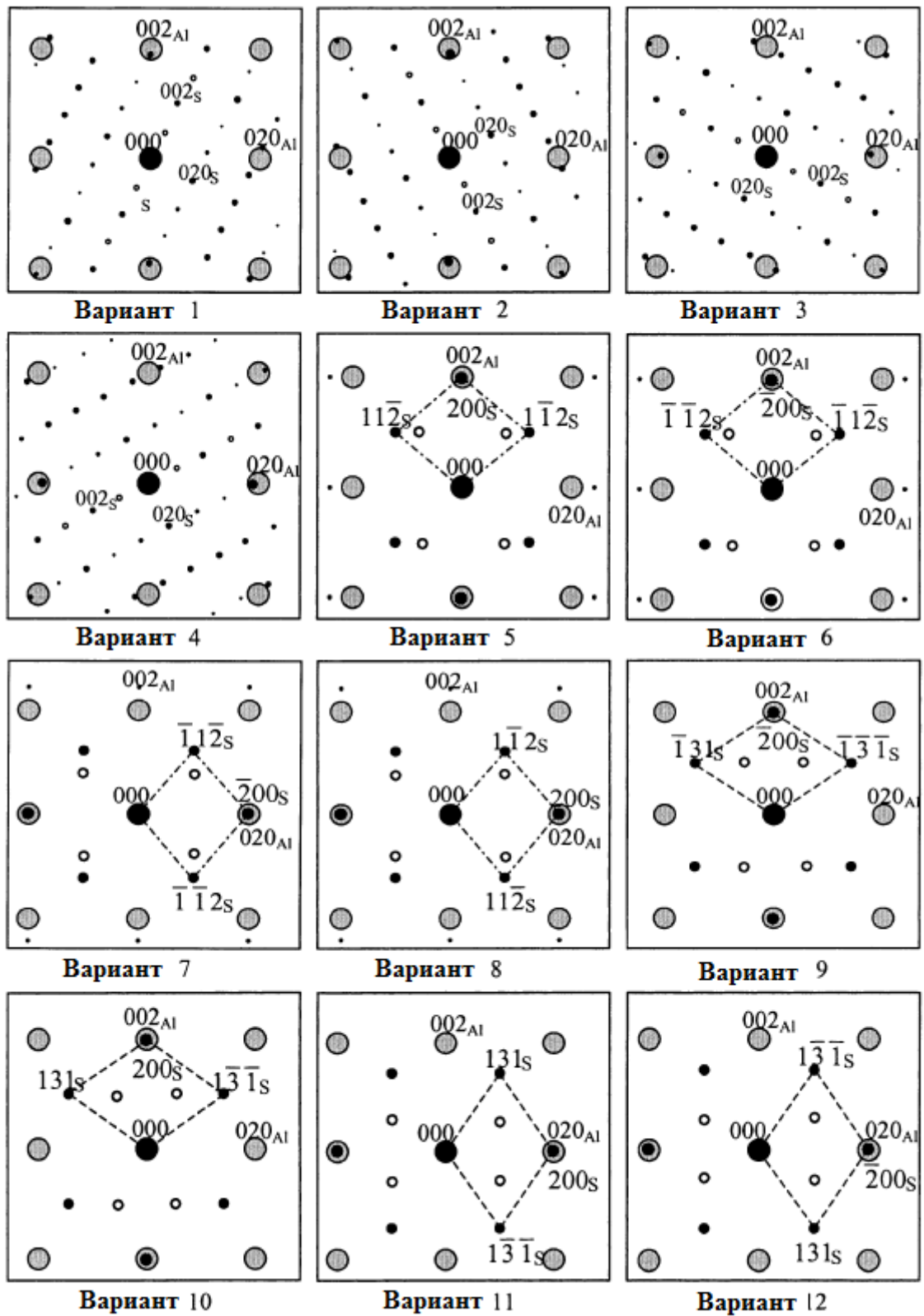


Рисунок 1.4 – Модели дифракционных картин фазы S [25]

Образование в пересыщенном твердом растворе скоплений атомов легирующих элементов-кластеров или сегрегаций, вызывающие местное

изменение межплоскостных расстояний из-за различия в атомных диаметрах металла (основы и легирующих элемента) называют зонами Гинье-Престона. Из-за большой разницы в атомных диаметрах меди и алюминия (атом меди меньше), обуславливающей значительную упругую деформацию решетки, форма ЗГП в алюминиево-медных сплавах – тонкопластинчатая, дискообразная [15]. Зона ГП – метастабильная промежуточная фаза. Зона ГП имеет ту же решетку, что и матричный раствор. Зона ГП – полностью когерентные выделения, и поэтому граница их раздела с матрицей размыта.

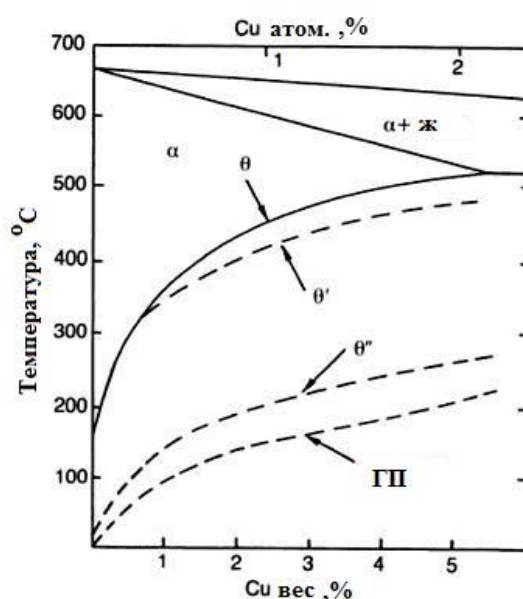


Рисунок 1.5 – Диаграмма состояния системы Al-Cu. Растворимость метастабильных фаз  $\theta'$ ,  $\theta''$  и зоны ГП [29]

Фазы  $\theta''$  и  $\theta'$  являются метастабильными промежуточными фазами. Решетка фазы  $\theta''$  – тетрагональная, состав фазы соответствует  $\text{CuAl}_2$  (Рисунок 1.6). В структуре  $\theta''$  часть плоскостей занята только атомами алюминия, а часть – только атомами меди [24]. Выделения  $\theta''$  – полностью когерентные, по плоскости (001) сопряжение с алюминиевой матрицей идеальное (у  $\theta''$ , как и у алюминия, период решетки  $a=4,04\text{\AA}$ ). По плоскостям же (010) и (100) когерентность обеспечивается большой упругой деформацией, так как около слоев, занятых атомами меди, межплоскостное расстояние

уменьшено (1,82 вместо 2,02Å). Максимальная толщина выделения составляет 100Å, а диаметр – до 1500Å [24].

Решетка промежуточной фазы  $\Theta'$  – тетрагональная с периодами  $a=4,04\text{Å}$ ,  $c=5,80\text{Å}$ , состав отвечают соединению  $\text{CuAl}_2$  (Рисунок 1.6). По плоскостям (001) пластинчатое выделение  $\Theta'$  имеет с матрицей когерентную границу с идеальным сопряжением решеток. По плоскостям (010) и (100) несоответствие строения  $\Theta'$  и матрицы значительно, и межфазная граница полукogerентная. Таким образом, фаза является частично когерентной, и полей упругих напряжений вокруг них меньше, чем вокруг когерентных выделений  $\Theta''$ -фазы и зон ГП [24]. Схематические дифракционные картины фазы  $\Theta'$  представлены на рисунках 1.7 и 1.8 [32].

Решетка стабильной  $\Theta$ -фазы – тетрагональная с периодами  $a=6,07\text{Å}$  и  $c=4,87\text{Å}$  (Рисунок 1.6). Строение  $\Theta$ -фазы в плоскостях (001), (010) и (100) сильно отличаются от строения матрицы, и поэтому выделения  $\Theta$ -фазы полностью некогерентные. Фаза  $\Theta$  обычно имеет шарообразную форму, выделения образуются без какой-либо конкретной ориентации по отношению к матрице Al. Определить по дифракционной картине фазу можно посчитав межплоскостное расстояние, которое приведено в книге [33].

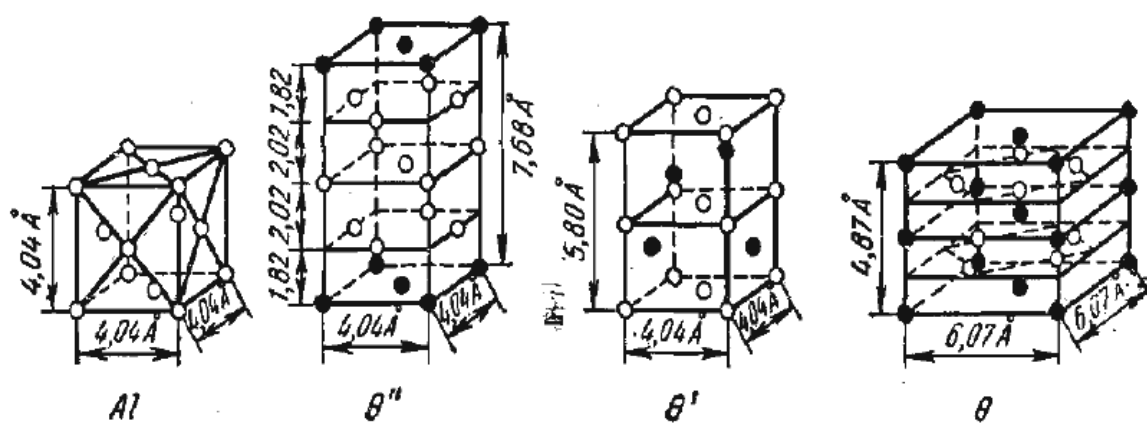


Рисунок 1.6 – Элементарные ячейки стабильной ( $\Theta$ ) и метастабильных промежуточных фаз ( $\Theta'$  и  $\Theta''$ ), которые могут выделиться из алюминиевого раствора при старении сплавов Al-Cu [24]

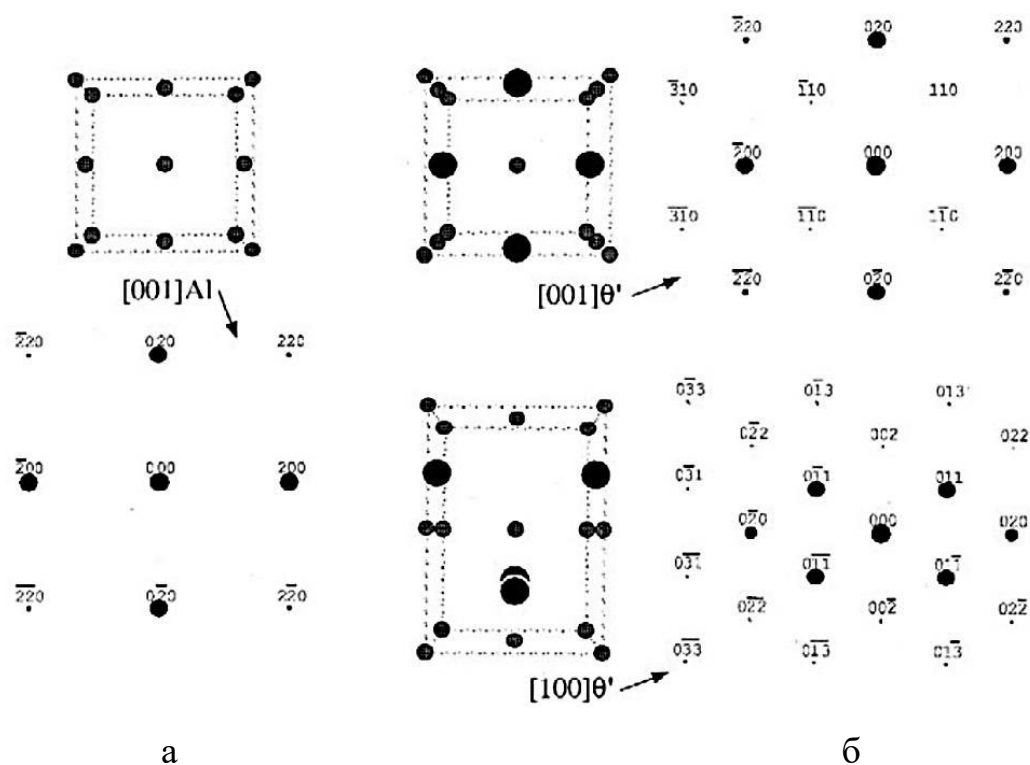


Рисунок 1.7 – Дифракционные картины: а – ГЦК алюминиевой матрицы, б – промежуточной фазы  $\Theta'$  [32]

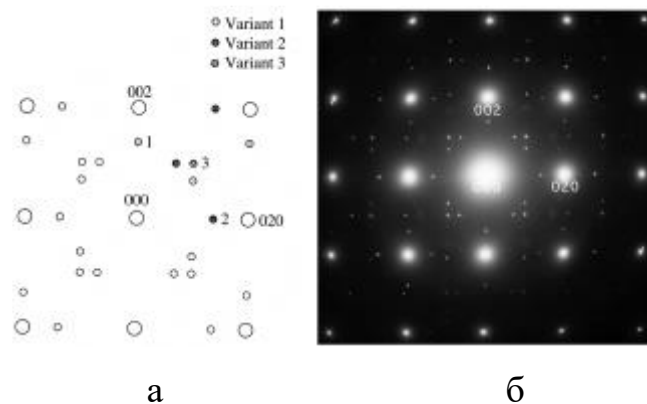


Рисунок 1.8 – Композиция из трех дифракционных картин промежуточной фазы  $\Theta'$  в алюминиевой матрице [100]: а – схематическое, б – экспериментальная [32]

Промежуточная и стабильная фазы зарождаются гетерогенно в отличие от зон ГП, для которых характерно гомогенное зарождение. Местами предпочтительного зарождения промежуточных фаз служат отдельные дислокации, малоугловые границы (стенки дислокаций), дефекты упаковки

[24]. В зонах ГП также может зарождаться промежуточная фаза. А выделения стабильной фазы предпочтительно зарождаются на высокоугловых границах и вакансионных кластерах, а также на ранее появившихся выделениях промежуточных фаз [24].

Особенностью микроструктуры сплава АК4-1 является наличие значительного количества (до 6% объемной доли) относительно глобулярных включений фазы  $Al_9FeNi$  кристаллизационного происхождения. Сплавы этой системы представляют собой тот редкий случай [3], когда железо выступает в качестве легирующего компонента, а не примеси, как обычно.

Исходя из особенностей структуры сплава АК4-1, характеризующейся наличием эвтектических включений соединения  $Al_9FeNi$  и вторичных выделений фазы S, наиболее показательным для них следует считать квазитройное сечение  $Al-Al_2CuMg-Al_9FeNi$ , показанное на рисунке 1.9 [3, 34]. Из этого сечения вытекает, что в сплаве АК4-1 доля эвтектики  $(Al)+Al_9FeNi$  должна составлять более 50%, т. е. этот ковочный дуралюмин является типичным представителем доэвтектических сплавов.

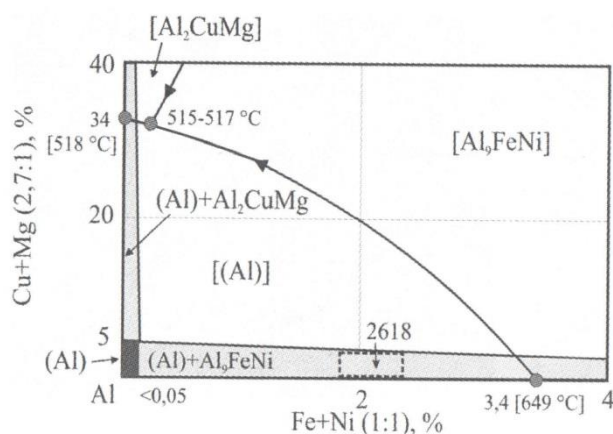


Рисунок 1.9 – Квазитройное сечение  $Al-Al_2CuMg-Al_9FeNi$  диаграммы состояния системы  $Al-Cu-Fe-Mg-Ni$  [19]

После закалки в сплаве АК4-1 по данным [3], где рассчитан фазовый состав по программе Thermo-Calc, кроме основной фазы  $Al_9FeNi$ , можно ожидать присутствие небольшого количества фаз  $Mg_2Si$  и  $Al_7Cu_2Fe$ , а в составе

при 200°C доминирует фаза  $Al_2CuMg$ , метастабильные выделения которой и обеспечивают упрочнения.

В работе [1] также утверждается, что основными упрочняющими фазами при термической обработке сплава АК4-1 является S-фаза, ее метастабильные модификации и фаза  $Al_9FeNi$ .

Термическая стабильность сплава АК4-1 определяется, прежде всего, фазовым составом, наличием упрочняющей фазы S ( $Al_2CuMg$ ), достаточно устойчивой и менее склонной к коагуляции при повышенных температурах, чем фаза  $CuAl_2$  [1].

В работах [35-36] методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) исследовали фазовые превращения в сплаве 2124 системы Al-Cu-Mg, где наблюдали начало образования зон ГП при температурах ниже 100°C, которые постепенно растворялись и сменялись на когерентную фазу S' ( $Al_2CuMg$ ) при 284°C, далее авторы наблюдали образование фазы  $CuAl_2$  при температурах 309°C.

С точки зрения темы исследования наличие дисперсных частиц  $CuAl_2$ ,  $Al_2CuMg$  и  $Al_9FeNi$  в алюминиевом сплаве АК4-1 системы Al-Cu-Mg способно обеспечить термическую стабильность УМЗ структуры при повышенной температуре, вследствие чего этот сплав был выбран в качестве исходного материала для исследований.

## **1.2. Современные методы интенсивной пластической деформации**

Под термином интенсивной пластической деформацией понимают большие пластические деформации сдвигом  $\epsilon \sim 1-10$  при относительно низких температурах (меньше  $0,4T_{пл}$ ), в условиях высоких приложенных давлений, которые невозможно реализовать традиционными методами пластической деформации [4-8], так же этот метод называют мегапластической деформацией [37].

На сегодняшний день наиболее известными методами интенсивной пластической деформации являются: интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) [4-8, 38-39], равноканальное угловое прессование (РКУП) [4-8, 39], всесторонняя ковка [4-6, 39-41], винтовая экструзия [6, 42-44], accumulative roll-bonding [45-46], repetitive corrugation and strengthening [47, 48], cyclic extrusion and compression (СЕС) [49-52].

В данной работе были использованы два метода ИПД: интенсивная пластическая деформация кручением и равноканальное угловое прессование, которые подробно описаны ниже.

ИПДК или деформация кручением под высоким гидростатическим давлением основана на использовании оснастки типа наковальни Бриджмена [53]. Схема деформирования приведена на рисунке 1.10 а. Образец в форме диска диаметром 10-20 мм и толщиной 0,5-1,5 мм помещается между бойками деформируется под давлением 6 ГПа. Нижний боек вращается и силы поверхностного трения заставляют образец деформироваться сдвигом. Геометрическая форма образцов такова, что основной объем материала деформируется в условиях квазигидростатического сжатия под действием приложенного давления и давления со стороны внешних слоев образца. В результате деформируемый образец, несмотря на большие степени деформации, не разрушается [4, 5]. При деформации кручением под высоким давлением полученные образцы не большие и имеют форму диска, поэтому этот метод рассматривается как модельный метод, где достигаются максимальные степени деформации и применяется он в основном в лабораторных исследованиях для анализа структуры и механических свойств материала. В настоящее время ведутся работы по увеличению размера образцов, к примеру, в Австрии появились работы с образцами после ИПДК диаметром 30 и 35 мм [54, 55]

Для расчета степени деформации при ИПДК используют формулу [4]:

$$\gamma = 2\pi \cdot R \cdot \frac{N}{l}, \quad (1.1)$$



где  $N$  – количество оборотов наковальни;  $l$  – толщина образца.

Для сопоставления степени сдвиговой деформации при кручении со степенью деформации при других схемах деформирования значение (1.1) обычно преобразовывают в эквивалентную деформацию ( $e_{\text{ЭКВ.}}$ ). Согласно критерию Мизеса:

$$e_{\text{ЭКВ.}} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}. \quad (1.2)$$

Эти уравнения (1.1 и 1.2) лишь примерно равны реальным степеням деформации, так как формирование УМЗ структур при ИПД происходит под действием не только внешних, но и внутренних напряжений. Также справедливы два замечания [56] для уравнения (1.1): 1) расчеты с помощью данного уравнения приводят к выводу о том, что величина деформации должна изменяться линейно от нуля в центре образца до максимального значения на концах его диаметра [57, 58]; 2) в процессе деформации исходная толщина образца под воздействием высокого сжимающего давления уменьшается в 2 раза, поэтому использование, как это обычно делается, в качестве  $l$  исходной толщины образца занижает рассчитанные значения величины деформации по сравнению с истинными значениями.

Также имеются другие варианты подсчета деформации, так в работах [59, 60] для расчета истинной логарифмической степени деформации использовали формулу

$$e = \ln\left(\frac{\nu r}{h}\right), \quad (1.3)$$

где  $\nu$  – угол вращения, рад;  $r$ ,  $h$  – соответственно радиус и толщина диска.

В работе [58] представлены оба этих метода подсчета деформации, а также как и в работах [61, 62] представлен новый метод, где деформация рассчитывается по формуле:

$$e = \ln\left(\frac{2\pi N \cdot r \cdot h_0}{h^2}\right), \quad (1.4)$$

где  $h_0$ ,  $h$  – начальная и конечная толщина образца.

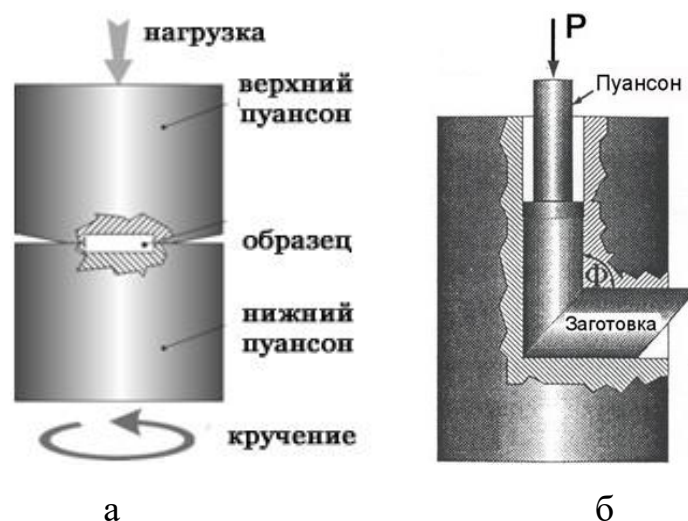


Рисунок 1.10 – Схемы методов интенсивной пластической деформации:

а) ИПДК, б) РКУП [4, 5]

Другим эффективным методом ведущий к формированию УМЗ структуры в металлах и сплавах [4-8, 63-67], в том числе и на основе алюминия [68-75], является равноканальное угловое прессование (РКУП) [76-78].

При реализации РКУП заготовка (диаметром 10-60 и длиной 100-350 мм) подвергается прессованию через два канала с одинаковыми поперечными сечениями, пересекающиеся обычно под углом 90° и 120° (Рисунок 1.10 б), тем самым и происходит деформация сдвигом. При реализации РКУП заготовка может подвергаться сколь угодно большим деформациям сдвига, не меняя свои размеры.

После одного цикла прессования (при допущении отсутствия трения и острых углов в матрице) степень деформации ( $\Delta \epsilon_i$ ) в материале, составляет [4, 5]:

$$\Delta \epsilon_i = \frac{2}{\sqrt{3}} \operatorname{ctg} \left( \frac{\varphi}{2} \right), \quad (1.5)$$

где  $\varphi$  – угол пересечения каналов (Рисунок 1.10 б). При многократном повторении циклов обработки ( $N$ ) деформация суммируется, что обеспечивает в заданном исходном сечении истинную (абсолютную) деформацию:

$$\epsilon_N = N \Delta \epsilon_i. \quad (1.6)$$

В работе [65] приведено общее соотношение, позволяющее рассчитать степень деформации заготовки при РКУП:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left( 2 \cot \left( \frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\varphi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right), \quad (1.7)$$

где  $\varphi$ ,  $\psi$  – соответственно внутренний и внешний углы.

В работах [4-8, 63], утверждается, что для получения УМЗ структуры с преимущественно большеугловой разориентацией зерен, в процессе РКУП металлов и сплавов, необходимо учитывать ориентацию заготовок относительно плоскости сдвига (маршруты прессования), количество циклов их обработки и геометрию инструмента (сопряжение каналов). Также в работах даны наиболее употребляемые маршруты прессования: «маршрут А» – ориентация заготовки остается неизменной при каждом проходе; «маршрут В<sub>А</sub>» – попеременный поворот по часовой стрелке и против часовой стрелки на угол 90°, «маршрут В<sub>с</sub>» – поворот только по часовой стрелке на угол 90°; «маршрут С» – после каждого прохода заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол 180°. Основное отличие маршрутов – направление деформации сдвига при повторном прессовании заготовки. Исследования показали [75, 79-82], что на формирование УМЗ структуры в металлах и сплавах, приводящие к образованию более равноосных зерен с границами преимущественно большеугловой разориентации, является деформация по маршруту В<sub>с</sub> в инструменте с сопряжением каналов под углом 90°. Также в последнее время активно появляются различные модификации РКУП [5, 6, 63], к примеру, РКУП-Конформ [83, 84], РКУП с противодавлением, РКУП в оснастке с параллельными каналами, различные комбинирования РКУП.

РКУП является сложным процессом, и его успешная реализация зависит от геометрии оснастки, параметров РКУП и природы деформируемого материала [4, 5].

### 1.3. Структурные изменения в алюминиевых сплавах системы

#### Al-Cu-Mg при деформации

Известно, что при пластической деформации чистых металлов в них накапливаются различные дефекты кристаллического строения, такие как дислокации, вакансии и границы зерен.

В частности, в структуре деформированного алюминия и его сплавов нередко наблюдаются дислокационные петли краевых дислокаций, образующие на плоскостях  $\{111\}$  вследствие конденсации вакансий. Большое количество вакансий может генерироваться за счет скольжения винтовых дислокаций с порогами, имеющими краевую компоненту. Если дислокация лишь частично винтовая, то точечные дефекты образуются с меньшей скоростью, т. е. образуется цепочка изолированных точечных дефектов [2].

Величина энергии дефекта упаковки в алюминии высока, поэтому при деформации алюминия дислокации образуют не плоские, а беспорядочные объемные скопления. Уже при небольших степенях деформации в алюминии возникают дислокационные скопления в виде сплетений, где значительная часть дислокационных сплетений образует границы субзерен, плотность дислокаций на которых возрастает с увеличением степени деформации [2].

В алюминиевых сплавах важную роль играют также зоны ГП и выделения. При малой деформации зоны ГП подвергаются деформации в меньшей степени, чем сплав в целом. При больших степенях деформации зоны ГП полностью разрушаются скользящими дислокациями [2]. Частицы при больших степенях деформации часто остаются недеформированным, что связано с некогерентностью частиц с матрицей, их повышенной прочностью и большим расстоянием между частицами, которые благоприятствуют огибанию этих частиц дислокациями.

В процессе пластической деформации может происходить активация выделения частиц второй фазы [85], что приводит к изменению кинетики старения.

В зависимости от степени деформации ее влияние на структуру стареющих сплавов будет различным. Так при малых степенях деформации повышается концентрация избыточных вакансий, что увеличивает формирование и рост выделений при старении. В случае меньшей плотности дислокаций (когда скорость исчезновения вакансий меньше скорости их образования) деформация будет оказывать стабилизирующее действие – способствовать превращению менее устойчивых выделений в более устойчивые, например, зон ГП в местостабильные выделения, промежуточных выделений в стабильные фазы [2, 86-87], также при больших степенях деформации из-за высокой плотности дислокаций (стоков для вакансий) число вакансий уменьшается, и сами дислокации начинают играть основную роль в процессах зарождения и роста выделений [85-88].

При ИПД выделяют несколько стадий деформационного упрочнения металлических материалов [4, 5, 89]. Первая стадия, которая характеризуется низкой величиной коэффициента деформационного упрочнения, соответствует легкому скольжению дислокаций, когда действует лишь одна благоприятно ориентированная система скольжения. Практически постоянное высокое значение коэффициента деформационного упрочнения на второй стадии (линейное упрочнение) обеспечивается взаимодействием между дислокациями при множественном скольжении, когда активизируется несколько систем скольжения одновременно. Уменьшение коэффициента деформационного упрочнения на третьей стадии (параболическое упрочнение) происходит в силу активизации процессов поперечного скольжения дислокаций и огибания ими, таким образом, препятствий на своем пути [4].

Четвертая и пятая стадии деформационного упрочнения были обнаружены и изучались во многих работах [90-96], где было показано, что четвертая стадия характеризуется очень низким постоянным значением коэффициента деформационного упрочнения, а на пятой стадии материал упрочняется далее, но при этом по мере развития деформации коэффициент

деформационного упрочнения приближается к нулю, и она становится устойчивой и характеризуется постоянной макроскопической прочностью [4, 85].

Структура алюминиевых сплавов после ИПД характеризуется сильным измельчением зеренной структуры и неравновесным состоянием межзеренных границ [97-99]. Так в работе [100] в алюминиевом сплаве Al-Cu-Mg-Si применение интенсивной пластической деформации привело к сильному измельчению зеренной структуры с 40 мкм до 200 нм, к увеличению параметра решетки до 4.0561 Å, повышению значения среднеквадратичных искажений микрокристаллической решетки до 0.183%, а также к выделению упрочняющих частиц фазы Al<sub>9</sub>FeNi.

В работе [101] описана эволюция структуры алюминиевого сплава 2219 (системы Al-Cu) после РКУП при трех температурах (при комнатной, при 250°C и при 475°C), где выделены четыре стадии эволюции микроструктуры, которые зависели от температуры деформации. На рисунке 1.11 схематично показано формирование УМЗ структуры в алюминиевом сплаве при комнатной температуре, где показано, что на первой стадии (Рисунке 1.11.а) происходит рост плотности решеточных дислокаций и образование ячеистой структуры; на второй – продолжается накопление дислокаций одного знака и рост непрерывных разориентировок в теле зерен, формируется полосовая структура с блоками ячеистой структуры между ними (Рисунок 1.11 б); на третьей стадии (Рисунок 1.11.в) – ячеистая и полосовая структура трансформируется в УМЗ за счет внутренней перестройки дислокаций в дислокационных границах. Только сформировавшиеся зерна изначально наследуют геометрию полосовой структуры и имеют неравновесную конфигурацию границ с углами в тройных стыках, близких к прямому; а на последней четвертой стадии зерна приобретают более равноосную форму за счет движения дислокаций. Также отмечается, что процесс сопровождается непрерывной релаксацией внутренних упругих напряжений системы, накопленных на начальных стадиях пластического течения, что и обуславливает движущую силу для преобразования структуры материала при ИПД [101].

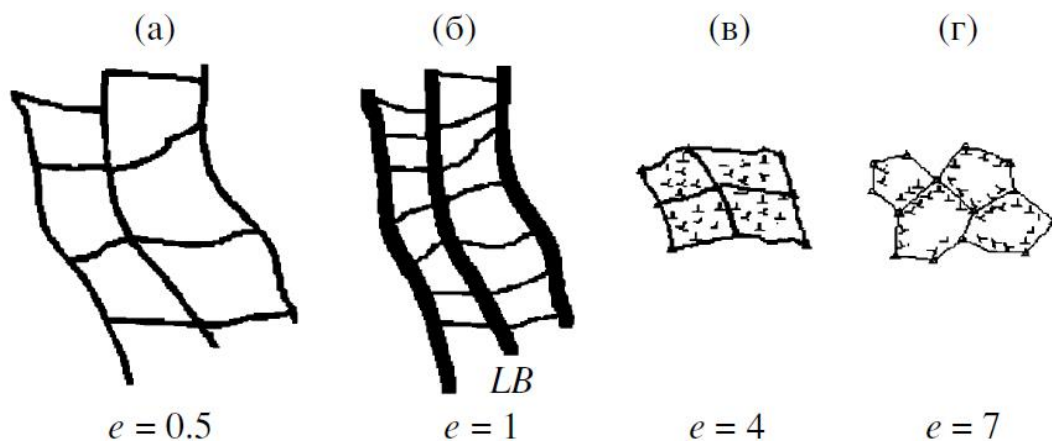


Рис 1.11 – Схематическая иллюстрация показывающая формирование зеренной структуры в сплаве 2219, деформированного при комнатной температуре [101]

На рисунке 1.12 показана схематическая иллюстрация образования новых зерен алюминиевого сплава 2219 при РКУП при температуре 250°C. Малоугловые границы в материале уже формируются при  $e=1-2$  за счет высокой скорости перераспределения дислокаций при повышенной температуре вследствие поперечного скольжения, так и переползания на значительные расстояния. Такое формирование структуры на рис.1.12а связано с преобразованием в субзеренные границы элементов низкоэнергетических дислокационных структур – плотных дислокационных стенок и границ ячеек, образовавшихся в отдельных областях материала на ранних стадиях деформации. После  $e=4$  сформировались субзеренные полосовые структуры, при  $e=6-8$  вытянутые субзерна и зерна (рис 1.12б), которые наследуют геометрию дислокационной структуры сформировавшийся на ранних стадиях деформации при  $e=1-2$ . Отмечается, что сетка сформировавшихся малоугловых границ сохраняется стабильной в процессе деформации вследствие высокой объемной доли дисперсных выделений вторичных фаз в материале, которые сдерживают зернограничную миграцию, а постепенное увеличение разориентировки между субзернами происходит вследствие аккумуляции дислокаций в малоугловых границах, что приводит к их трансформации в большеугловые границы. Одновременно «новые» субграницы с углом

разориентировки менее  $1^\circ$  непрерывно формируются внутри прежних вытянутых субзерен, разделяя последние в поперечном направлении на более равноосные участки. Объемная часть высокоугловых границ постепенно увеличивается во время деформации и доминирует после  $\epsilon=6-8$ . Зерна, сформировавшиеся на месте полосовых структур, имеют прямоугольную форму, которые нестабильны, далее новые зерна стремятся приобрести более устойчивую конфигурацию границ с углами в тройных стыках, близким к  $120^\circ$ . Авторы работы [101] пришли к выводу, что формирование новых зерен при ИПД при повышенных температурах осуществляется по известному механизму непрерывной динамической рекристаллизации.

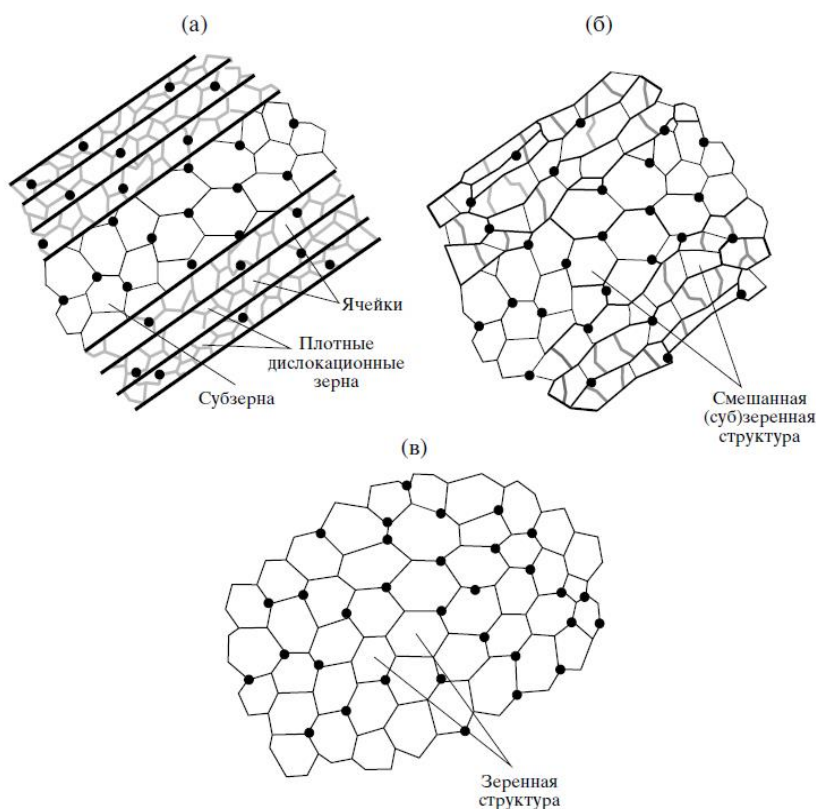


Рисунок 1.12 – Схематическая иллюстрация показывающая формирование зеренной структуры в сплаве 2219, деформированного при температуре  $250^\circ\text{C}$  [101]

Вместе с тем следует отметить, что на момент постановки настоящей работы в литературе отсутствовали публикации, посвященные изучению



структуры, прочности и усталости алюминиевого сплава АК4-1, подвергнутого РКУП, который является эффективным методом измельчения зеренной структуры в объемных заготовках.

#### **1.4. Термическая стабильность алюминиевых сплавов после ИПД**

В металлах, подвергнутых ИПД, часто наблюдается невысокая термическая стабильность УМЗ структуры и, соответственно, механических свойств, вследствие заметного роста зерен при нагреве [4, 5, 75, 102]. Причинами невысокой термической стабильности УМЗ структуры является повышенная энергия границ зерен и их высокая подвижность [103].

В работах [4, 5] проанализированы закономерности эволюции ИПД образцов после отжига, где говорится об их стадийном характере. Первой стадии характерно перераспределение и уменьшение числа дислокаций, существующих в зернах материала, подвергнутого ИПД. Второй – перераспределение дислокаций в неравновесных границах зерен, образовавшихся при интенсивной деформации, что приводит к формированию большеугловых границ зерен, имеющих более узкую толщину, соизмеримую с межатомными размерами. Третьей стадии соответствует одновременное уменьшение дальнедействующих полей напряжений и упругих искажений кристаллической решетки в результате структурного возврата неравновесных границ зерен. При этом формируется УМЗ структура, с очень малым размером зерен. Стадия зародышеобразования отсутствует. Обычно на этой стадии не наблюдается миграция границ зерен, и механизм соответствует рекристаллизации *in-situ*. В случае же, если некоторые границы зерен претерпевают возврат быстрее, чем другие, и способны мигрировать за счет соседних зерен, механизм соответствует обычной рекристаллизации. И на последней, четвертой стадии, зерна укрупняются при нагреве, а если после возврата в структуре остаются отдельные неравновесные границы зерен, то в процессе рекристаллизации возможен аномальный рост зерен.

Так же авторы указывают [4, 5], что температурные интервалы, в которых протекает та или иная стадия эволюции структуры, зависит как от природы исследуемого материала и его химического состава (основных элементов и легирующих добавок, содержания примесей, морфологии, объемной доли и распределения частиц вторых фаз и т. п.), так и от методов и параметров проведения ИПД.

В работе [95] отмечается влияние дисперсных частиц вторых фаз на характер роста зерен, где говорится о трех случаях:

1. Дисперсные частицы отсутствуют (сплавы однофазные или содержат только крупные интерметаллидные частицы второй фазы) – происходит нормальный рост зерен.

2. В сплавах присутствует небольшое количество дисперсных частиц – до определенной температуры происходит обычный рост зерен, а при более высоких – аномальный.

3. В сплавах присутствует большое количество дисперсных частиц – УМЗ структура сохраняется до весьма высоких температур, аномальный рост отсутствует.

Следовательно, УМЗ структура в материалах может быть стабилизирована двумя путями:

1. За счет снижения подвижности границ зерен путем введения дополнительных препятствий на пути миграции границ, таких как частицы выделений, термически стабильных при повышенных температурах. Например, в работе [104] было показано, что наличие скандий содержащих частиц в модельных алюминиевых сплавах системы Al-Mg-Sc позволяет сохранять повышенные значения микротвердости до температуры 300-350°C.

2. УМЗ структура может быть стабилизирована за счет снижения энергии границ зерен, что может быть достигнуто путем сегрегации легирующих элементов на границах зерен [105], которые могут снизить энергию упругих напряжений. При этом для повышения термической стабильности границ зерен в алюминиевых сплавах атомный радиус легирующих элементов должен быть

намного больше или намного меньше атомного радиуса алюминия, а повышенное содержание легирующих элементов будет способствовать снижению энергии границ зерен до минимума.

В работе [100] наблюдалось сохранение термической стабильности в ИПДК образцах алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg до температуры 175°C, выше который происходил спад микротвердости, вследствие начала роста зерен.

В настоящей работе исследуется сплав АК4-1, где основными легирующими элементами являются Mg и Cu, у которых атомные радиусы сильно отличаются от атомного радиуса Al на 0,017 нм, и на 0,015 нм, соответственно. В этом материале содержатся также термически стабильные частицы  $\text{CuAl}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ,  $\text{Al}_9\text{FeNi}$  [3, 34, 106], которые могут сдерживать миграцию границ зерен при повышенных температурах.

### **1.5. Влияние ИПД на прочность и пластичность алюминиевых сплавов**

К настоящему времени установлено, что в УМЗ алюминиевых сплавах, полученных методами ИПД, наблюдается значительное увеличение прочности при комнатной температуре, которое сопровождается снижением пластичности [4-8, 88, 100], а в некоторых материалах пластичность наоборот повышается при повышенных температурах по сравнению с их крупнозернистыми аналогами [107-109].

Известно, что увеличение прочности чистых металлов и однофазных сплавов после ИПД хорошо коррелирует с соотношением Холла-Петча [110-112], который описывает зависимость предела текучести от среднего размера зерна.

Изначально считалось, что в основном материалы могут быть пластичными или прочными, т. е. материалы не обладают одновременно высокими показателями по двум механическим характеристикам, но недавние

исследования [113-117] показали, что УМЗ материалы могут обладать уникальным сочетанием высокой прочности и пластичности.

В работе [116] авторы получили УМЗ состояние в меди после деформации при криогенной температуре (температуре жидкого азота) и последующего отжига при температуре 175°C. В результате в материале была сформирована «бимодальная» структура с микронным размером кристаллитов, окруженных зернами нанометрических размеров. Этот материал продемонстрировал высокую прочность, а также пластичность. Авторы объяснили такое поведение тем, что зерна малого размера обеспечивают прочность, тогда как зерна большего размера отвечают за дислокационное скольжение. Подобные результаты были получены и подтверждены и на других материалах [118-119], а также и на алюминиевых сплавах [120].

В работе [121] продемонстрированы уникальные свойства (повышенные значения прочности и пластичности) наноматериалов, которые основаны на образовании дисперсных частиц вторичных фаз в наноструктурной металлической матрице, которые видоизменяют распространение полосы скольжения в процессе деформации, таким образом, увеличивая пластичность. Но такой эффект дисперсных частиц не всегда однозначный, и не имеется четкого понимания роли частиц вторых фаз в пластической деформации УМЗ материалов [122, 123]. В частности, присутствие в структуре материала интерметаллидных частиц, приводит к преждевременному их разрушению в процессе пластической деформации и, соответственно, к уменьшению прочности и пластичности. К интерметаллидам относятся крупные частицы от 1 до 30 мкм – нерастворимые включения, содержащие железо и кремний, и неметаллические включения [124]. Эти частицы не растворяются при ИПД, а просто разрушаются, как показано в работе [123] на примере алюминиевого сплава 1965.

В последнее время уникальные свойства достигаются сочетанием ИПД с традиционными видами термической и термомеханической обработкой. Так, в работе [113, 125], было показано, что, используя РКУП в сочетании с

изотермической прокаткой, можно получать заготовки в виде листов из термически неупрочняемого сплава 1560 системы Al-Mg-Mn с уровнем предела текучести и прочности 540 и 635 МПа, соответственно. В другом термически упрочняемом сплаве AA6061, подвергнутом РКУП, старению и холодной прокатке [126], предел текучести и предел прочности достигал 475 и 500 МПа, соответственно, а величина относительного удлинения до разрушения снизилась незначительно и составила 8%.

В работе [100] методом ИПДК была получена УМЗ структура в алюминиевом сплаве системы Al-Cu-Mg, где величина микротвердости составила 1950 МПа, что значительно выше значения микротвердости 1110 МПа в исходном крупнозернистом материале.

### **1.6. Усталостные характеристики УМЗ алюминиевых сплавов**

Усталостное поведение металлических материалов, в том числе и алюминиевых сплавов, зависит от многих факторов, что связано с локальностью процесса зарождения и распространения усталостной трещины. При этом определяющими являются высокие локальные напряжения в объемах металла, соизмеримых с размерами его структурных составляющих, обусловленные уровнем внешних нагрузок, цикличностью нагружения, состоянием поверхностного слоя, концентрацией напряжений, масштабным фактором и т. д. Но основные закономерности зарождения и распространения усталостных трещин зависят от структуры, фазового состава и термической обработки материала. Кроме того, в зависимости от структурного состояния металлических материалов в процессе циклического деформирования возможно протекание различных фазовых превращений, которые существенно влияют на закономерности зарождения и распространения усталостных трещин [11].

Обычно размер зерна рассматривается в качестве основного структурного фактора влияющих на механические свойства металлов и сплавов, что,

безусловно, относится к их усталостным характеристикам [127]. По соотношению Холла-Петча [110-112] уменьшение размера зерна оказывает благотворное влияние на прочностные свойства материалов. Повышение предела прочности в алюминиевых сплавах не всегда приводит к увеличению усталостной прочности и долговечности из-за малой пластичности материала, а также из-за частиц, которые могут быть концентраторами напряжения, где и происходит разрушение образцов [9, 10]. Границы зерен могут быть эффективными барьерами для развития процессов скольжения, тем самым способствуя повышению напряжения течения, но они так же, как и частицы, могут стать причиной концентрации напряжений, ранней локализации деформации и разрушения. Контролируя режимы ИПД можно создавать УМЗ структуры, способствующие повышению прочностных и усталостных характеристик.

К настоящему времени есть работы, где наблюдалось сочетание повышенных значений прочности и пластичности [9, 10, 113-121, 125-127], но вместе с тем на момент постановки настоящей работы отсутствовали работы, демонстрирующие повышение предела выносливости в УМЗ алюминиевых сплавах АК4-1. Это связано с тем, что кроме размера зерна в алюминиевых сплавах на характеристики усталости большое влияние оказывает объемная доля и размер частиц выделений, а также стабильность структуры в процессе испытаний.

В металлах и сплавах с увеличением легирующих элементов и примесей циклическая прочность часто увеличивается [9], но в работе [128], где описывается циклическая прочность двух сплавов системы Al-Mg с содержанием магния 5,5 и 6,6%, показано, что повышенное содержание магния, несмотря на несколько более высокий уровень механических свойств при статическом растяжении, снижает циклическую прочность. Это снижение характеристик усталости связано с увеличением доли межзеренного разрушения при повышенном содержании магния [11]. В другой работе [129] на основании результатов фрактографии и исследований микроструктуры авторы

заклучили, что многоцикловая усталость сплава ZK60 контролируется, прежде всего, дислокационной субструктурой, размером зерна и ориентировками кристаллов, а не присутствием интерметаллидных частиц.

В дисперсионно твердеющих и литых алюминиевых сплавах в процессе циклического деформирования наблюдаются довольно сложные структурные и фазовые превращения [130-132]. Авторами работ [11, 130] предложены следующие механизмы циклического разупрочнения дисперсионно-упрочняемых металлических сплавов:

1. Локальное перестаривание в пределах полос скольжения.
2. Растворение когерентных и полуккогерентных частиц выделений при возвратно-поступательном движении дислокации через частицы.
3. Разупорядочение дисперсной фазы при многократном перерезании дислокациями частиц выделений.
4. Диффузное растворение частиц выделений.
5. Перестроение дислокационной структуры несоответствия у частиц выделений.

Также авторами [130] были предложены и другие механизмы циклического разупрочнения, такие как, нарушение сопряженности на границе раздела частица-матрица, местное повышение температуры в полосах скольжения, но эти механизмы не получили экспериментального подтверждения. Практически все механизмы разупрочнения предусматривают локализацию деформации в отдельных зонах или активных полосах скольжения. Изучение структурных изменений в процессе статического и циклического нагружения, показало, что в сплаве Al-6Zn-3Mg при усталости протекает интенсивное перестаривание [11]. Этому способствует ряд факторов: во-первых, скорость диффузии возрастает из-за увеличения при пластической деформации концентрации точечных дефектов; во-вторых, рост плотности дислокации обеспечивает предпочтительные пути диффузии растворенных атомов, при этом, отдельные частицы выделений укрупняются, другие, более мелкие – растворяются. В результате возникают свободные от частиц

выделений зоны, в которых и происходит дальнейшая локализация пластической деформации [11].

На сегодняшний день экспериментальные исследования усталости алюминиевых сплавов, подвергнутых ИПД, не позволяют выявить каких-либо общих закономерностей ведущих к повышению усталостных свойств [12]. К примеру, на рисунке 1.13а представлены кривые усталости, в котором статические прочностные свойства УМЗ материала выше, а предел выносливости на базе  $10^7$  нагружения, определенный в условиях испытания с постоянной амплитудой напряжений, практически одинаковый, что для КЗ и УМЗ материала. Так же на рисунке 1.13б, испытания на малоцикловую усталость в условиях постоянной пластической амплитуды деформации за цикл нагружения показали, что УМЗ состояние приводит к снижению усталостной долговечности по сравнению со стандартной обработкой [12, 131].

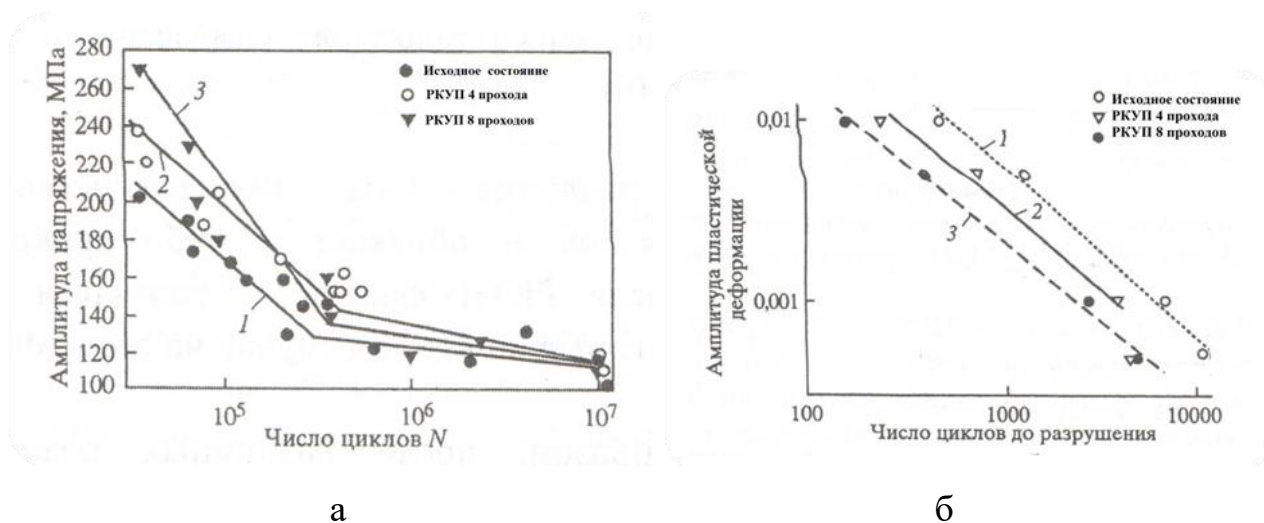


Рисунок 1.13 – Кривые усталости алюминиевого сплава 5056: а – долговечность при многоцикловой усталости; б – долговечность при малоцикловой усталости.

Обозначения: 1 – стандартная обработка, 2 – РКУП в 4 прохода, 3 – РКУП в 8 проходов [131]

Интересные данные по влиянию УМЗ структуры алюминиевого сплава Al-6Mg-0,2Sc-0,15Zr на циклическую прочность были получены в работе [132], в которой показано, что предел выносливости этого сплава выше, чем у



коммерческого алюминиевого сплава 2024-T3. Однако в области ограниченной долговечности наблюдается обратная картина (Рисунок 1.14).

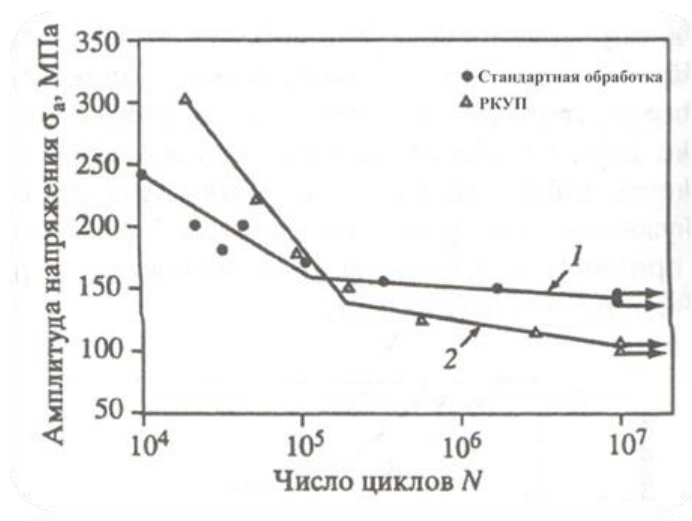


Рисунок 1.14 – Кривые усталости стандартного алюминиевого сплава 2024-T3(1) и сплава Al-6Mg-0,2Sc-0,15Zr, подвергнутого РКУП (2) [132]

На рисунке 1.15 представлены кривые усталости алюминиевого сплава Al 01570 в исходном состоянии и после РКУП. В работе [133] значение предела выносливости не изменилось после РКУП и составляет для обоих состояний 150 МПа. Однако, за счет повышения статических прочностных характеристик в результате проведения РКУП долговечность до разрушения в малоцикловой области (до  $5 \times 10^4$  циклов нагружения) у образцов, прошедших РКУП, больше.

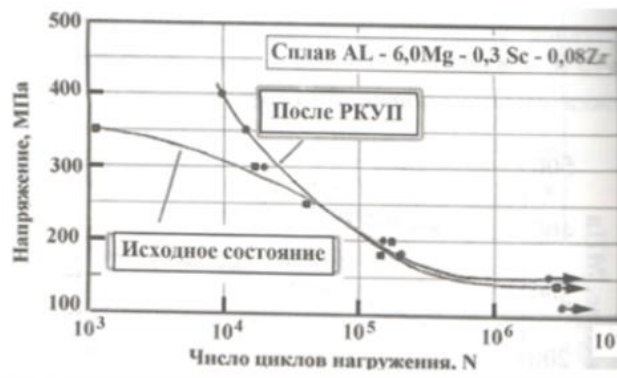


Рисунок 1.15 – Кривые усталости алюминиевого сплава Al 01570 в различном структурном состоянии [133]

Есть также работы, где долговечность УМЗ алюминиевых сплавов больше, чем в крупнозернистом состоянии [12, 134]. К примеру, в сплаве 6061 (Рисунок 1.16) образцы после РКУП имеют повышенную усталостную прочность в мало- и много- цикловой области. Так же в данной работе [134] отмечается, что усталостная прочность при меньшем количестве РКУП выше, чем при 4 проходах, объясняя это тем, что материал после 4-х проходов более восприимчив к микротрещинам, так как количество большеугловых границ в данном состоянии больше, а усталостная микротрещина в основном проходит по этим границам за счет того, что она имеет большую энергию и, поэтому, более уязвима к межкристаллитному разрушению.

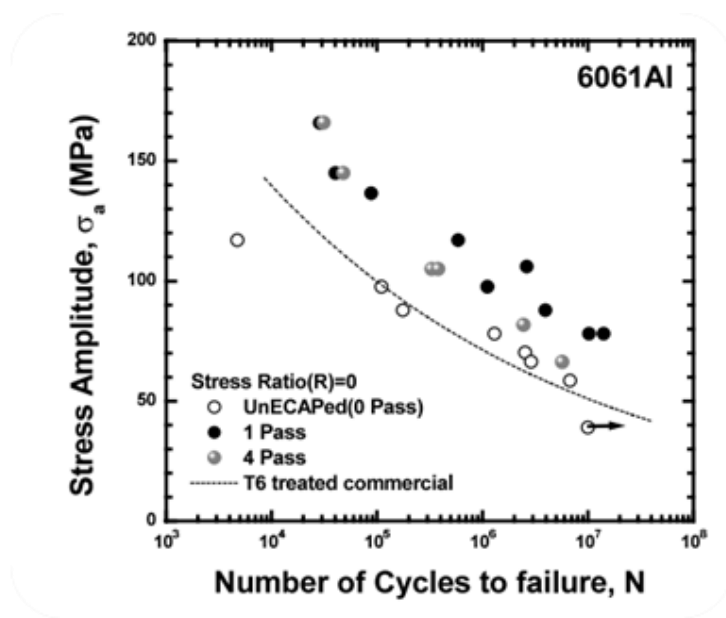


Рисунок 1.16 – Кривые усталости алюминиевого сплава 6061 в различном структурном состоянии [134]

В работе [9] говорится, что улучшение усталостных свойств в металлах и сплавах может быть основано на следующем соотношении: чем выше статическая прочность при монотонной нагрузке, тем выше прочность при циклической нагрузке. Примеры данного соотношения в алюминиевых сплавах приведены на рисунок 1.17. Также в работе [9] рассмотрены факторы, влияющие на усталостные характеристики материалов и пути повышения этих

свойств, где показано, что бимодальная структура в материале может повысить его предел выносливости.

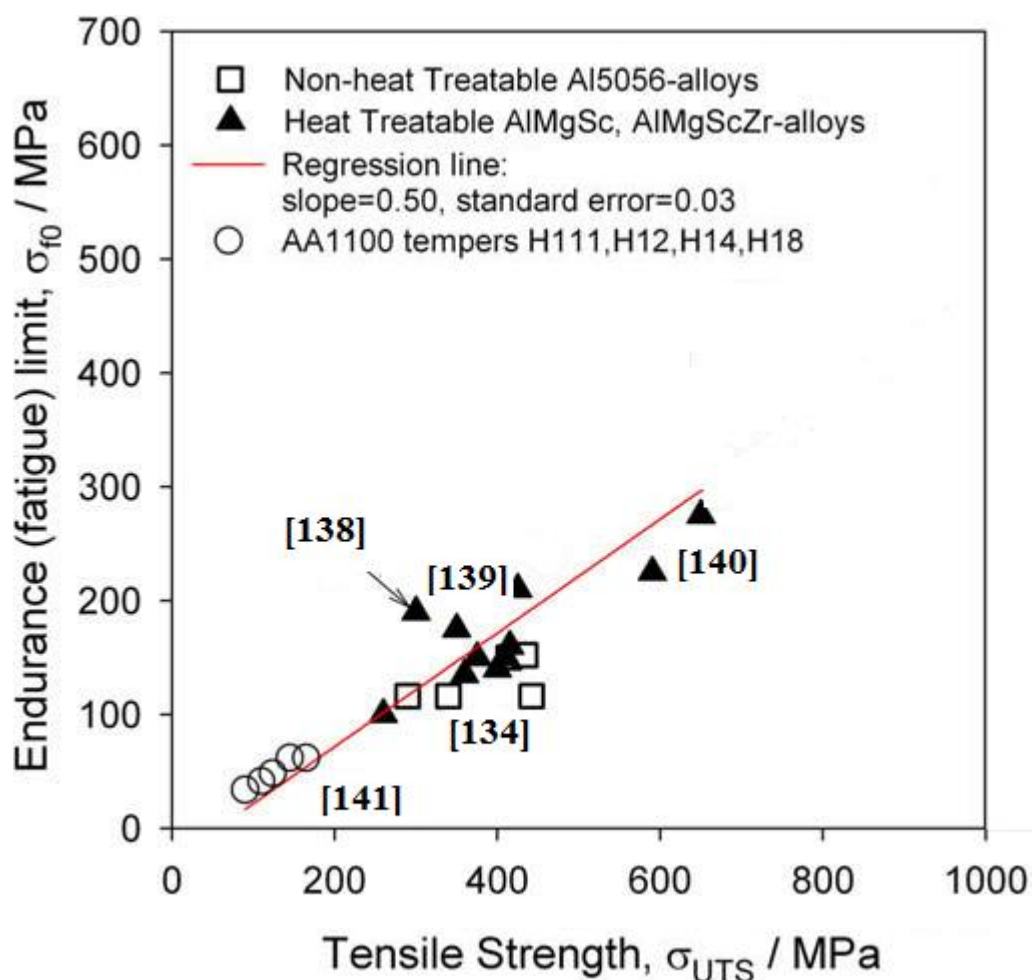


Рисунок 1.17 – Зависимость между пределом прочности и пределом выносливости для алюминиевых сплавов [9], составленные по экспериментальным данным, опубликованных в [135-138]

Вместе с тем в настоящее время опубликованы всего две статьи по усталости алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg [139, 140], где в работе [139] говорится о повышении усталостных свойств после экструзии, но, к сожалению, усталостные свойства УМЗ сплава 2124 изучены только в диапазоне  $2 \times 10^5$ . В работе [140] изучено влияние УМЗ сплава 2024 только в малоцикловой области.

## 1.7. Постановка задач исследования

Одним из перспективных направлений, развиваемых сегодня, является разработка особо прочных алюминиевых сплавов, предназначенных для автомобильной и авиационно-космической промышленности. В недавних исследованиях было показано, что достижение повышенного уровня свойств в алюминиевых сплавах возможно, путем измельчения зеренной структуры методами ИПД в сочетании с традиционными видами термической и/или термомеханической обработки, что позволяет реализовать дополнительные механизмы упрочнения, такие как твердорастворное и дислокационное упрочнение, а также упрочнение, вызванное дисперсными выделениями вторых фаз.

Хотя известно, что интенсивная пластическая деформация приводит к сильному измельчению зерен материала и сопровождается значительным повышением пределов прочности и текучести, тем не менее, она часто ведет к снижению пластичности. Современные представления об усталости УМЗ материалов основаны на том, что для повышения предела выносливости необходимо увеличение статической прочности при незначительном снижении пластичности. Вместе с тем часто наблюдается снижение или незначительное повышение усталостной прочности в области малоциклового усталости [9], что может быть связано с особенностями структуры УМЗ сплавов, а также их стабильностью в процессе усталостных испытаний.

Проведенный анализ литературных данных показывает, что на сегодняшний день экспериментальные исследования усталости алюминиевых сплавов, подвергнутых ИПД, не позволяют выявить каких-либо общих закономерностей ведущих к повышению усталостных свойств. Есть только предположения, что формирование бимодальной структуры и отжиг после ИПД, приводит к увеличению усталостных свойств. При этом на момент постановки настоящей работы практически отсутствовали исследования структуры, прочности и усталости УМЗ сплава АК4-1 системы Al-Cu-Mg.

В связи с этим целью настоящей работы явилась разработка научных принципов повышения прочностных и усталостных свойств алюминиевого сплава АК4-1 путем формирования ультрамелкозернистой структуры.

В соответствии с поставленной целью решались следующие основные задачи:

1. Создание однородной ультрамелкозернистой и бимодальной (смешанной) структуры в объемных заготовках алюминиевого сплава АК4-1 методом интенсивной пластической деформации.

2. Исследование влияния однородной ультрамелкозернистой и бимодальной (смешанной) структуры на прочность и предел выносливости алюминиевого сплава.

3. Разработка структурной модели, формирование которой способствует повышению прочностных и усталостных свойств сплава АК4-1.

## ГЛАВА 2. Материалы и методики исследований

В настоящей главе представлены химический состав и структура исходного материала, описаны методики термической обработки и интенсивной пластической деформации, а также экспериментальные методики исследований микроструктуры, прочности и усталости. Описана методика подсчета вклада различных механизмов упрочнения в высокопрочное состояние ультрамелкозернистого алюминиевого сплава.

### 2.1. Материал исследования

В качестве материала для исследования был выбран промышленный алюминиевый сплав АК4-1. Изготовитель: Каменск-Уральский металлургический комбинат. Образцы, поставленные в виде прутков  $\varnothing$  20 и 40 мм (после горячей прокатки), имели кристаллизованную структуру со средним размером зерен 100 мкм, 120 мкм. Нерастворимые частицы  $Al_9FeNi$ , направлены вдоль направления деформации (прокатки).

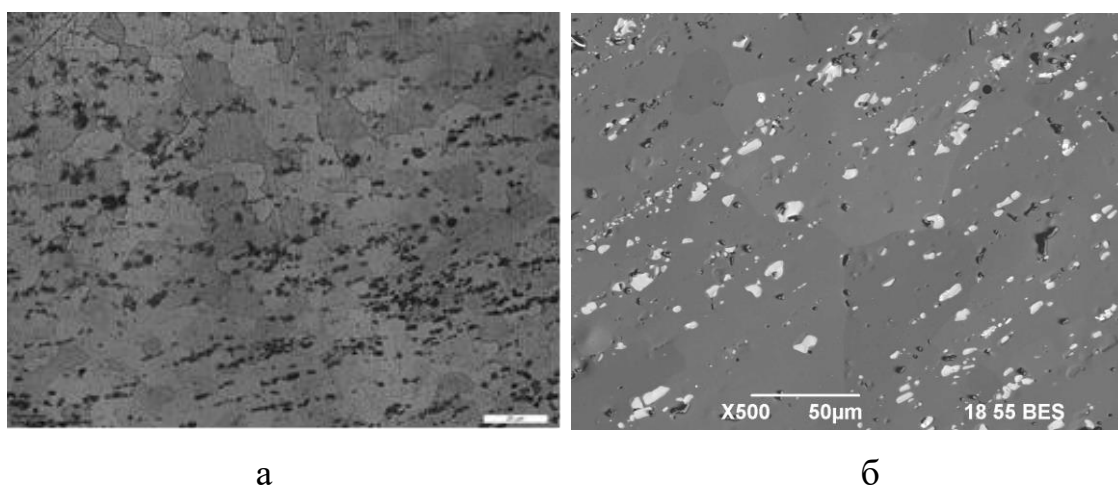


Рисунок 2.1 – Структура сплава АК4-1 в состоянии поставки: а – на оптическом микроскопе, б – на растровом микроскопе

Химический состав исследуемого материала, определен оптико-эмиссионным методом, приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 Химический состав сплава АК4-1

Сплав	Содержание химических элементов, вес.%									
	Fe	Si	Mn	Ni	Cr	Ti	Al	Cu	Mg	Zn
ГОСТ 4784-97	0.8 – 1.4	до 0.35	до 0.2	0.8 – 1.4	до 0.1	0.02 – 0.1	93.05 – 95.28	1.9 – 2.7	1.2 – 1.8	до 0.3
АК4-1	0.984	0.059	0.047	1.04	0.003	0.02	93.88	2.33	1.65	0.017

Для РКУП из исходных прутков Ø40 мм вырезались заготовки длиной 200 мм (Рисунок 2.2 а). Для РКУП из прутков Ø20 мм вырезались заготовки длиной 120 мм (Рисунок 2.2 б). Для ИПДК из прутков Ø20 вырезались диски толщиной 1,5 мм.



а

б

Рисунок 2.2 – Заготовки для РКУП а) Ø 40мм и б) Ø 20 мм

## 2.2. Термическая обработка сплава АК4-1

Перед деформацией образцы подвергали закалке в печи типа СНОЛ при температуре 530°C в течение одного часа с последующим охлаждением в воду.

Также были подготовлены для сравнения образцы, которые подвергали стандартной обработки Т6 (закалка+старение). Стандартная термическая

обработка (Т6) включала в себя: нагрев до температуры 530°C, выдержку при этой температуре в течение одного часа, закалку в воде, старение при температуре 190°C в течение 7 часов и охлаждение на воздухе.

При исследовании термической стабильности образцы отжигали в лабораторной печи типа СНОЛ в течение часа в диапазоне температур 125-250°C. Контроль температуры проводили с помощью термоэлектрического преобразователя ДТПК045-0200.250 с классом допуска 2 с погрешностью  $\pm 1,5^\circ\text{C}$  и универсального вольтметра В7-38 с классом точности показания вольтметра до 0,001 В.

Для проведения термических отжигов, с целью определения возможных фазовых превращений, образцы нагревали в дифференциальном сканирующем калориметре Netzsch 409 PC Luxx.

### **2.3. Методы интенсивной пластической деформации сплава АК4-1**

ИПДК проводили на установке, конструкция которой является развитием известной идеи наковальни Бриджмена. При этом образец помещали между бойками и сжимали под приложенным давлением 5 ГПа и в результате, возникающей силы поверхностного трения при вращении нижнего бойка, образец деформировался сдвигом в условиях гидростатического сжатия под действием приложенного давления. ИПДК проводили в диапазоне температур от 140 до 200°C для определения более оптимального температурного режима для деформации РКУП. Число оборотов подвижного бойка для всех образцов равнялось 10.

Для проведения РКУП был использован пресс с гидравлическим приводом ДБ-2632 усилием 160 т. На пресс устанавливалась и закреплялась универсальная штамповая оснастка, схема, которой представлена на рисунке 1.2б. Штамп оснащён печью с погрешностью  $\pm 5^\circ\text{C}$ . Прессование производили при скорости перемещения траверсы  $\sim 1,45$  мм/сек. Перед каждым циклом



заготовки смазывали смазкой с графитовым наполнителем. По завершении операции РКУП, полученные образцы охлаждались в воде.

Для предварительного нагрева заготовок около пресса была использована печь типа СНОЛ, где контроль температуры проводился с помощью термоэлектрического преобразователя ДТЭК045-0200.250 и универсального вольтметра В7-38. Нагрев образцов длился 20 минут при температуре равной температуре деформации.

РКУП проводили по 2-м методам, с разным диаметром образцов  $\varnothing 40$  мм и  $\varnothing 20$  мм. Заготовки подвергали деформации при температуре (который был выбран ранее из результатов ИПДК -  $160^{\circ}\text{C}$ ) по маршруту  $V_c$  от 2 до 10 циклов обработки с углом пересечения каналов  $120^{\circ}$  и  $90^{\circ}$ , соответственно.

Образцы после РКУП для исследования вырезали параллельно поперечному и продольному сечению из центральной части заготовок.

Вид полученных образцов, после деформации, представлен на Рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Вид образцов, полученных после ИПД: а – после ИПДК, б – после РКУП  $\varnothing 40$  мм, в – после РКУП  $\varnothing 20$  мм

## 2.4. Методики структурных исследований

### 2.4.1. Методика просвечивающей электронной микроскопии

Для исследования микроструктуры УМЗ образцов были получены тонкие фольги на приборе с двухсторонней струйной электрополировкой Tenipol-5 при температуре  $-25^{\circ}\text{C}$  и напряжением 20 В с использованием электролита,

который состоял из 75% метанола и 25% азотной кислоты. Фольги промывали в дистиллированной воде и сушили на воздухе.

Исследование УМЗ образцов (фольг) методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) проводили на микроскопе JEOL – 2100 в ИФПМ УГАТУ с ускоряющими напряжениями 200 кВ. На микроскопе имеется цифровая фотокамера и приставка INCAx-sight, которая позволяет проводить элементный энерго-дисперсионный анализ с минимальной областью 30 нм.

Средний размер структурных элементов (фрагментов, зерен, частиц) и их распределение по размерам оценивали путем измерения средних диаметров по методике, принятой в [141] не менее 100 зерен с помощью программного пакета «GrainSize» с доверительной вероятностью  $P = 0,95$ . Абсолютная ошибка измерений не превышала 5%. При этом размер фрагментов деформированной структуры определяли в светло- и темнопольном изображениях. Для получения статистически надежных результатов изучалось не менее 3 фольг на каждое состояние. Электронную дифракцию снимали с разных площадей. По электронограммам, полученным при съемке на ПЭМ в режиме дифракции производилась идентификация фаз путем расчета межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$ , Å по методике, описанной в [33].

#### **2.4.2. Метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии**

Перед подготовкой к аттестации, образец нужного размера и формы вырезался на электроэрозионном станке с ЧПУ «АРТА-120». Для исследований из полученных образцов изготавливали микрошлифы. Подготовка микрошлифов включала следующие этапы:

1. Шлифовку проводили на водостойчивой шлифовальной бумаге различной зернистости с постепенным переходом от грубого Р100 к более мелкому абразиву Р2000. При переходе к следующему номеру круга со шлифа тщательно удаляли металлическую пыль, а направление шлифовки меняли на 90°. При этом добивались полного устранения рисков от предыдущего более грубого круга.

2. Полировка осуществлялась на алмазных пастах, нанесенных на фильтровальную бумагу, с постепенным уменьшением ее зернистости от 7/5 до 2/0. При переходе к последующему номеру пасты со шлифа тщательно удаляли остатки пасты при помощи ацетона, а направление полировки меняли на  $90^\circ$ .

Для создания оптического контраста КЗ образцы химически травили в реактиве Келлера: 0,5%HF, 1,8%HCl, 2,7% $\text{HNO}_3$ , 95% $\text{H}_2\text{O}$ . Сушили образцы путем промокания фильтровальной бумагой. Травление осуществлялось при комнатной температуре, время травления подбиралось экспериментально.

Для изучения поверхности рельефа разрушенных образцов, а также для дополнительного изучения структуры применяли растровый электронный микроскоп JSM-6390 с ускоряющим напряжением 30 кВ в НИ ИФПМ. Работали в двух режимах: вторичных электронов и обратно-рассеянных электронов. Размеры структурных элементов оценивали по методу случайных секущих [136]. Средний размер зерна ( $d$ ) определяли в соответствии с ГОСТ 21.073.3-75. Относительная ошибка измерения размера зерен составила не более 5% при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Изучение разориентировок зерен проводили в ФГБОУ ВПО «Тольяттинский государственный университет» на сканирующем электронном микроскопе SIGMA фирмы «ZEISS» с приставкой EDAX для анализа картин Кикучи линий, которые образуются при микродифракции отраженных электронов. Картина Кикучи-линии для каждого просканированного участка индцировалась программой обработки и составлялась пошаговая картина изображения структуры. Погрешность в определении разориентировок зерен составила 0,1 градус.

### **2.4.3. Методика рентгеноструктурного анализа\***

Рентгеноструктурный анализ (РСА) использовался для оценки структурного состояния для КЗ образцов и образцов после обработки методами

---

\* Рентгеноструктурные исследования были выполнены совместно с д.ф.-м.н Ситдиковым В.Д., в лаборатории рентгеноструктурного анализа ЦКП «Нанотех» ЕИК УУНиТ.

ИПД. Перед съемкой поверхность образцов полировалась по методике, описанной в начале раздела 2.4.2.

Исследования образцов сплава АК4-1 производили на дифрактометре Rigaku Ulyima IVc в Cu-K $\alpha$  излучении с длиной волны  $\lambda=1,54418$  Å. Методом РСА были определены параметры кристаллической решетки ( $a$ ), величины среднеквадратичной микродеформации ( $\langle e^2 \rangle^{1/2}$ ) и размеры областей когерентного рассеивания (D). Общий вид рентгенограмм был снят с шагом сканирования 0,05 град и временем экспозиции 5 сек в каждой точке. Прецизионные съемки для выделенных рентгеновских пиков был осуществлен с шагом 0,02 град и временем экспозиции 20 сек. Запись данных с дифрактометра производилась в автоматическом режиме на компьютере с помощью специальной программы в цифровом виде. Обработка профилей рентгеновских пиков была проведена при помощи пакета программ, в основе которого лежит метод гармонического анализа физических уширений пиков [142].

Полученные в результате съёмки дифрактограммы подвергались стандартной обработке (сглаживание, вычитание фона). Затем определялись дифракционные пики и рассчитывались соответствующие им межплоскостные расстояния. После обработки профилей были рассчитаны: размеры областей когерентного рассеивания (ОКР) и степень микродеформации кристаллической решётки с использованием специализированного программного обеспечения.

Для изучения областей когерентного рассеяния, среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки и плотности дислокаций использовали методы рентгеноструктурного анализа, которые базируются на анализе профилей уширения рентгеновских пиков. Программы обработки рентгеновских данных основаны на использовании следующей формулы

$$\beta_{\tau} = \pi / D_{hkl} + \langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2} \tau \quad (2.1)$$

для разделения вкладов областей когерентного рассеяния и среднеквадратичного микроискажений кристаллической решетки, где  $\beta_{\tau}$

равняется  $\beta_p \pi \cos\theta / \lambda$ ,  $\beta_p$  – интегральная ширина физического профиля, вектор рассеяния  $\tau = 4\pi \sin\theta / \lambda$ . Для вычисления плотности дислокаций была использована следующая формула:

$$\rho_{hkl} = 2 \sqrt{3} \langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2} / (D_{hkl} \times b), \quad (2.2)$$

где  $D_{hkl}$  – усредненный по объему размер зерен–кристаллитов,  $\langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2}$  – микроискажения кристаллической решетки,  $b$  – вектор Бюргерса.

## 2.5. Методики испытаний механических свойств

### 2.5.1. Измерения микротвердости

Перед измерением микротвердости все образцы полировались по методике, описанной в начале раздела 2.3.

Микротвердость  $H_v$  определяли по методу Виккерса, согласно ГОСТ 9450-60, на приборе Buehler «Micromet 5101» с пирамидальным алмазным индентором при нагрузке 0,1 кг и длительности выдержки под нагрузкой 10 секунд. За микротвердость сплава принималась величина, усредненная по 30 точкам измерения. Определение характеристик твердости проводили с вероятностью  $P = 0,95$ , при этом абсолютная ошибка измерений не превышала 10%.

### 2.5.2. Испытания на статическое растяжение

Для определения механических свойств РКУП образцов были использованы цилиндрические образцы диаметром 6 мм и длиной базы 15 мм (Рисунок 2.4, а). Испытания на растяжение были проведены на испытательной машине Инстрон при комнатной температуре и при температуре 175°C со скоростью растяжения  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

Измерение прочности и пластичности для ИПДК образцов проводили на специально сконструированной машине для статических испытаний на

растяжение малых образцов с рабочей базой 0,5x1,5x4 мм (Рисунок 2.4 б) при температуре 20°C и 175°C со скоростью  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

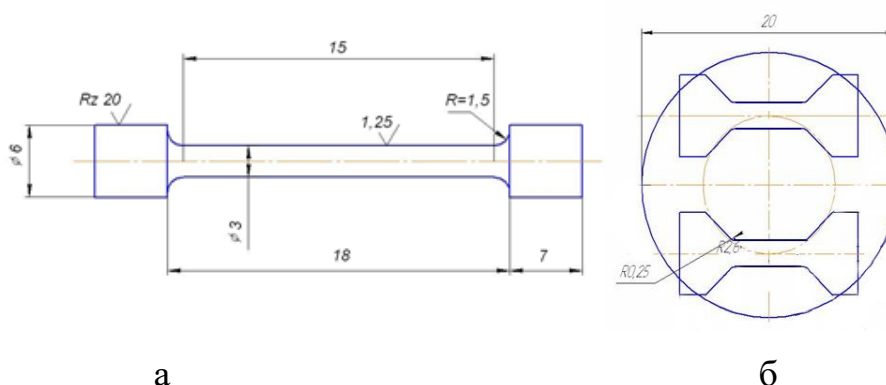


Рисунок 2.4 – Форма образцов для испытаний на статическое растяжение:

а – стандартные цилиндрические образцы; б – малые образцы

### 2.5.3. Усталостные испытания

Испытания на усталость выполняли двумя методами в соответствии с ГОСТ 25.502-79.

1\* Испытания на усталость проводили на испытательных машинах – высокочастотных пульсаторах Amsler 100 HFP 5100 и Amsler 300 HFP 5100 (Zwick/Roell) (Рисунок 2.5 а) при осевом нагружении образца при температурах  $T=20^\circ\text{C}$ . Форма цикла – синусоидальная. Коэффициент асимметрии цикла  $R_\sigma = 0,1$ . База испытаний  $N=10^7$  циклов. Форма образца для усталостных испытаний представлена на рисунке 2.5 б.

2\*\* Испытания на усталость проводили по схеме консольного изгиба с вращением с частотой нагружения  $f = 50 \text{ Гц}$ , при симметричном знакопеременном цикле ( $R_\sigma=-1$ ) на базе испытаний  $N = 10^7$  циклов. Вид установки для проведения усталостных испытаний консольным изгибом с вращением и форма образца представлена на рисунке. 2.6, а, б. Рабочую поверхность цилиндрических образцов для усталостных испытаний подвергали

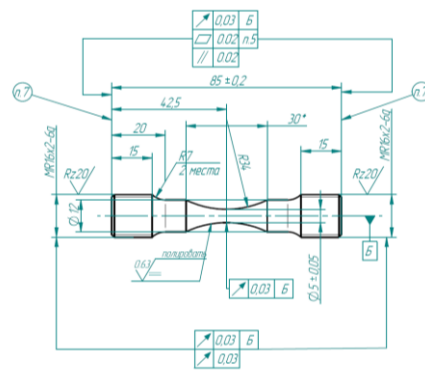
\* Усталостные испытания проводили совместно с ЦИАМ им П.И.Баранова (Москва)

\*\* Усталостные испытания проводили совместно с кафедрой сопротивления материалов ФГБОУ ВО «УУНиТ»

шлифовке и механической полировке с обеспечением шероховатости  $R_a = 0,63$  мкм.



а

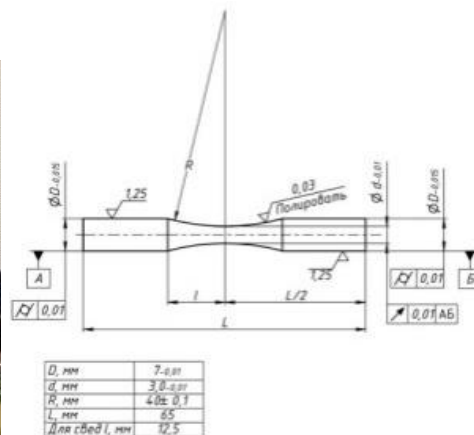


б

Рисунок 2.5 – а – Вид установок для проведения усталостных испытаний, б – форма образца для усталостных испытаний



а



б

Рисунок 2.6 – а – вид установок для проведения усталостных испытаний, б – форма образца для усталостных испытаний

По результатам испытаний серии образцов строили кривые усталости в координатах максимальное напряжение цикла – число циклов. Предел выносливости  $\sigma_R$  определяли, как наибольшее значение амплитуды напряжения цикла, при котором не происходит усталостного разрушения материала после заданного количества циклов.

## 2.6. Методики анализа различных механизмов упрочнения

Согласно современной дислокационной теории основные механизмы упрочнения, обеспечивающие повышение напряжения пластического течения, удобно классифицировать на основе геометрических размеров «препятствий», тормозящих движение дислокаций [143]: нуль-мерный механизм (упрочнение растворенными атомами внедрения или замещения), одномерный механизм (упрочнение дислокациями), двумерный механизм (упрочнение границами зерен и субзерен), трехмерный механизм (упрочнение дисперсными частицами).

Таким образом, упрочнение реальных металлических материалов можно рассматривать как результат взаимодействия дислокаций с определенной комбинацией растворенных препятствий нескольких типов, т. е. как совокупное действие всех или некоторых из указанных выше механизмов. Ораваном [144] установлено, что суперпозиция каждого из механизмов упрочнения с напряжением трения решетки линейно аддитивна, т. е. предел текучести упрочненного материала есть сумма:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + \sigma_{\text{Дисл}} + \sigma_{\text{ЗГ}} + \sigma_{\text{Дисп}} + \sigma_{\text{ТР}} \quad (2.3)$$

где  $\sigma_0$  – напряжение трения кристаллической решетки;  $\Delta\sigma_{\text{тр}}$  – прирост предела текучести за счет твердорастворного упрочнения;  $\Delta\sigma_{\text{Дисл}}$  – прирост предела текучести за счет дислокационного(деформационного) упрочнения;  $\Delta\sigma_{\text{ЗГ}}$  – прирост предела текучести за счет зернограничного упрочнения;  $\Delta\sigma_{\text{Дисп}}$  – прирост предела текучести за счет дисперсионного упрочнения [143].

В монокристаллах чистых металлов движению скользящей дислокации препятствует напряжение трения кристаллической решетки. Напряжение, возникающее при движении незаблокированной прямолинейной дислокации в кристалле, свободном от препятствий, называется напряжением Пайерлса-Набарро ( $\sigma_0$ ) и рассчитывается по формуле [143]:

$$\sigma_0 = [2G / (1 - \nu)] \exp[-2\pi / (1 - \nu)], \quad (2.4)$$



где  $G$  – модуль сдвига матрицы,  $\nu$  – коэффициент Пуассона. Для алюминия  $\sigma_0 = 6$  МПа [143].

При повышении плотности дислокаций в металле более  $10^6$ - $10^8$  см<sup>-2</sup> начинает сказываться их упругое взаимодействие между собой, вызывающее торможение скользящих дислокаций и, как следствие, повышение напряжений сдвига. Взаимное торможение дислокаций при резком увеличении их числа называют деформационным, или дислокационным упрочнением [143].

Несмотря на некоторые различия в предлагаемых разными авторами механизмах деформационного упрочнения, все теории упрочнения дают качественно аналогичную зависимость напряжения пластического течения, необходимого для продолжения деформации, от плотности дислокаций  $\rho_{hkl}$  (Формула 2.2), которая может быть обобщена в виде:

$$\sigma_{\text{Дисл}} = M\alpha Gb\rho^{1/2} \quad (2.5)$$

где  $G$  – модуль сдвига;  $b$  – вектор Бюргерса дислокации;  $\alpha$  – параметр междислокационного взаимодействия, величина которого определяется степенью упорядоченности сплава и долей одиночных вакансий в общей плотности дислокаций;  $M$  – ориентационный коэффициент [143].

Наличие границ зерен в поликристаллических материалах препятствует развитию пластической деформации, так как в каждом зерне имеются свои системы скольжения, т. е. границы зерен являются эффективными барьерами для движения дислокаций. Перемещение дислокации, начавшееся в наиболее благоприятно ориентированном относительно приложенного напряжения зерне, не может продолжаться в соседнем зерне, и ее движение тормозится. В результате образуются скопления дислокаций у границ зерен, которые создают сильные поля упругих напряжений. При определенной величине эти напряжения инициируют старт дислокации в соседнем зерне, т. е. происходит эстафетное движение дислокаций. Кроме того, границы зерен под действием напряжений становятся источниками дислокаций, увеличивая их плотность внутри зерна. Расчет вклада зависит еще от вида границ, которые

подразделяются на большеугловые и малоугловые. Вклад малоугловых границ зерен можно рассчитать по формуле [145]:

$$\sigma = f_1 M \alpha G b (1.5 S_v \theta / b)^{1/2}. \quad (2.6)$$

Вклад большеугловых границ зерен, имеют вид:

$$\sigma_2 = f_2 k d^{-1/2}, \quad (2.7)$$

где  $f_1, f_2$  – объемная доля малоугловых и большеугловых границ зерен,  $M, \alpha$  – коэффициенты,  $G$  – модуль сдвига,  $b$  – вектор Бюргерса,  $S_v$  – параметр зависящий от размера фрагментов,  $S = \Theta / (2d)$ ,  $\Theta$  – угол разориентировки фрагментов,  $d$  – средний размер зерна.

При образовании твердых растворов легирующих элементов и примесей в металлах происходит упрочнение, обусловленное комплексом взаимосвязанных эффектов. Основной механизм упрочнения согласно дислокационной теории связан с взаимодействием растворенных в кристаллической решетке примесных атомов с дислокациями, что влияет на степень деформационного упрочнения. Во-первых, создаются искажения решетки вокруг растворенных атомов, что приводит к торможению дислокаций в поле этих упругих напряжений. В соответствии с теорией Мотта и Набаро сопротивление движению дислокации в плоскости ее скольжения равно статистической сумме положительных и отрицательных напряжений, возникающих вокруг растворенных атомов [143, 146]. Твердорастворное упрочнение рассчитывается по формуле:

$$\Delta\sigma_{T.P.} = 2,5 G \delta_L^{3/4} C_L \quad (2.8)$$

где  $\delta_L$  – параметр размерного несоответствия,  $C_L$  – атомная концентрация легирующего элемента.

Упрочнение гетерогенных сплавов, содержащих включения или дисперсные частицы второй фазы, обусловлено прежде всего взаимодействием дислокаций с этими препятствиями. Таким образом, основной механизм дисперсионного упрочнения связан с напряжениями, вызванными необходимостью перемещения дислокации на определенное расстояние через

массив выделений. Помимо основного механизма дисперсионного упрочнения в большинстве случаев задействованы и косвенные механизмы, обусловленные влиянием дисперсных частиц на величину зерна и характер дислокационной субструктуры. Кроме того, если выделения дисперсных частиц происходит в результате распада твердого раствора в процессе старения, то это приводит к уменьшению твердорастворного упрочнения элементами, образующими вторичные фазы [143].

В дисперсионноупрочненном сплаве дисперсные частицы (выделения) образуются из матриц. Границы между решетками матрицы и выделения могут быть когерентными, полукогерентными и некогерентными, т. е. изменяются в зависимости от стадии распада пересыщенного твердого раствора [147].

Когерентные выделения образуются на ранних стадиях распада пересыщенного твердого раствора. Упрочнение сплава такими выделениями описывается механизмом Мотта-Набарро, который стал первой теорией дисперсионного упрочнения состаренных сплавов. Этот механизм применим для случаев, когда образовавшаяся частица когерентно связана с матрицей либо когда собственно частица еще не выделилась, но в твердом растворе образовались зоны предвыделения (подобные зонам Гинье-престона). Вклад в упрочнение когерентных частиц рассчитывается по формуле:

$$\Delta\sigma_{\text{дисп.}} = 2G_M \varepsilon f \quad (2.9)$$

где  $\varepsilon$  – общий параметр несоответствия,  $G_M$  – модуль сдвига матрицы,  $f$  – объемная доля частиц или их концентрация [147].

Некогерентные выделения образуются на более поздних стадиях распада твердого раствора, чем когерентные выделения. Упрочнение в этом случае описывается механизмом Орована. Вклад в упрочнение некогерентных частиц рассчитывается по формуле:

$$\Delta\sigma_{\text{дисп.}} = 0,85 \frac{Gb}{1-D} \quad (2.10)$$

где  $l$  – среднее расстояние между частицами,  $b$  – вектор Бюргерса,  $D$  – средний размер частиц [143, 147].

### **ГЛАВА 3. Структура и свойства сплава АК4-1, после обработки ИПД**

Известно, что важной научной проблемой физического материаловедения является достижение повышенных механических свойств (прочности, пластичности, предела выносливости) в легких металлах и сплавах. Как отмечалось ранее, формирование УМЗ структуры методом ИПД является перспективным направлением решения этой проблемы.

Как было описано ранее, при реализации ИПД процессы пластической деформации и термической обработки обычно совмещены в одной технологической операции, и в стареющих сплавах фазовые превращения проходят в условиях повышенной плотности дефектов решетки, которые сильно влияют на формирования дисперсных частиц (форму, размер, тип их распределение и т. д.).

В соответствии с задачами, поставленными в данном исследовании, представлены результаты изучения режимов ИПД, направленных на создание УМЗ равноосной и бимодальной (смешанной) структуры в объемных заготовках алюминиевого сплава АК4-1.

Для установления благоприятного температурного режима формирования УМЗ структуры, в настоящей главе рассмотрено влияние ИПДК при разных температурах (140–200°C) на микроструктуру и механические свойства алюминиевого сплава АК4-1. Полученные результаты использованы для выбора температурного режима РКУП с целью получения объемных УМЗ образцов с равноосной и бимодальной структурой для последующего изучения их прочности и усталости.

Более подробная информация об исследованиях приведена в наших публикациях по этой тематике [148-152].

### 3.1. Структура и механические свойства образцов, подвергнутых ИПДК

Образцы сплава АК4-1 после закалки в воду с температуры 530°C, при наблюдении в оптическом микроскопе, характеризовались средним размером зерна примерно 100 мкм. В структуре имелись включения, которые не растворились при образовании пересыщенного твердого раствора. По данным энерго-дисперсионного анализа они являлись включениями фазы  $Al_9FeNi$ , со средним размером 3-6 мкм (Рисунок 3.1). Данная фаза имеет эвтектическое происхождение.

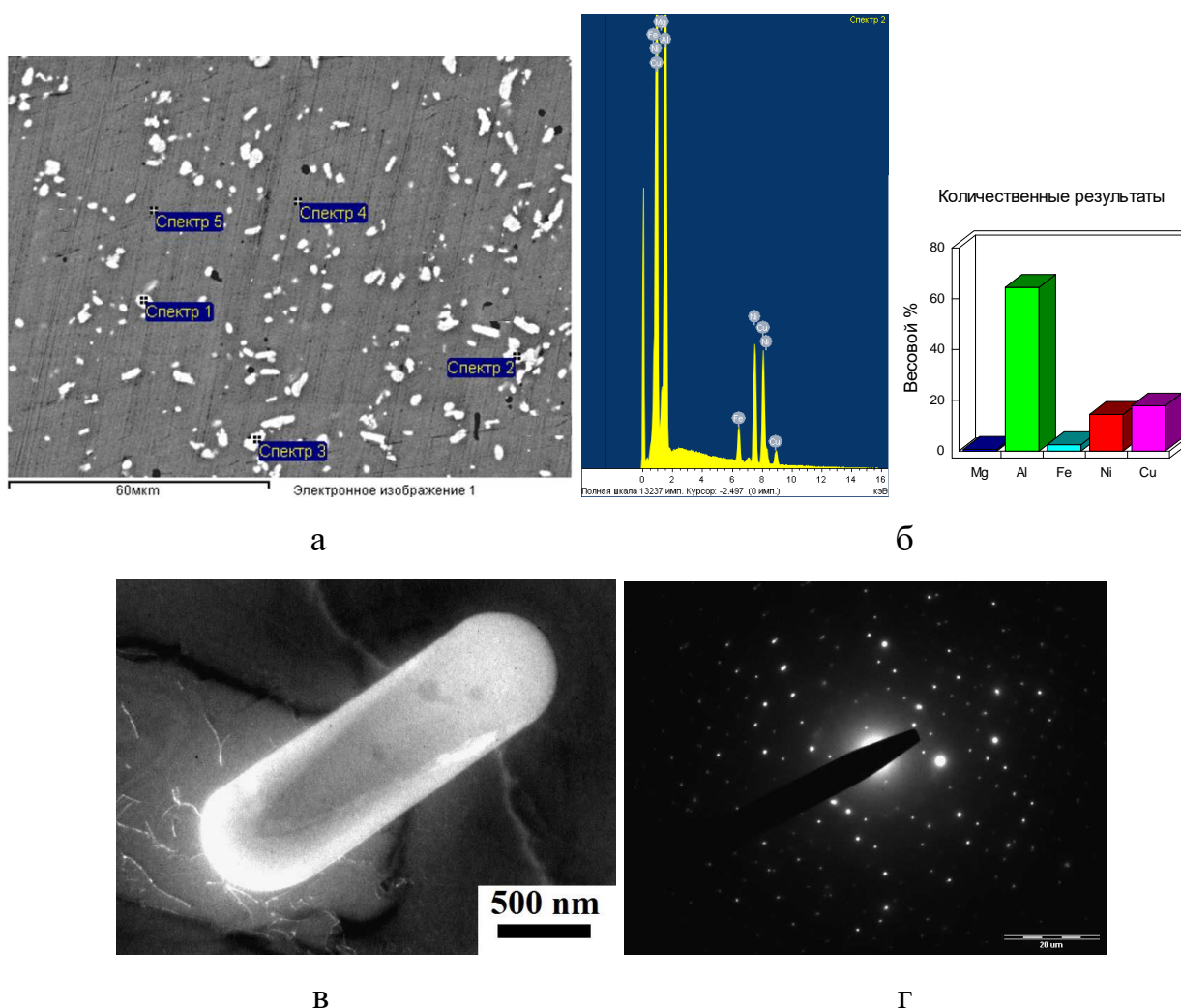


Рисунок 3.1 – Структура закаленного сплава АК4-1 (СЭМ): а – общий вид, б – спектры 1,2 и 3 от частиц, в – вид частицы (ПЭМ), г – электронограмма с частицы, представленной на рисунке 3.1 в

После дополнительного старения при температуре 190°C длительностью 7 часов заметного роста среднего размера зерна не наблюдалось. При исследовании структуры на просвечивающем электронном микроскопе были обнаружены частицы фазы  $\Theta$ (Al<sub>2</sub>Cu) и S (Al<sub>2</sub>CuMg) (Рисунок 3.2). Все частицы равномерно распределены по всему объему зерна, S фаза представляет собой стержнеобразную фазу,  $\Theta$  фаза имеет глобулярный вид.

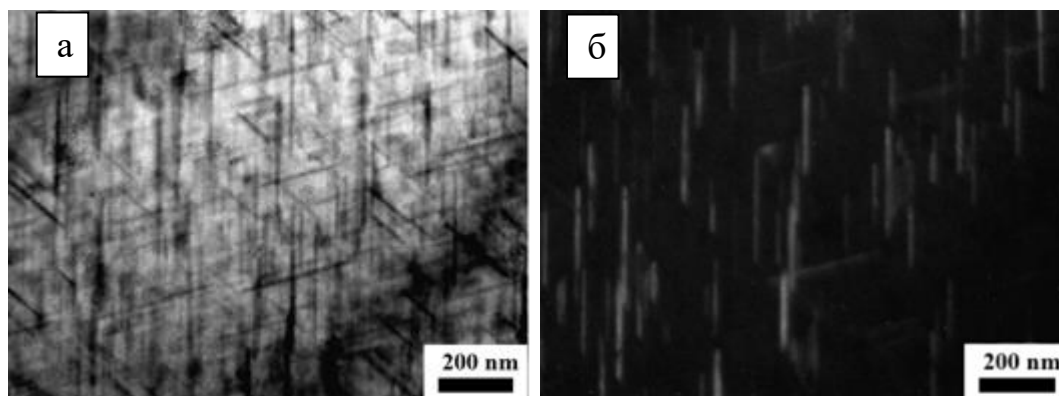


Рисунок 3.2 – Микроструктура сплава АК4-1 после старения (ПЭМ):

а – светлое поле, б – темное поле

ИПДК сплава АК4-1 было проведено при различных температурах 140, 160, 180 и 200°C для определения влияния этих режимов на структуру и механические свойства.

После применения ИПДК во всех исследованных образцах крупнозернистая структура полностью трансформировалась в УМЗ. При этом наблюдали фрагментацию структурных элементов, немного вытянутых вдоль направления деформаций, внутри которых была выявлена высокая плотность дислокаций, свидетельствующая об их неравновесной структуре и высоких упругих внутренних микронапряжениях решетки. Электронно-микроскопические исследования показали, что после ИПДК в заготовках сформирована УМЗ структура со средним размером (суб)зерна 300-480 нм, которая зависела от режимов обработки, чем выше температура деформации, тем больше размер (суб)зерна (Рисунок 3.3).

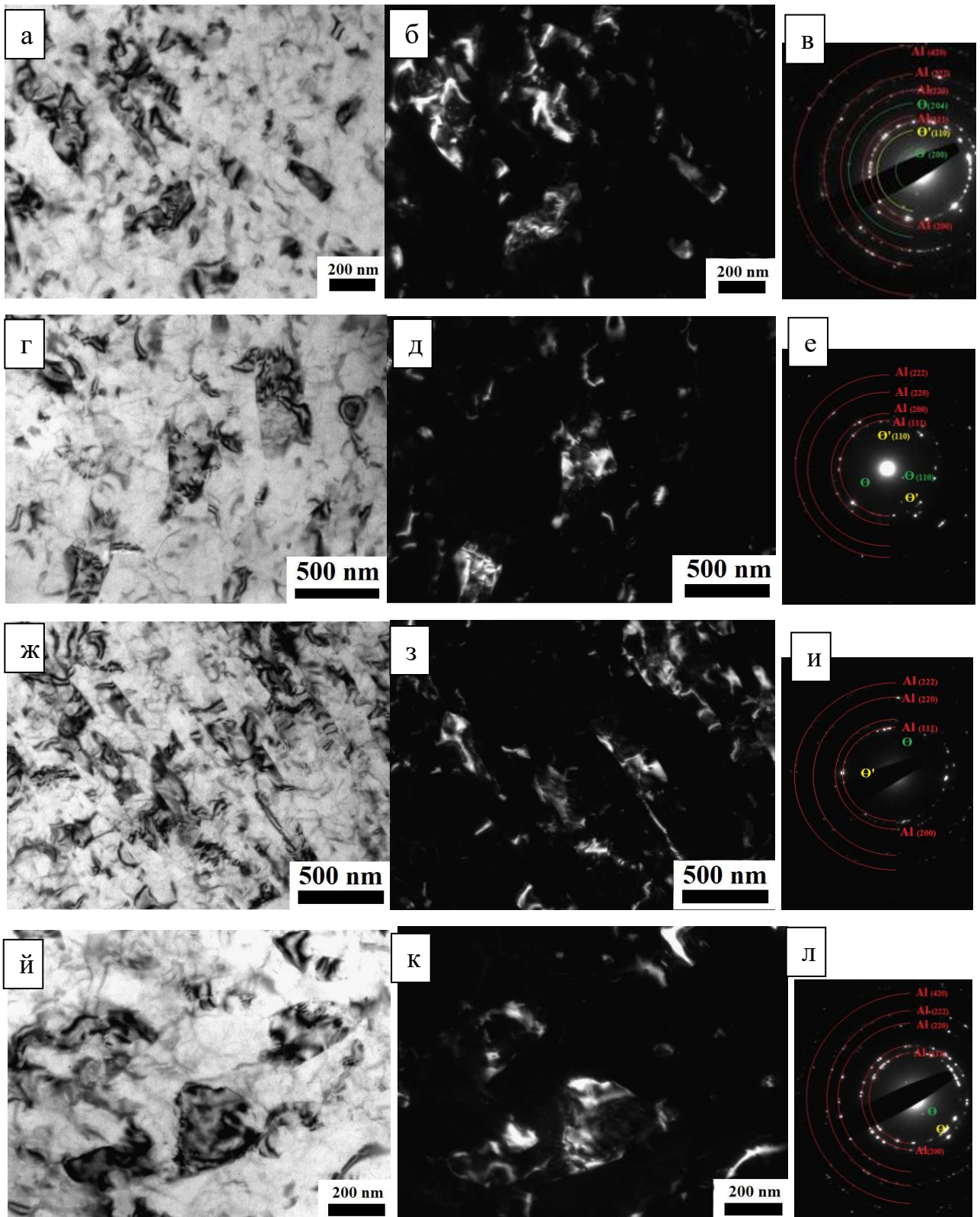
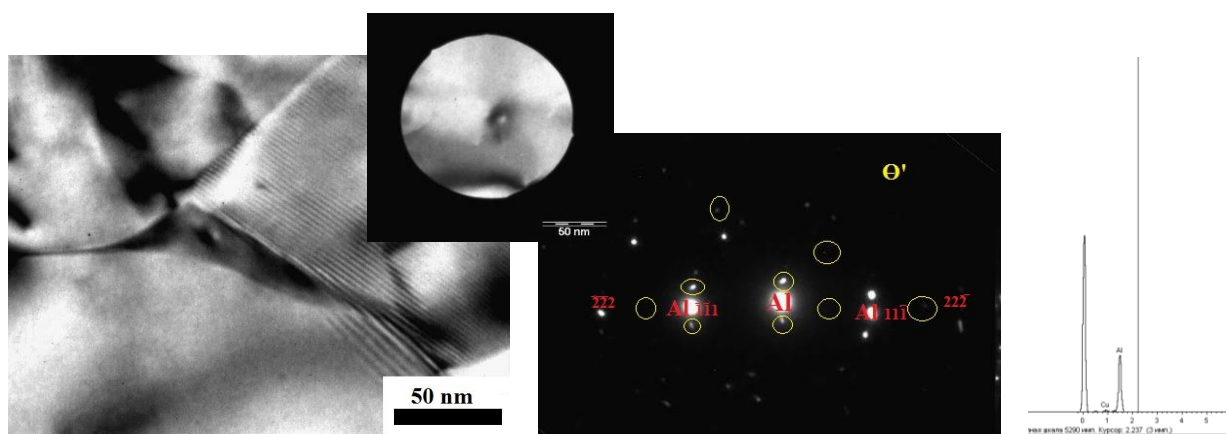


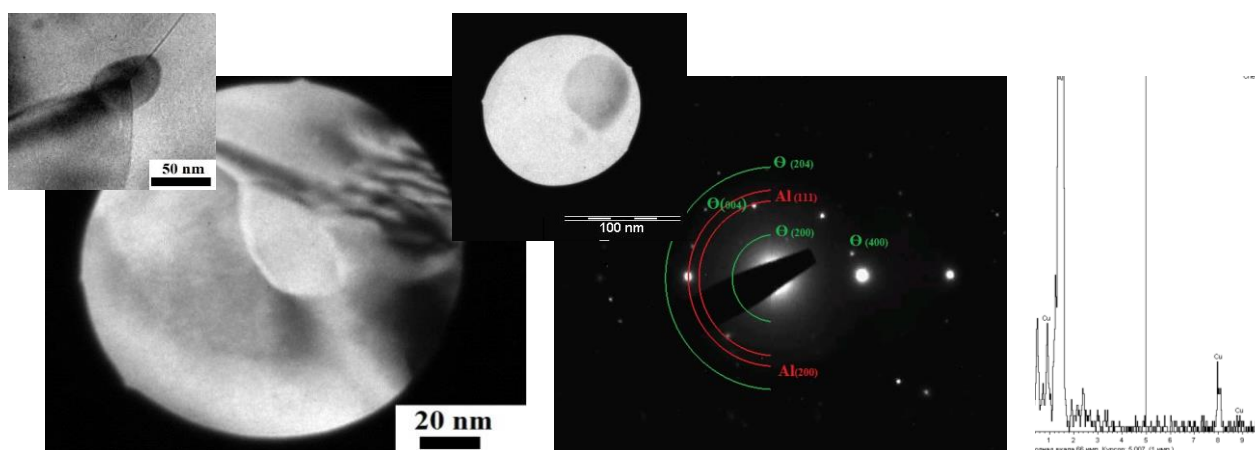
Рисунок 3.3 – Микроструктуры, наблюдаемые в алюминиевом сплаве АК4-1 после ИПДК: а, б, в – ИПДК при 140°C; г, д, е – ИПДК при 160°C; ж, з, и – ИПДК при 180°C; й, к, л – ИПДК при 200°C



Рефлексы на электронограммах, расположенные вдоль окружностей, указывали на большеугловые разориентировки соседних зерен (рис.3.3). На электронограммах помимо дифракционных линий алюминиевого твердого раствора были обнаружены линии второй фазы  $\Theta'$ ,  $\Theta$ , S. В структуре же присутствовали четыре фазы  $\Theta'$ ,  $\Theta$ , S и  $Al_9FeNi$ , которые были идентифицированы с помощью энерго-дисперсионного анализа и электронограмм (Рисунок 3.4). Выявлено, что при ИПДК не было растворения частиц первичных фаз и объемная доля и размер интерметаллидов  $Al_9FeNi$  не изменяется, и поэтому в дальнейшем эти частицы не рассматриваются, так как их вклад в свойства везде одинаков.

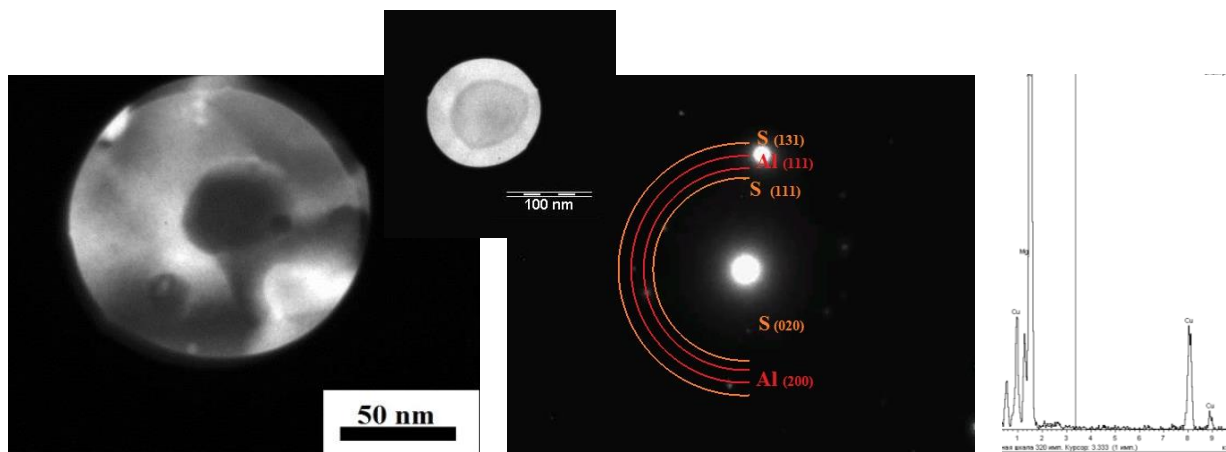


а

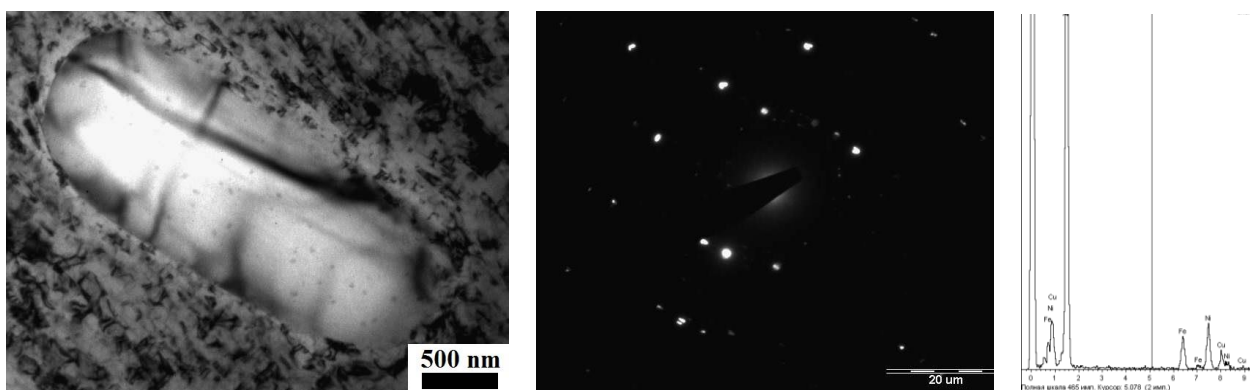


б





В



Г

Рисунок 3.4. Идентификация частиц в сплаве АК4-1 после ИПДК: а – частицы фазы  $\Theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ); б –  $\Theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ); в – S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ); г –  $\text{Al}_9\text{FeNi}$

Частицы  $\Theta'$  фазы имеют сферическую форму и очень маленькие размеры, расположены они в основном около границ зерен. Частицы  $\Theta$  фазы расположены на границах зерен и на тройных стыках в виде тонких дисков и каплеобразных форм. Частицы же S имеют сферическую форму и встречаются как на границах зерен, так и в теле зерна им характерно более гомогенное распределение. Все частицы имеют не свойственные им формы, видимо из-за больших пластических деформаций, которые приводят к высокой плотности дислокаций и вакансий, которые играют основную роль в процессах зарождения и роста частиц.

Известно, что во время ИПД алюминиевых сплавов может происходить динамическое старение, ведущее к выделению частиц упрочняющих фаз уже

при комнатной температуре [3, 87]. И при этом учесть, что деформация происходила при температурах близких к температуре старения, то в данном случае происходит наложение таких процессов как старение (распад пересыщенного алюминиевого твердого раствора и дисперсионное твердение), динамическое старение, наклеп, возврат и рекристаллизация фрагментированной структуры, что, возможно, и увеличивает количество источников выделений вторых фаз, а микроискажения решетки не дают обрести свойственную им конфигурацию. То есть, судя по морфологии, плотности и распределению выделений, ИПДК активизировала распад, и изменила его стадийность.

С ростом температуры ИПДК размер зерен увеличивается (Рисунок 3.5 а). При этом растет также размер дисперсных частиц, которые выделяются во время ИПДК, что подтверждает теорию о протекании в материале деформационного динамического старения (Рисунок 3.5 б).

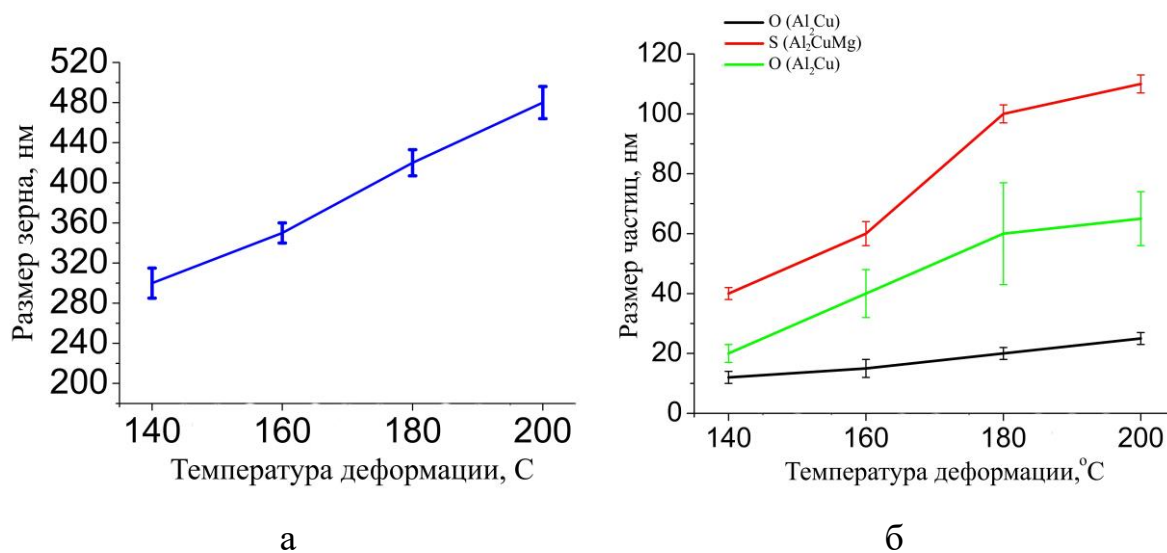


Рисунок 3.5 – Зависимость размера от температуры деформации:

а – зерен, б – частиц вторых фаз

Исследование механических свойств показало, что все ИПДК образцы характеризуются высокими значения прочности, и меньшей пластичностью, по сравнению с образцами, подвергнутыми стандартной обработке Т6.

Установлено, что максимальные значения микротвердости, предела прочности (временного сопротивления,  $\sigma_B$ ) и условного предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ) получены в образцах при температуре деформации 160°C. Во всех ИПДК образцах относительное удлинение после разрыва ( $\delta$ ) уменьшилось в 4 раза (Таблица 3.1). Вероятнее всего повышенная прочность УМЗ образцов при комнатной температуре является результатом сильного измельчения зеренной структуры и дисперсионного упрочнения, тогда как уменьшение относительного удлинения до разрушения можно объяснить наличием внутренних напряжений вокруг частиц и вблизи границ зерен, препятствующих развитию, зарождению и движению дислокаций.

Таблица 3.1 – Влияние температурного режима ИПДК на структуру и свойства алюминиевого сплава АК4-1

Т°С ИПДК	Размер зерен, нм	Размер частиц, нм			Микротвер- дость, МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ ,%
		$\Theta'$	$\Theta$	S				
140°С	300±15	12±2	12±2	40±2	1822±45	475 ±8	510±6	4±2
<b>160°С</b>	<b>350±10</b>	<b>15±2</b>	<b>15±3</b>	<b>60±4</b>	<b>1874±25</b>	<b>520±5</b>	<b>550±7</b>	<b>4,5±2</b>
180°С	420±13	18±2	20±2	100±3	1830±29	480±6	515±8	4,9±1
200°С	480±16	21±2	25±2	110±3	1820±15	450±9	470±6	5,1±2

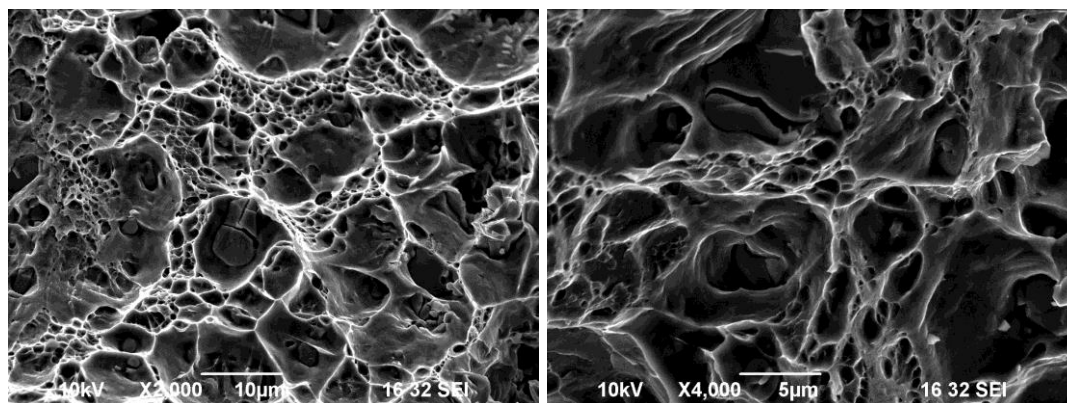


Рисунок 3.6 – Поверхность разрушения образца ИПДК при 160°C сплава АК4-1 после растяжения

Всем образцам был характерен вязкий внутризеренный механизм разрушения, осуществляемый путем зарождения, роста и слияния микропор. Зарождение микропор в основном происходило по границе раздела матрица-частица. Ямки, зарождались на выделениях (Рисунок 3.6).

### 3.2. Термическая стабильность УМЗ образцов, полученных ИПДК

Исследования термической стабильности методом измерения микротвердости после часового отжига показали стабильность зеренного строения и прочности УМЗ образцов до температуры отжига 175°C (Рисунок 3.7).

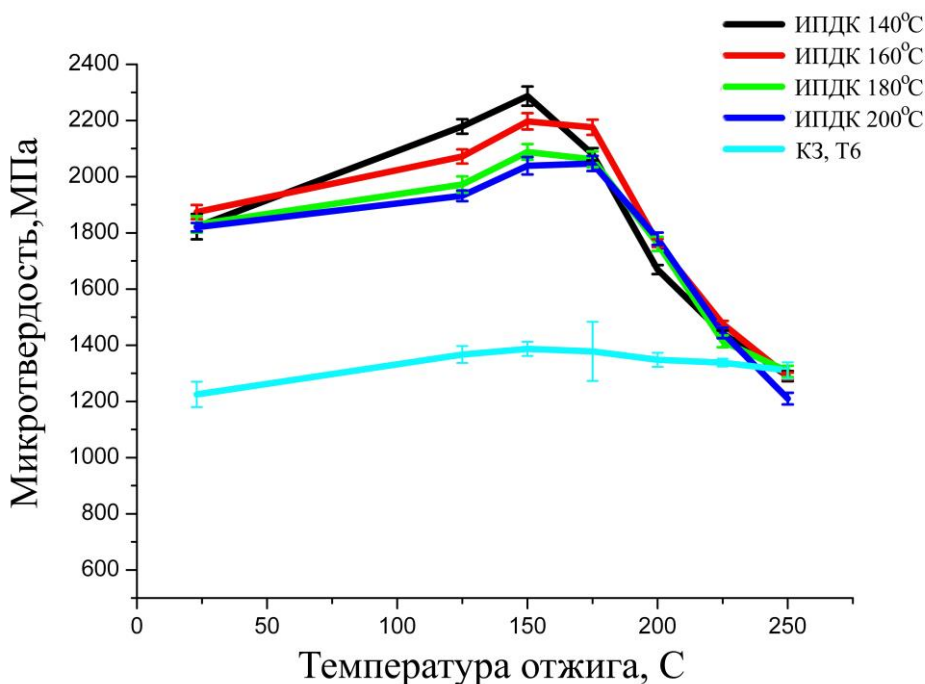


Рисунок 3.7 – Зависимость микротвердости от температуры отжига ИПДК образцов сплава АК4-1

Выше 175°C предполагается, что существенное снижение микротвердости происходит вследствие начала роста зерен и укрупнения частиц упрочняющих фаз. Следует отметить, что такое поведение материала

так же наблюдали и в других работах [104]. Также по графику мы наблюдаем небольшой прирост микротвердости в температурах 150-175°C, предполагаем, что при этих температурах продолжается выделение дисперсных частиц.

Образцы после ИПДК с максимальными значениями прочности – при 160°C были исследованы на длительность отжига 50 и 110 ч при температуре эксплуатации 150°C. Свойства образцов не изменились, что говорит о стабильности структурного состояния образцов после данной термической деформационной обработки (Рисунок 3.8).

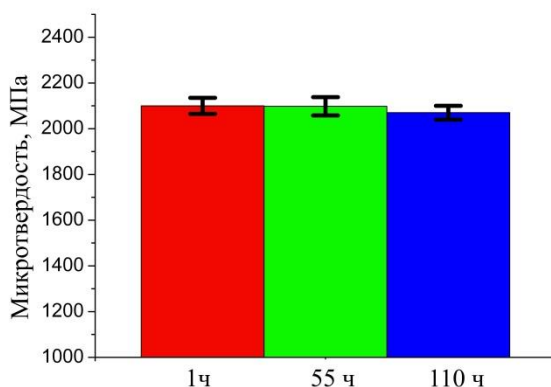


Рисунок 3.8 – Зависимость микротвердости от длительности отжига образцов после ИПДК при 160°C сплава АК4-1

Т. е. экспериментально установлено, что наиболее эффективной с точки зрения измельчения структуры и сохранения высоких прочностных свойств является температура деформации в 160°C. Поэтому дальнейшие исследования особенностей структуры и механических свойств алюминиевого сплава АК4-1 в зависимости от накопленной степени деформации проводили на образцах, подвергнутых РКУП при этой температуре.

### 3.3. Выбор режимов РКУП для формирования УМЗ структуры в сплаве АК4-1

РКУП проводили при разных диаметрах образцов ( $\varnothing 40$  и  $\varnothing 20$  мм) и при разном угле пересечения каналов ( $120^\circ$  и  $90^\circ$ ), соответственно. Образцы сплава АК4-1 диаметром 20 мм, подвергнутых РКУП с углом пересечения каналов  $90^\circ$  при температуре  $160^\circ\text{C}$ , разрушаются на шестом проходе вследствие появления трещин в заготовке, а при диаметре 40 мм с углом пересечения каналов  $120^\circ$  получилось реализовать не менее 10 проходов.

Изучена зависимость микротвердости от степени деформации (количество проходов) при РКУП сплава АК4-1 при температуре  $160^\circ\text{C}$  (Рисунок 3.9). Установлено, что при разных диаметрах образцов РКУП и при разном угле пересечения каналов наблюдается единая закономерность повышения микротвердости на 2 цикле и дальнейший его спад.

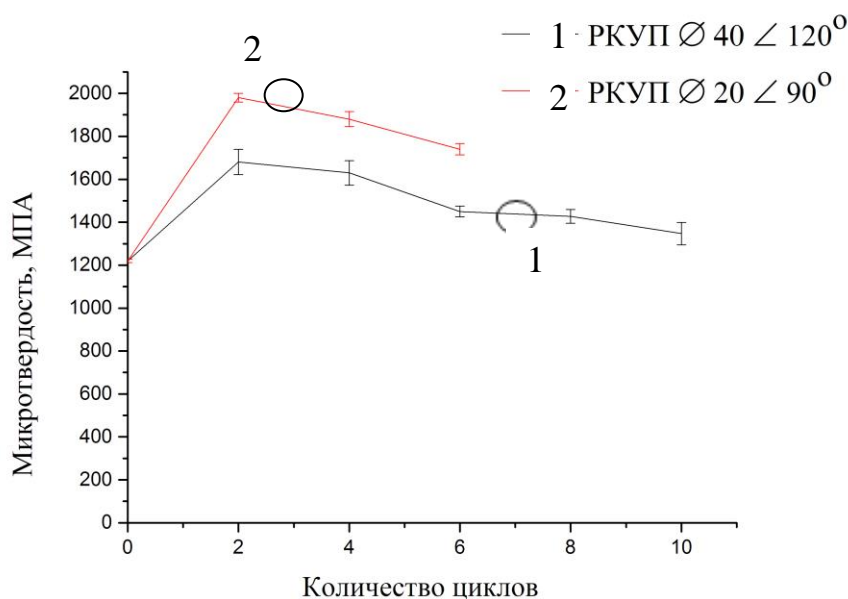


Рисунок 3.9 – Зависимость микротвердости от степени деформации при РКУП сплава АК4-1 при температуре  $160^\circ\text{C}$

Такая закономерность говорит, что многоцикловая деформация в алюминиевом сплаве АК4-1 не приводит к существенному увеличению прочности.

Для дальнейшего исследования из полученных образцов были выбраны следующие: диаметром 40 мм после шести проходов с общей накопленной степенью деформации  $\epsilon = 4$ , предполагая, что при данной обработке будет получена равноосная структура (в дальнейшем будем называть эту обработку «Состояние 1»); диаметром 20 мм после двух проходов с общей накопленной степенью деформации  $\epsilon = 2,31$ , имеющих максимальную прочность при данной обработке (в дальнейшем будем называть эту обработку «Состояние 2»).

### 3.4. Структура образцов, подвергнутых РКУП

Исследования РКУП образцов методом просвечивающей электронной микроскопии показали, что крупнозернистая структура (КЗ) после таких обработок полностью трансформировалась в УМЗ.

В частности, в сплаве АК4-1 в «Состоянии 1» в продольном сечении наблюдали сильную фрагментацию структурных элементов, вытянутых вдоль направления деформаций с размером 1,5 мкм и шириной 500 нм, внутри которых была выявлена высокая плотность дислокаций на границах (Рисунок 3.10, а, б).

Это подтверждается также данными рентгеноструктурного анализа, где среднеквадратическая микродеформация кристаллической решетки сплава после ИПД больше в 1,85 раз, чем в исходном недеформированном состоянии (Таблица. 3.2). В поперечном сечении наблюдали сформировавшиеся зерна со средним размером 480 нм, границы четкие, что свидетельствует о равновесной структуре (Рисунок 3.10 в, г). Также были выявлены частицы выделений фаз  $\Theta'$ (Al<sub>2</sub>Cu),  $\Theta$  (Al<sub>2</sub>Cu), и S (Al<sub>2</sub>CuMg), с размерами 20 нм, 60 нм и 80 нм, соответственно. Фазы S и  $\Theta'$  чаще наблюдались внутри зерен рядом с дислокациями, а фаза  $\Theta$  обычно на тройных стыках зерен, форму частицы имели идентичные, как и при ИПДК обработке, отличались лишь только размерами. В структуре также наблюдались огромные включения Al<sub>9</sub>FeNi, которые не растворились и не изменили свой размер.



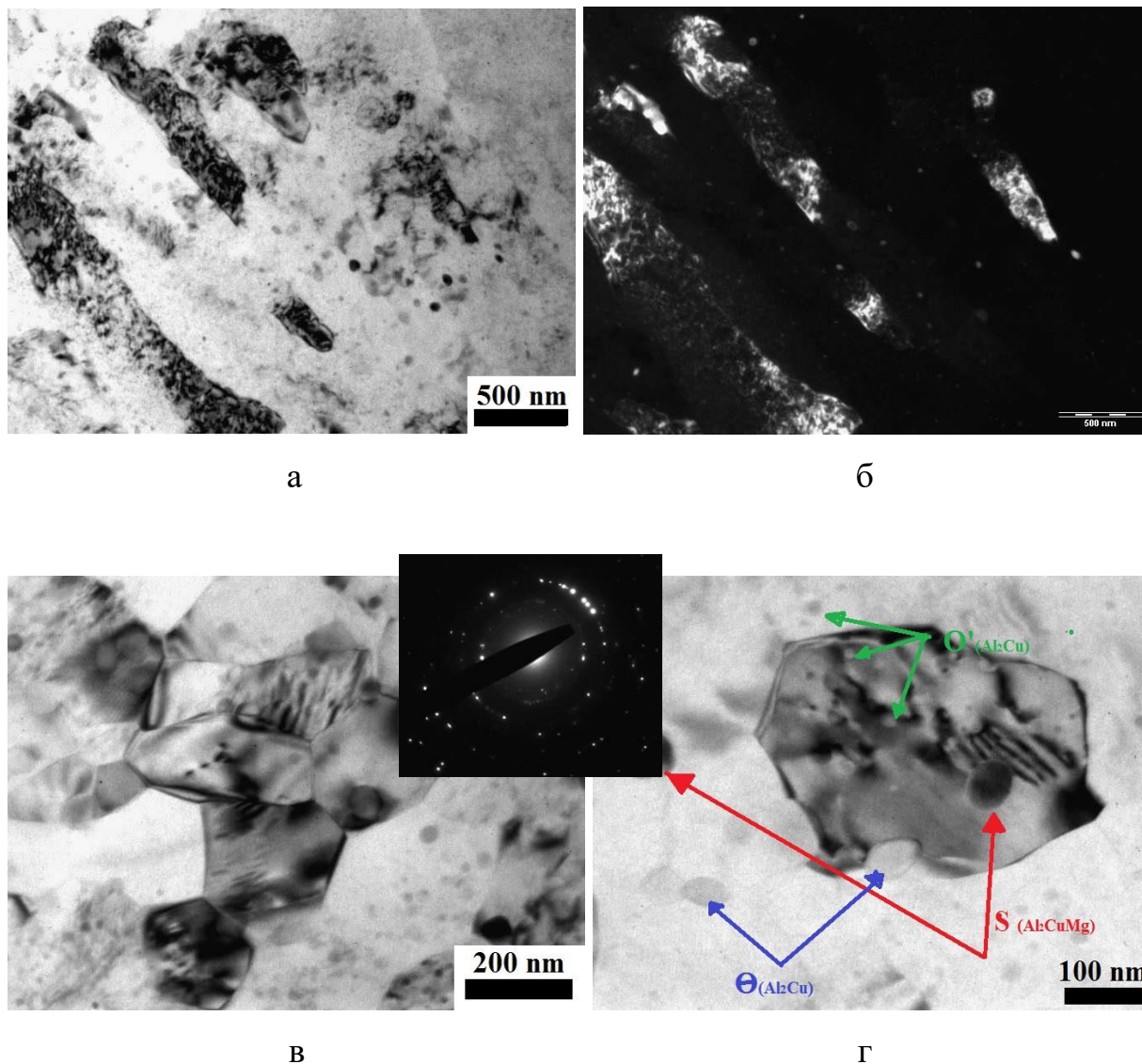
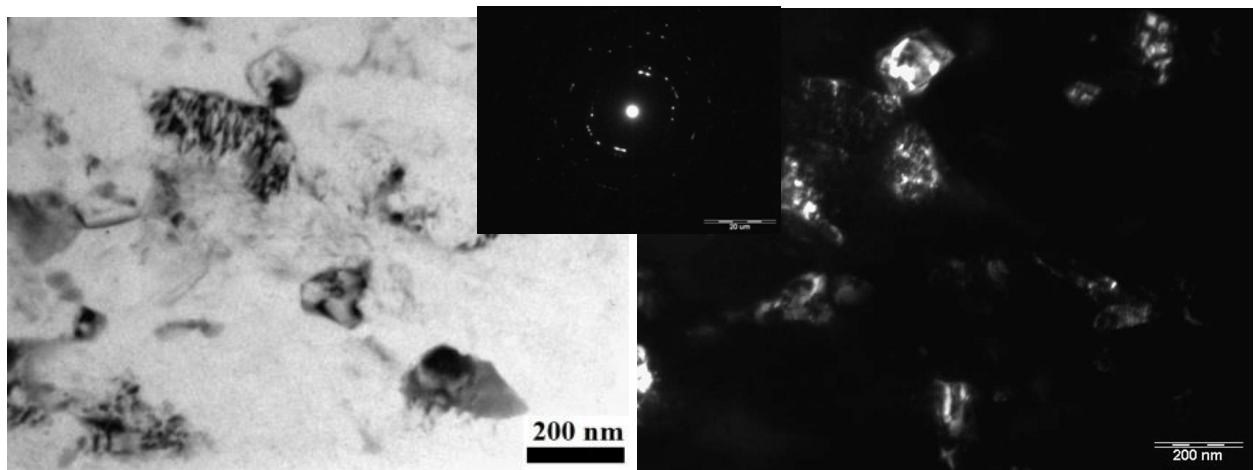


Рисунок 3.10 – Микроструктура сплава АК4-1 в «Состоянии 1»:  
а, б – продольное сечения; в, г – поперечное сечение

Таблица 3.2. Результаты рентгеноструктурного анализа сплава АК4-1

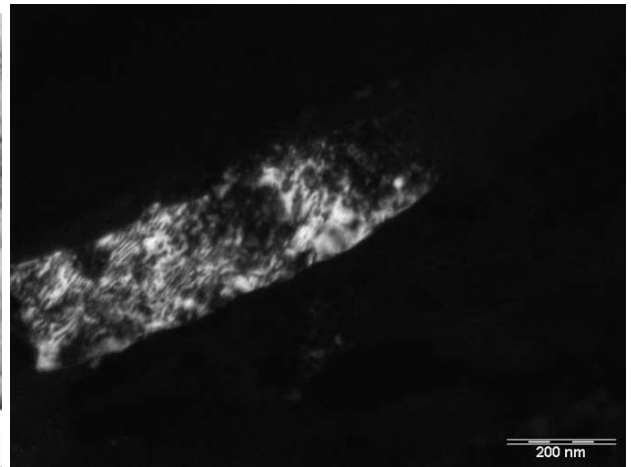
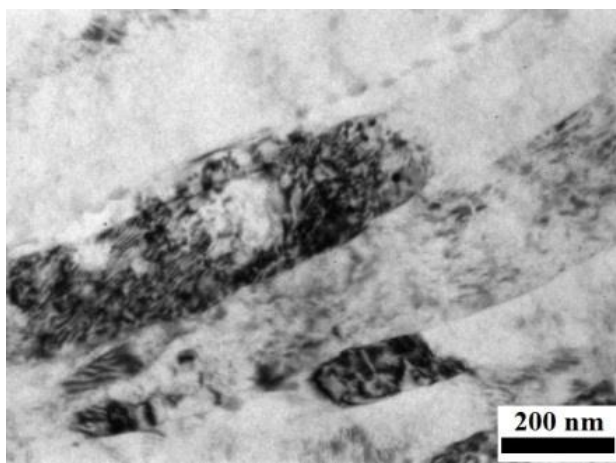
Состояние	ОКР, нм	$\langle \varepsilon^2 \rangle 1/2, \%$	$a, \text{Å}$
«Состояние 1»	$68,4 \pm 2$	$0,167 \pm 0,002$	$4,0542 \pm 0,0001$
«Состояние 2»	$65,2 \pm 2$	$0,202 \pm 0,002$	$4,0541 \pm 0,0001$
АК4-1, закалка	-	$0,090 \pm 0,001$	$4,0538 \pm 0,0001$
КЗ, Т6	-	$0,051 \pm 0,001$	$4,0540 \pm 0,0001$





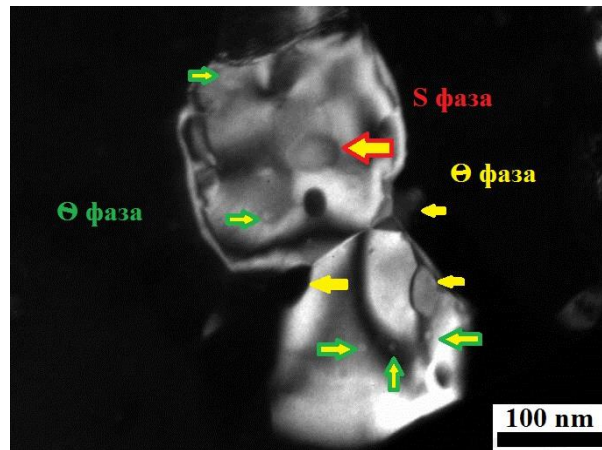
а

б



в

г



д

Рисунок 3.11 – Микроструктура сплава АК4-1 в «Состоянии 2»: а, б, д – УМЗ структура; в, г – полосовая структура

Исследование микроструктуры в «Состоянии 2» методом ПЭМ показало, что в поперечном и продольном сечениях наблюдаются полосы со средней

шириной  $250\pm 50$  нм (Рисунок 3.11 в), а также имеются отдельные участки, на которых сформирована УМЗ структура со средним размером зерна  $250\pm 15$  нм (Рисунок 3.11, а, б), то есть эту структуру можно назвать бимодальной или смешанной (разнозернистой). Также наблюдаются дисперсные частицы фаз  $\Theta'$ ,  $\Theta$  и S размерами 10, 40 и 60 нм, соответственно, которые присутствуют в виде глобулярных выделений как в приграничных областях, так и в теле зерен.

По результатам рентгеноструктурного анализа можно предположить, что формирование УМЗ структуры в сплаве АК4-1 сопровождается увеличением параметра кристаллической решетки алюминиевой матрицы, что обусловлено развитием в процессе РКУП динамического старения (Таблица 3.2).

Исследования методом дифракции обратно отраженных электронов показали, что размер зерен (субзерен) образцов значительно больше, чем мы наблюдали на просвечивающем электронном микроскопе, что вероятно связано с погрешностью самого метода и шагом сканирования во время исследования. Все образцы исследовались в продольном сечении. После стандартной обработки (Т6) средний размер зерна составляет  $150\pm 35$  мкм, в «Состоянии 1»  $1,8\pm 0,5$  мкм, а в «Состоянии 2» присутствуют две моды размерами  $2\pm 0,8$  и  $11.4\pm 0,5$  (Рисунок 3.12).

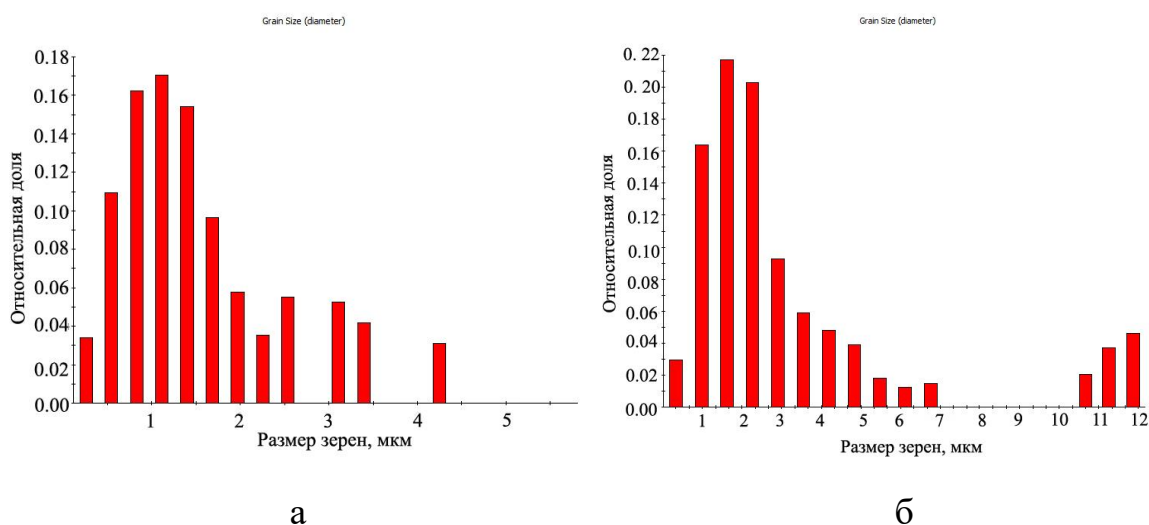


Рисунок 3.12 – Распределение размер зерен, наблюдаемые методом дифракции отраженных электронов: а – «Состоянии 1», б – «Состоянии 2»

Применение РКУП привело к сильному уменьшению размера структурных элементов и объемной доли малоугловых границ (МУГ), увеличению объемной доли большеугловых границ (БУГ) с 12% до 75% в «Состоянии 1» и 55% в «Состоянии 2» (Рисунок 3.13).

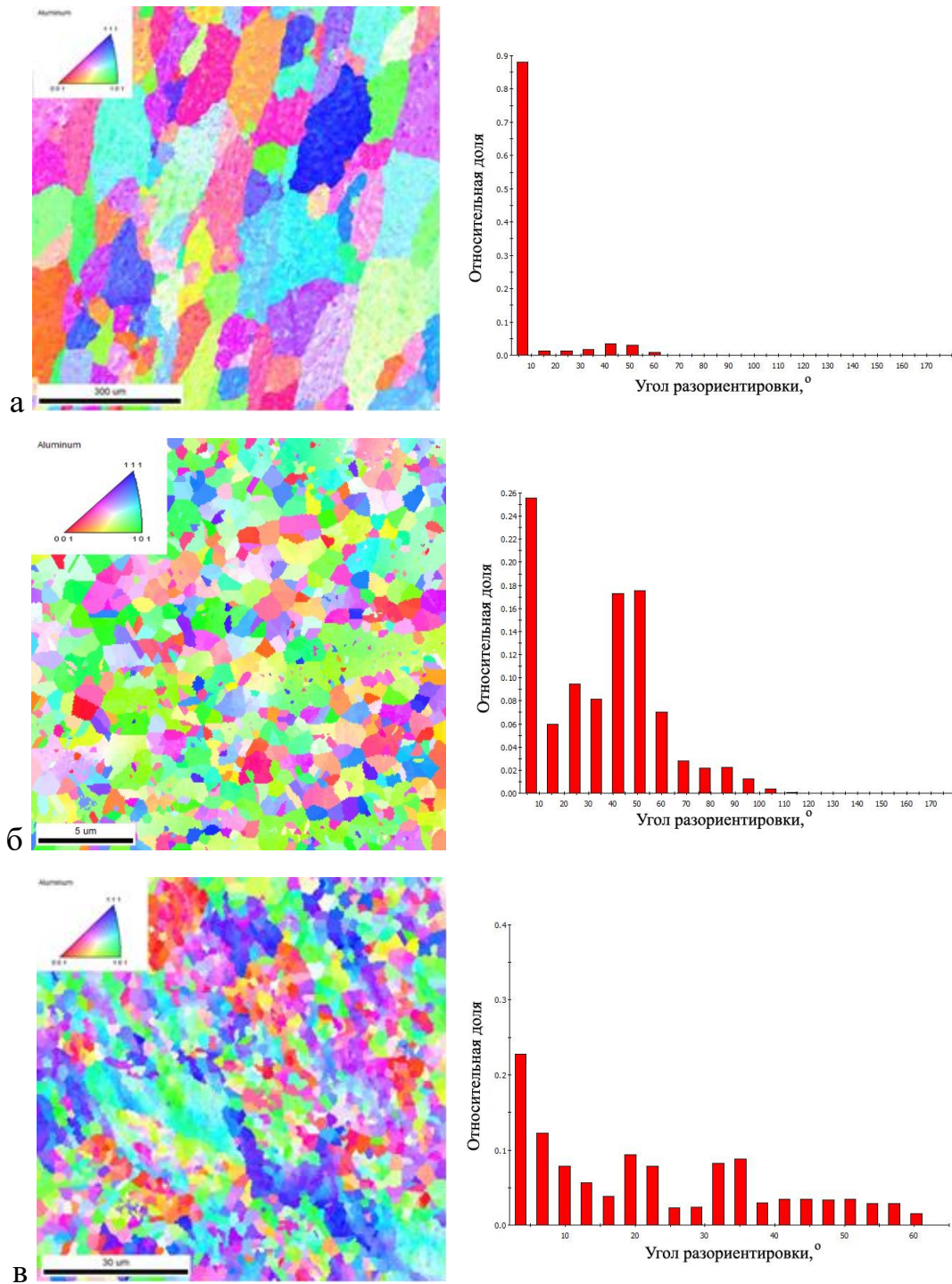


Рисунок 3.13 – Микроструктуры и разориентация границ зерен, наблюдаемые методом дифракции отраженных электронов в образцах: а – после стандартной обработки, б – «Состояние 1», в – «Состояние 2»

По результатам исследований построены структурные модели образцов, подвергнутых РКУП (Рисунок 3.14), а также в таблице 3.3 приведено сопоставление структурных элементов сплава АК4-1 двух состояний. Также стоит отметить, что во всех режимах, присутствуют дисперсные частицы выделений всех трех фаз, которые способствуют упрочнению и термической стабильности сплава АК4-1. Интерметаллидные частицы  $Al_9FeNi$  на схеме не представлены, так как их размеры и объемная доля не изменялись. Особенность модели структуры в «Состоянии 1» заключается в том, что УМЗ структуре представлены зерна с размерами 1,5 мкм и шириной 500 нм в продольном сечении и 480 нм в поперечном сечении, а также наличием дисперсных частиц фаз  $\Theta'$ ,  $\Theta$  и  $S$  размерами 20, 60, 80 нм, соответственно. Особенностью структурной модели «Состояния 2» является бимодальная (смешанная) структура, где в продольном и поперечном сечениях сформирована УМЗ структура с размером зерен 250 нм и полосы с шириной 200-300 нм, а также присутствуют дисперсные частицы фаз  $\Theta'$ ,  $\Theta$  и  $S$  с размерами 10, 40 и 60 нм, соответственно.

Таблица 3.3 – Сравнительный анализ сплава АК4-1 после разных режимов РКУП

Состояние	Средний размер структурных элементов				
	Поперечное сечение	Продольное сечение	Частицы		
			$\Theta'$	$\Theta$	$S$
«Состояние 1» ( $\varepsilon=4$ )	Зерна 480 нм	Полосовая (волокнистая) структура шириной 500 нм и длиной 1,5 мкм	20 нм	60 нм	80 нм
«Состояние 2» ( $\varepsilon=2,3$ )	Бимодальная (смешанная) структура: зерна 250 нм, полосы шириной 200 нм	Бимодальная (смешанная) структура: зерна 250 нм, полосы шириной 300 нм	15 нм	40 нм	60 нм

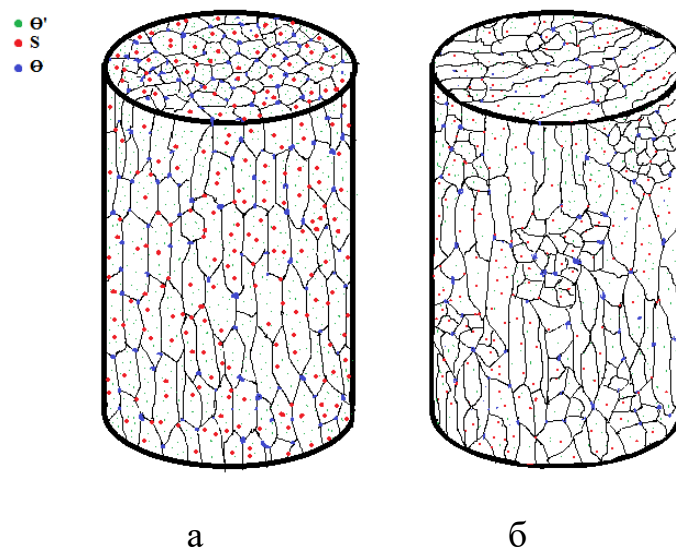


Рисунок 3.14 – Структурные модели образцов после различных видов обработки: а – «Состояние 1», б – «Состояние 2»

### 3.5. Выводы по главе

Анализ структурных и механических свойств ИПДК образцов сплава АК4-1 выявил, что наиболее благоприятная температура для проведения ИПД является  $160^{\circ}\text{C}$ . При этой температуре при больших деформациях сдвигом в условиях высоких давлений формируется УМЗ структура с размером частиц менее 60 нм и достигаются максимальные значения микротвердости и предела прочности при допустимой пластичности.

Получены УМЗ равноосная и бимодальная (смешанная) структура в объемных заготовках алюминиевого сплава АК4-1 при температуре обработки  $160^{\circ}\text{C}$  по режимам: 1 – равноканальное угловое прессование под углом пересечения  $120^{\circ}$  по маршруту Вс с диаметром заготовки 40 мм, 6 проходов; 2 – равноканальное угловое прессование под углом пересечения  $90^{\circ}$  по маршруту Вс с диаметром заготовки 20 мм, 2 прохода.

Во всех режимах ИПД были идентифицированы частицы выделений упрочняющих фаз  $\theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ),  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ), S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ), где их размер менялся в зависимости от режимов деформации, а их формы отличались от присущих им

форм из-за больших микроискажений решетки. Также в структуре имелись включения  $Al_9FeNi$ , которые не меняли форму и размеры во время ИПД.

Показано, что формирование УМЗ структуры в сплаве АК4-1 сопровождается увеличением параметра кристаллической решетки алюминиевой матрицы, что обусловлено развитием в процессе РКУП динамического старения.

## **ГЛАВА 4. Прочность и пластичность УМЗ образцов, полученных РКУП**

В предыдущей главе было показано, что метод РКУП можно использовать для получения как УМЗ однородная и бимодальной (смешанной, разнотернистой) структуры.

В настоящей главе приведены результаты исследования механических свойств УМЗ алюминиевого сплава АК4-1 при комнатной температуре и при температуре испытания 175°C, а также при различных значениях длительности пребывания материала при повышенных температурах. Представлены результаты испытаний механических свойств в поперечном и продольном сечениях РКУП прутков. Проведена оценка вклада структурных составляющих в упрочнение материала.

Более подробная информация об исследованиях приведена в наших публикациях по этой тематике [148-156].

### **4.1. Механические свойства УМЗ образцов при комнатной температуре**

Формирование в сплаве АК4-1 УМЗ равноосной («Состояние 1») и смешанной («Состояние 2») структуры привело к значительному повышению микротвердости на 15% и 62%, соответственно (Таблица 4.1).

Таблица 4.1 – Механические свойства алюминиевого сплава АК4-1  
при комнатной температуре

Состояние	H <sub>v</sub> , МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ, %
АК4-1, Т6,	1220±8	370±3	320±5	16±2
«Состояние 1»	1408± 37	460±8	420±5	7±1
«Состояние 2»	1980±20	566±10	520±6	8±1

Результаты статического растяжения малых образцов в поперечном и продольном сечениях РКУП прутков показали, что они имеют одинаковые механические свойства и, следовательно, изотропны (Таблица 4.2).

Таблица 4.2 – Результаты после статического растяжения малых образцов при комнатной температуре: а) продольном сечении, б) поперечном сечении

Состояние	Продольное сечение			Поперечное сечение		
	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\delta$ , %
АК4-1, Т6,	300±5	225±3	19±2	300±2	225±4	19±1
«Состояние 1»	425±8	410±4	7,5±1	460±9	450±2	8,5±3
«Состояние 2»	586±4	530±3	6±3	605±8	550±10	6±4

На предмет достоверности результатов малых образцов были проведены механические испытания на стандартных образцах (Таблица 4.1). Сравнение показывают, что наблюдаются близкие значения предела прочности и предела текучести, что находится в пределах погрешности определения методом механических испытаний на растяжение. Формирование «Состояния 1» и «Состояния 2» в сплаве АК4-1 привело к значительному повышению предела прочности по сравнению со стандартной обработкой (Т6) исходного материала на 20 и 52%, соответственно, при этом значение относительного удлинения до разрушения уменьшилось в 2 раза (Таблица 4.1).

Повышенная прочность УМЗ образцов является результатом сильного измельчения зеренной структуры и дисперсионного упрочнения, тогда как уменьшение относительного удлинения до разрушения можно объяснить наличием внутренних напряжений вокруг частиц и вблизи границ зерен, препятствующих развитию, зарождению и движению дислокаций. В УМЗ образцах наблюдалась также малая протяженность стадии деформационного упрочнения. Как известно, на стадии деформационного упрочнения происходит увеличение плотности дислокаций. В УМЗ материале расстояние между границами зерен значительно меньше, поэтому дислокации быстрее достигают



противоположной границы зерна и аннигилируют. Этим можно объяснить небольшую стадию деформационного упрочнения в УМЗ образцах и, соответственно, малую величину однородной деформации.

Большую разницу между «Состоянием 1» и «Состоянием 2» можно объяснить разницей в плотности дислокаций, наличием дисперсных выделений разного размера и разным размером структурных элементов ((суб)зерен) (см. Таблица 3.2 и 3.3.). Вероятно, из-за длительного пребывания при температуре старения и больших деформациях в «Состоянии 1» наблюдается заметное увеличение размеров вторых фаз, сопровождающиеся потерей когерентности. Из-за сильных искажений решетки и активации диффузионных процессов материал длительно пребывавший при температуре старения теряет часть упрочняющего эффекта от этих частиц.

#### **4.2. Механические свойства УМЗ образцов при повышенных температурах**

Микротвердость УМЗ образцов после выдержки при разных температурах не изменяется до температуры 175°C, дальнейшее повышение температуры приводит к их разупрочнению, вероятно, из-за снижения плотности дислокаций и укрупнения упрочняющих частиц (Рисунок 4.1).

Механические испытания на растяжение УМЗ образцов АК4-1 при повышенной температуре показали, что значение предела прочности снижается незначительно, что подтверждает повышенную термическую стабильность механических свойств сплава АК4-1 в УМЗ состоянии вплоть до температуры 175°C (см. Таблицу 4.3).

С целью установления возможности применения материала в «Состоянии 2» (образцов с максимальными значениями прочности) при повышенных температурах данные образцы были подвергнуты термической обработке при температуре 175°C с длительностью выдержек 55 и 110 ч (Рисунок 4.2). Полученные данные свидетельствуют о том, что предел

прочности в УМЗ состоянии хотя и уменьшается на 60 МПа, но все равно остается выше, чем при Т6, и, следовательно, УМЗ структура со своими прочностными свойствами в сплаве АК4-1 сохраняется до температуры 175°C, что важно для деталей, работающих в диапазоне температур до 150°C.

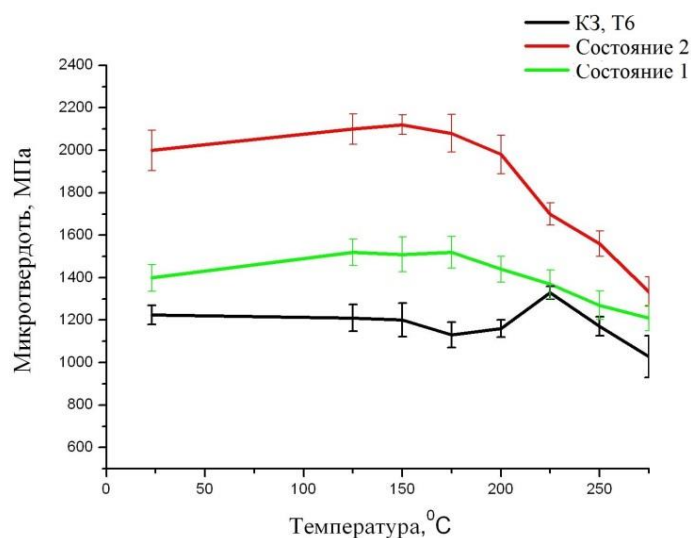


Рисунок 4.1 – Зависимость микротвердости образцов сплава АК4-1 от температуры отжига длительностью 1 час

Таблица 4.3 – Результаты после статического растяжения стандартных образцов при комнатной температуре и при 175°C

Состояние	Температура испытаний	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
АК4-1, Т6,	20°C	370±3	320±5	16±2
	175°C	360±4	306±5	18±3
«Состояние 1»	20°C	460±8	420±5	7±1
	175°C	430±5	394±4	8±1,5
«Состояние 2»	20°C	566±10	520±6	8±1
	175°C	530±4	495±5	7±2

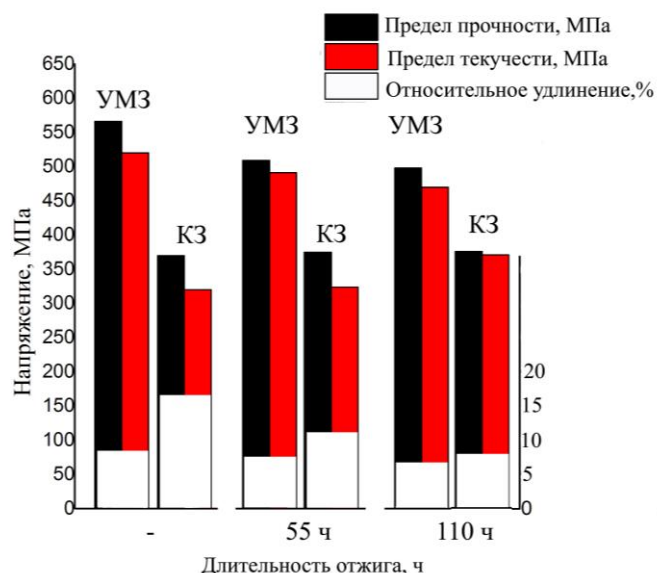


Рисунок 4.2 – Механические свойства сплава АК4-1 в «Состояние 2» и Т6 после длительных отжигов при температуре 175°С

### 4.3. Фрактография поверхности разрушения образцов

Всем образцам был характерен вязкий внутризеренный механизм разрушения, осуществляемый путем зарождения, роста и слияния микропор. Зарождение микропор в основном происходило по границе раздела матрица-частица. Ямки, зарождались на выделениях.

В КЗ образцах содержались одновременно ямки и фасетки скола. Все эти ямки параллельны направлению сдвига, это очевидно, из-за выпуклых краев ямок, которые развернуты в одном и том же направлении (Рисунок 4.3 а, б). Также наблюдаются волнистые, тонкие линии скольжения, направленные в ту же сторону. При большем увеличении мы наблюдали ямки с частицами размеры, которых достигали до 8 микрон, но эти частицы, несмотря на существенную деформацию в процессе растяжения, почти полностью сцеплены с матрицей. Также наблюдались и маленькие ямки без частиц.

Рельеф поверхности излома КЗ образца АК4-1 после статических испытаний при повышенной температуре немного отличался от рельефа поверхности КЗ образцов при комнатной температуре глубиной и размером ямок, после испытаний при 175°С они увеличились (Рисунок 4.3 в, г).

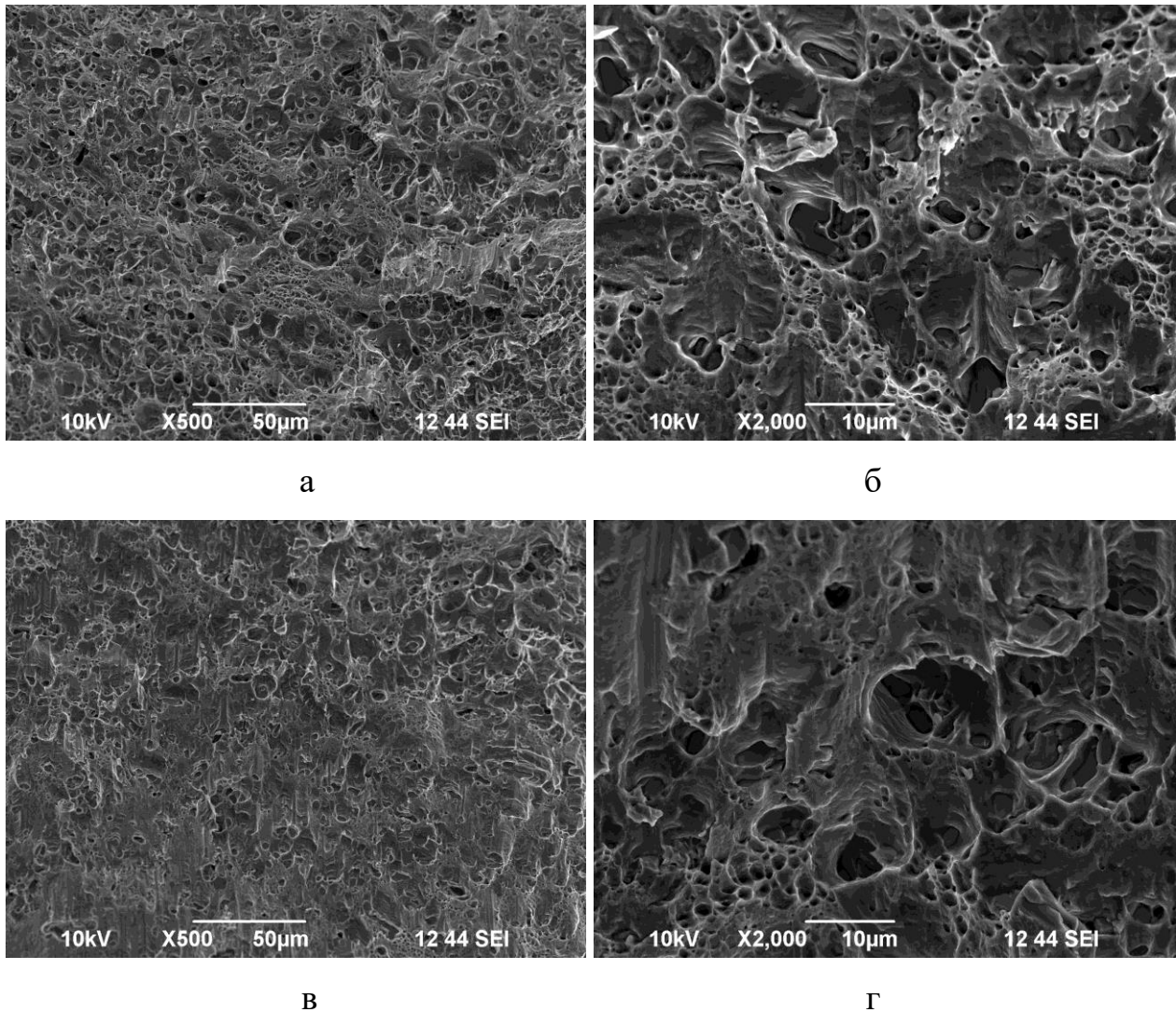


Рисунок 4.3 – Поверхность разрушения КЗ образцов сплава АК4-1 после растяжения: а, б – при комнатной температуре; в, г – при 175°C

Исследования поверхности излома «Состояния 1» и «Состояния 2» образцов разрушенных в процессе испытаний на растяжение при комнатной температуре типичны и показали, что в них наблюдается сочетание волокнистого и хрупкого разрушения (Рисунок 4.4, а, б).

Наблюдались ямки различных размеров, свидетельствующие о вязком характере разрушения. Ямки средних и больших размеров содержат включения, большая часть которых почти всюду разрушена в процессе деформации, в отличие от наблюдаемых при испытаниях на растяжение в КЗ образцах. Следует отметить, что матрица не оторвалась от обломков частицы, а осталась

сцепленной с ними. Средний размер ямок достигал достаточно большой величины примерно 10 мкм. Вблизи этих ямок видны некоторые волнистые тонкие линии скольжения, которые свидетельствуют о том, что рост ямок происходит путем скольжения по многим действующим системам. Другим характерным видом излома являлись также зоны, в которых размеры ямок составляли заметно меньшую величину примерно 0,5 мкм, то есть практически совпадали со средним размером зерен в УМЗ образцах.

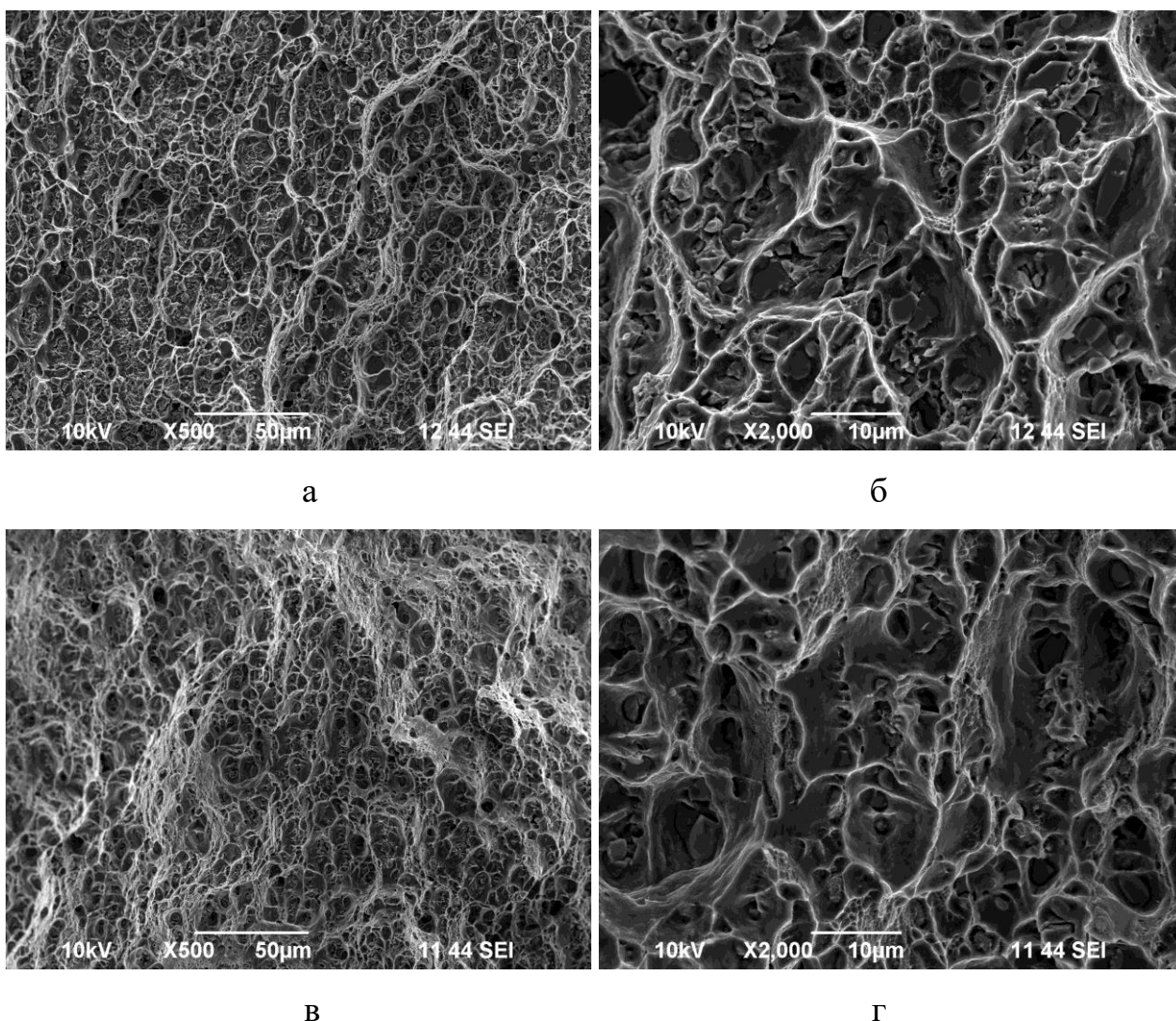


Рисунок 4.4 – Поверхность разрушения УМЗ образцов сплава АК4-1 «Состояния 1» после растяжения: а, б – при комнатной температуре; в, г – при 175°C

Рельеф поверхности излома УМЗ образца АК4-1 после испытаний при температуре 175°С немного отличался от рельефа поверхности УМЗ образцов при комнатной температуре более волокнистым разрушением, увеличением количества ямок и уменьшения их размера (Рисунок 4.4 в, г).

После длительных отжигов изменений в изломах практически не наблюдаются КЗ образцах, в УМЗ образцах же после отжига 55 и 110 ч наблюдаются гладкие, вязкие и нерегулярные фрагменты (ступеньки) с маленькими ямками, так же встречаются большие ямки с крупными частицами в ней.

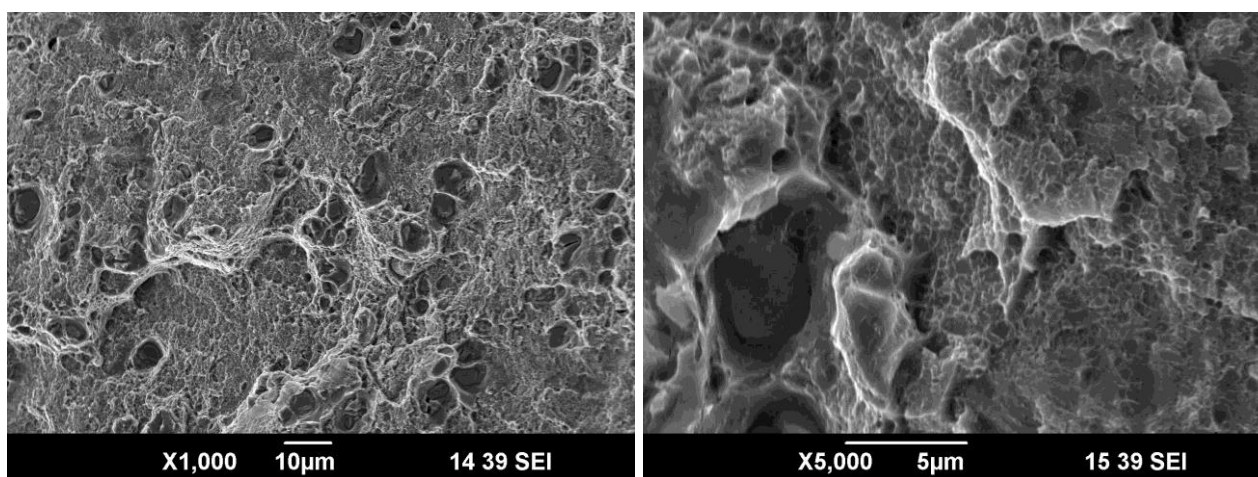


Рисунок 4.5 – Поверхность разрушения УМЗ образцов сплава АК4-1 «Состояния 2» после 110 ч отжига

#### **4.4. Вклад структурных элементов в прочность сплава с УМЗ структурой**

В таблице 4.4. представлена оценка вкладов различных структурных составляющих в прочность материала, которая рассчитывалась по формулам, приведенных в главе 2.6.

По расчетам, наибольший вклад вносят наличие большеугловых границ зерен, присутствие большого количества дислокаций на границах зерен и вблизи частиц, твердорастворное упрочнение и дисперсные частицы. За счет

маленького расстояния между частицами и меньшего размера частиц в «Состоянии 2» мы наблюдаем большее дисперсионное упрочнение.

Таблица 4.4 – Результаты подсчета вкладов структурных составляющих в прочность материала сплава АК4-1

	$\sigma_0$ , МПа	$\sigma_{\text{Дисл}}$ , МПа	$\sigma_{\text{ЗГ}}$ , МПа		$\sigma_{\text{дисп}}$ , МПа	$\sigma_{\text{ТР}}$ , МПа	$\sigma_{\text{ЭКС}}$ , МПа
			$\sigma_{\text{МУГ}}$	$\sigma_{\text{БУГ}}$			
Состояние 1	6	88,3	22,1	225	30	48	420
Состояние 2	6	99,3	44,7	197,2	78	94,8	520

#### 4.5. Выводы по главе

Формирование в сплаве АК4-1 УМЗ однородной («Состояние 1») и смешанной («Состояние 2») структуры привело к значительному повышению микротвердости на 15% и 62%, соответственно.

Значительное уменьшение размера зерна в «Состоянии 1» обеспечило повышение предела прочности и предела текучести при комнатной температуре на 24% и 31%, соответственно. При температуре испытаний на растяжение 175°C прирост этих показателей составил 19% и 28%, соответственно.

Создание же смешанной структуры или бимодальной «Состояние 2» позволила повысить значения предела прочности и предела текучести при комнатной температуре на 53% и 67%, соответственно. При температуре испытаний на растяжение 175°C прирост этих показателей составил 47% и 61%, соответственно.

После длительных отжигов при температуре 175°C в «Состоянии 2» сохраняются структура и прочностные свойства, что важно для деталей, работающих в диапазоне температур до 150°C.

Исследование рельефа поверхности излома образцов показало, что после испытаний на растяжение при комнатной температуре и при 175°C разрушение крупно- и ультрамелкозернистых сплавов происходит по вязкому

внутризеренному механизму. Вместе с тем там обнаружены следы хрупкого разрушения интерметаллидных частиц.

Наибольший вклад в упрочнение УМЗ сплава АК4-1 в «Состоянии 2» вносят большеугловых границ зерен (197 МПа), а также присутствие большого количества дислокаций на границах зерен и вблизи частиц (95 МПа).



## **ГЛАВА 5. Усталостные свойства УМЗ образцов и эволюция микроструктуры после усталостных испытаний**

В предыдущих главах рассмотрены два вида структур в алюминиевом сплаве АК4-1, полученные методом РКУП, а также их механические свойства на растяжение. Вместе с тем, для конструкционного применения этого материала большое значение имеют усталостные свойства материала, так как изделия из сплава АК4-1 в процессе эксплуатации часто подвергаются различным циклическим нагрузкам. Среди характеристик усталостных свойств материалов наиболее показательным и важным является предел выносливости ( $\sigma$ ). В связи с этим, в настоящей главе изучено влияние двух видов структур (УМЗ однородной и бимодальной) на предел выносливости сплава АК4-1. При этом большое внимание уделено изучению изменений структуры вблизи зоны разрушения данных образцов после усталостных испытаний.

Более подробная информация об исследованиях приведена в наших публикациях по этой тематике [148-157].

### **5.1. Усталостные свойства УМЗ образцов**

Усталостные испытания по схеме «растяжение-сжатие» при асимметричном цикле  $R=0,1$  показали, что в алюминиевом сплаве АК4-1 формирование однородной УМЗ структуры «Состояние 1» привело к повышению предела выносливости на 15% по сравнению со стандартной обработкой (Т6) (Рисунок 5.1).

На рисунке 5.2 представлены диаграммы усталости сплава АК4-1 в состоянии Т6 и «Состоянии 2». Усталостные испытания по схеме «изгиб с кручением» при симметричном цикле  $R= -1$  показали, что после РКУП предел выносливости сплава составил 250 МПа, а в состоянии Т6 – 170 МПа. Таким образом, можно сделать вывод, что обработка методом РКУП позволяет повысить предел выносливости сплава АК4-1 примерно на 47% по сравнению со стандартной обработкой Т6.

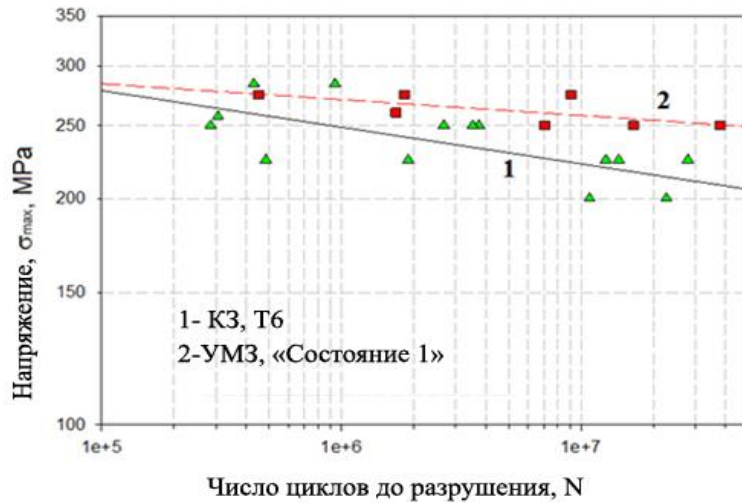


Рисунок 5.1 – Зависимость числа циклов до разрушения  $N$  от напряжений в цикле сплава АК4-1

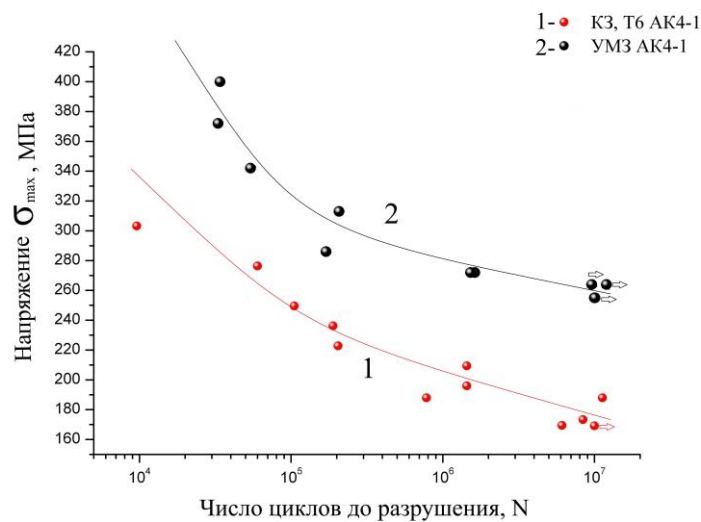


Рисунок 5.2 – Зависимость числа циклов до разрушения  $N$  от напряжений в цикле сплава АК4-1

Следует отметить, что для стандартных образцов сопротивление многоциклового усталости при асимметричном цикле ( $R=0,1$ ) в сравнении с симметричным циклом ( $R=-1$ ) имеет более высокое значение по  $\sigma_{\max}$ .

Очевидно, что повышение усталостной прочности в РКУП образцах было достигнуто благодаря сильному измельчению зеренной структуры, а также наличию упрочняющих частиц, обеспечивающих дисперсионное упрочнение.

## 5.2. Фрактография разрушения образцов сплава АК4-1

Для определения особенностей усталостного разрушения сплава АК4-1 с крупнозернистой и УМЗ структурой был проведен фрактографический анализ рельефов поверхности изломов образцов после усталостных испытаний. Во всех состояниях на поверхности разрушения можно выделить три типичные зоны усталостного разрушения: область зарождения и стабильного роста трещины, область ускоренного роста трещины и область статического долома.

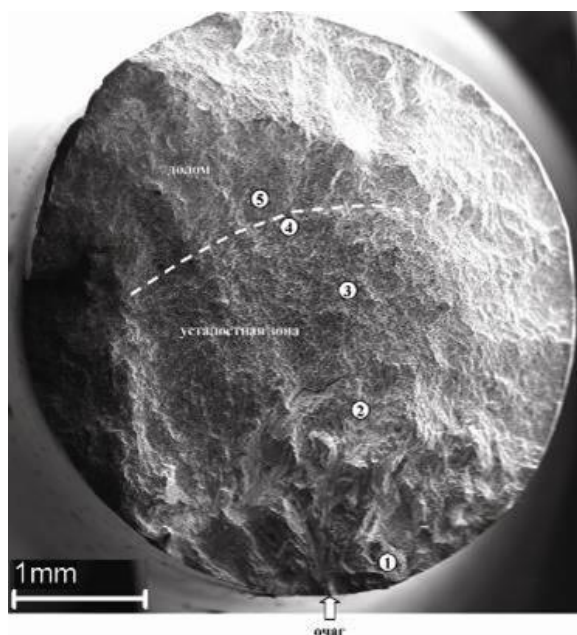


Рисунок 5.3 – Поверхность разрушения сплава АК4-1 после стандартной обработки: (микрорельеф участков 1-5 показан на рисунках 5.4 и 5.5)

Фрактографические исследования усталостной зоны разрушения сплава АК4-1 в крупнозернистом состоянии (после Т6) показали, что все КЗ образцы имеют подповерхностный очаг разрушения. Типичный очаг представлен на рисунке 5.3, который расположен на расстоянии 20 мкм от поверхности образца и представляет собой область размером 75x40 мкм с волокнистым микрорельефом, отличающимся от хрупкого микрорельефа на соседних участках. Усталостные бороздки с шагом  $S=0.25$  мкм выявляются начиная с расстояния от очага  $l=0.6$  мм (Рисунок 5.4, а). Далее шаг бороздок возрастает (Рисунок 5.4 б) и начиная с  $l=1.4$  мм наряду с бороздками появляются микроямки (Рисунок 5.5). При  $l>3.0$  мм микрорельеф становится полностью

ямочным (Рисунок 5.5). Площадь усталостной зоны занимает  $\approx 50\%$  площади поперечного сечения образца.

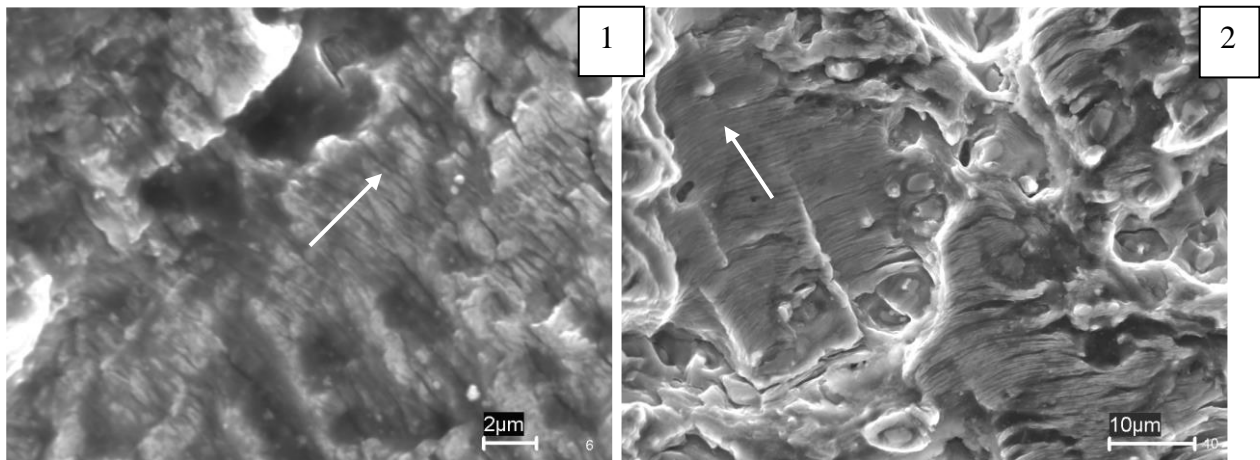


Рисунок 5.4 – АК4-1 со стандартной структурой: микрорельеф поверхности излома на участках 1 и 2 (Рисунок 5.5), стрелки – локальные направления роста трещины: **1** – бороздки с шагом  $S=0.25$  мкм, расстояние от очага  $l=0.6$  мм; **2** –  $S=0.5$  мкм,  $l=1.4$  мм

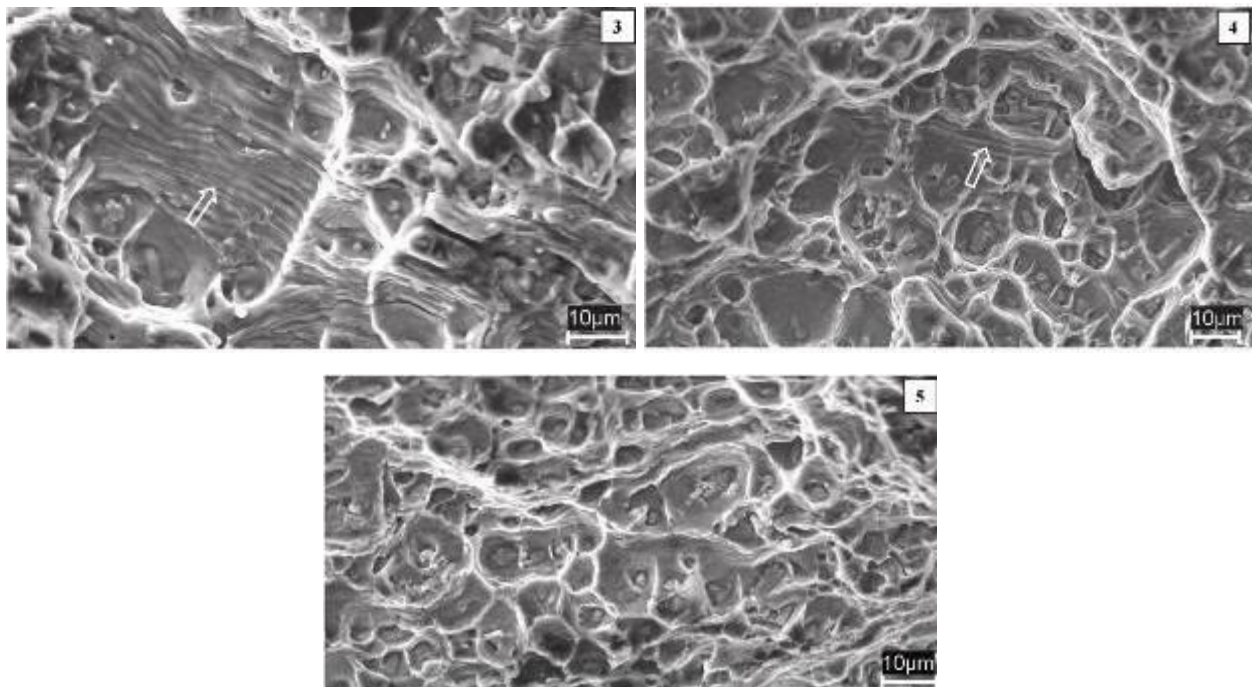


Рисунок 5.5 – Сплав АК4-1 со стандартной структурой: микрорельеф излома на участках 3-5 (см. Рисунок 5.3): **3** – смешанный микрорельеф (микроямки+бороздки),  $S=1.8$  мкм, расстояние от очага  $l=2.2$  мм; **4** – смешанный микрорельеф  $S=1.8$  мкм,  $l=2.85$  мм; **5** – ямки,  $l=3$  мм

Образцы УМЗ сплава АК4-1 «Состояния 1» имеют как внутренний, так и поверхностный очаг разрушений. На рисунке 5.6 представлен пример внутреннего очага разрушения, где очаг, расположен на расстоянии 2 мм от поверхности образца. Вокруг очага располагается область диаметром 2,6 мм с более гладким рельефом, остальную часть излома занимают скосы. Область очага (диаметром  $\approx 220$  мкм) имеет ямочный микрорельеф, характерный для статического разрушения (Рисунок 5.7). Начальная область излома (отмеченная на рисунке 5.6 область диаметром 2.6мм) имеет однородный мелкодисперсный микрорельеф с характерным размером  $\approx 0.5$  мкм (Рисунок 5.8); в конце этой зоны наблюдается складчатость, ориентированная по фронту трещины с шириной складок до 6 мкм. В области скосов излом имеет ямочный микрорельеф (Рисунок 5.9).

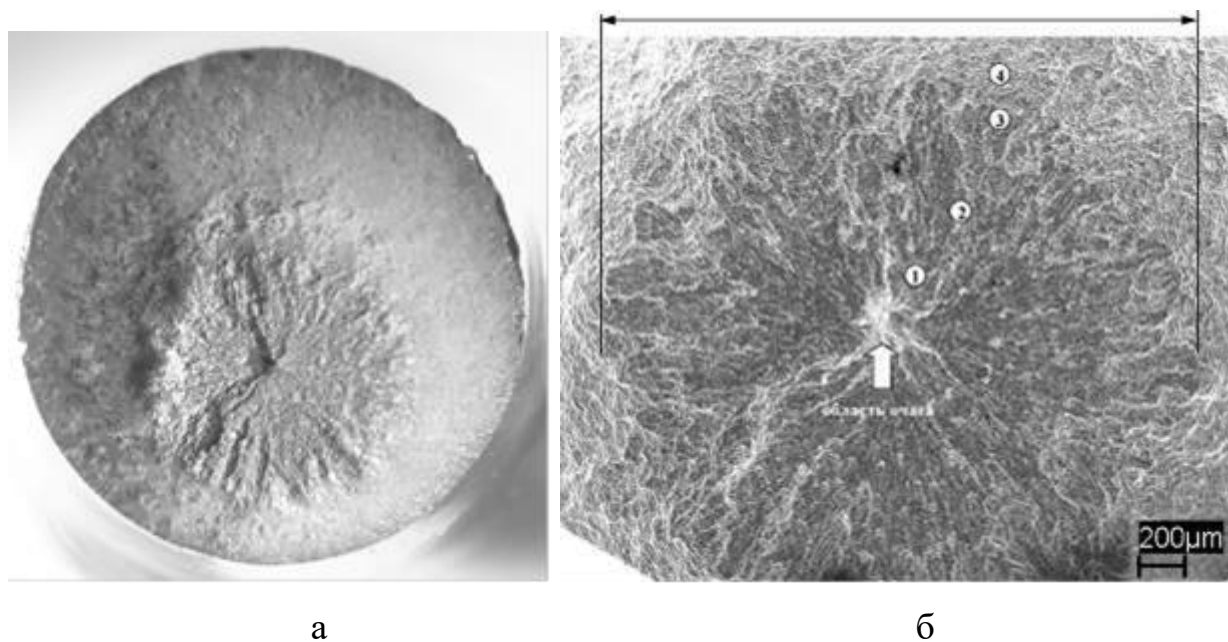


Рисунок 5.6 – Сплав АК4-1 с УМЗ структурой: а – поверхность разрушения образца; б – фрагмент излома с указанием участков, приведенных при большом увеличении на рисунках 5.8 и 5.9

Площадь центральной зоны с гладким микрорельефом занимает  $\approx 27\%$  площади поперечного сечения образца. Также есть имелись образцы площадь

усталостной зоны которых занимает  $\approx 95\%$  площади поперечного сечения образца в области развития трещины.

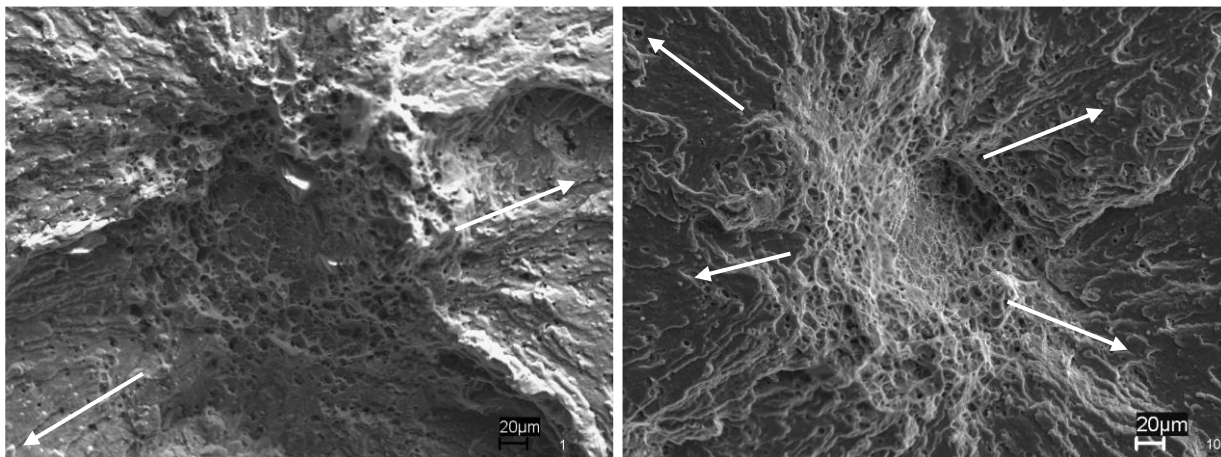
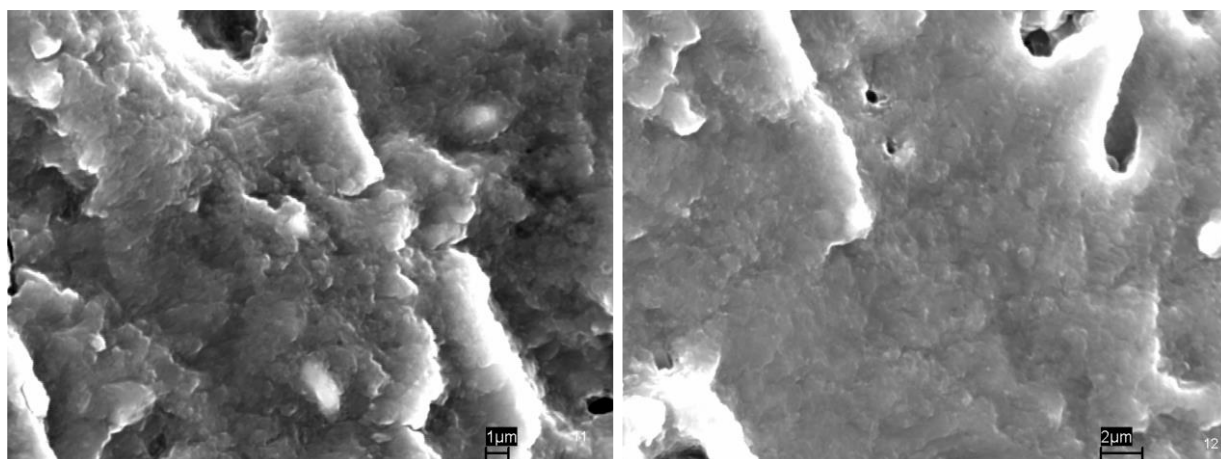


Рисунок 5.7 – Сплав АК4-1 с УМЗ структурой – очаг разрушения на парных изломах (стрелки – локальные направления роста трещины)



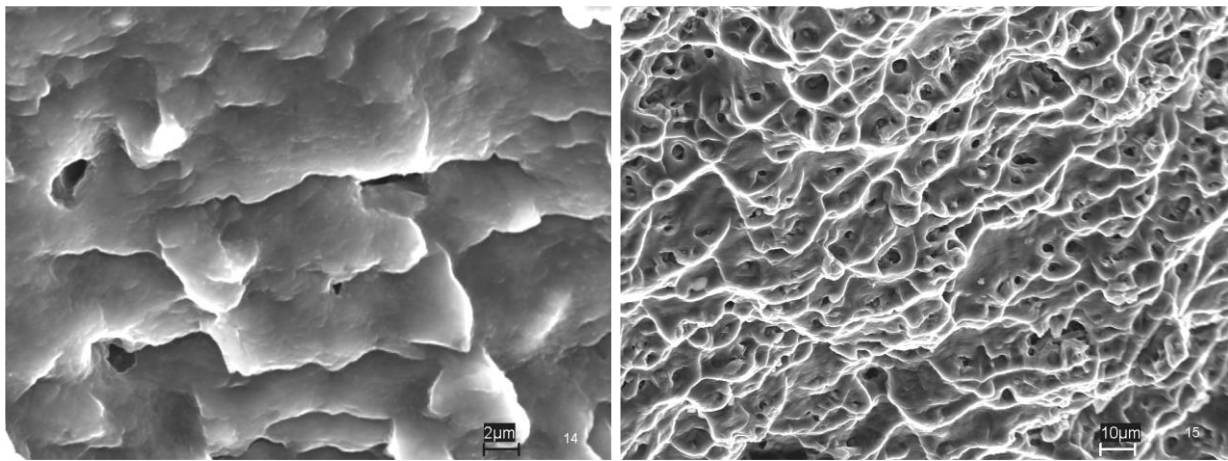
а

б

Рисунок 5.8 – Микрорельеф излома сплав АК4-1 с УМЗ структурой:  
а – на участке 1, б – на участке 2 (см. Рисунок 5.6)

Полученные данные не дают однозначного ответа на различие или идентичность характера усталостного разрушения в образцах с исходной и УЗМ-структурой «Состояния 1» после усталостных испытаний по схеме «растяжение-сжатие».





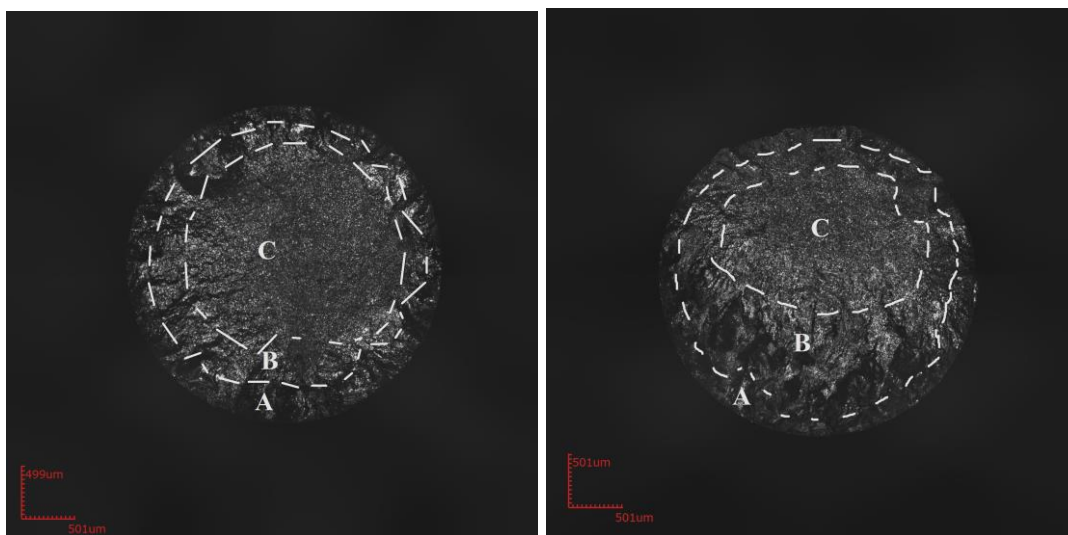
а

б

Рисунок 5.9 – Микрорельеф излома сплав АК4-1 с УМЗ структурой:

а – на участке 3, б – на участке 4 (см. Рисунок 5.6)

Образцы же после усталостных испытаний по схеме «изгиб с вращением» показали, что усталостные изломы образцов из сплава АК4-1 в состоянии Т6, полученные как в области малоциклового усталости, так и в области многоциклового усталости, имеют в очаге разрушения ступени сдвига и гребни (Рисунок 5.10, а, б). Последнее, по-видимому, связано с тем, что первоначально зарождаются несколько радиальных усталостных трещин на различном уровне, которые, соединяясь между собой, образуют такого рода ступени и гребни, параллельные направлению роста трещины. На рисунке отмечены зоны зарождения и стабильного роста буквой «А», «Б» – зона ускоренного роста и «С» – долем.



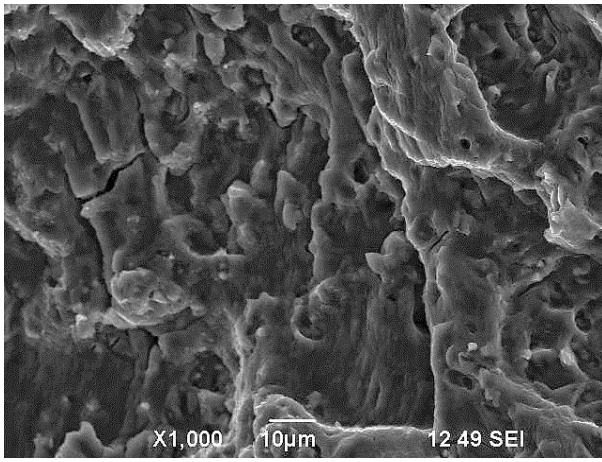
а

б

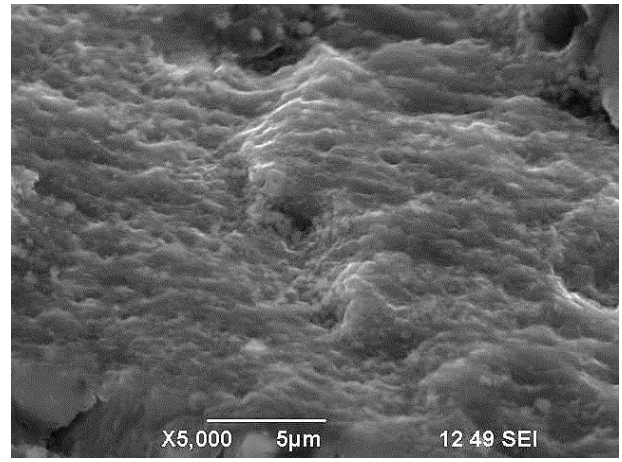
Рисунок 5.10 – Характерный вид усталостных изломов образцов из сплава АК4-1 в состоянии Т6: а – полученных в области малоциклового, б – многоциклового усталости

На изломах, полученных в области малоциклового усталости (Рисунок 5.10, а), зона долома расположена в центральной части излома, а зона усталостного развития трещины – по образующей излома. Микрорельеф зоны развития трещины состоит из отдельных плоских и гладких фрагментов; видны вторичные трещины (Рисунок 5.11, а). При большом увеличении на плоских фрагментах видны вязкие усталостные бороздки (Рисунок 5.11 б). Зона долома имеет ямочный микрорельеф; на дне ямок видны включения (Рисунок 5.11 в). На изломах, полученных в области многоциклового усталости (Рисунок 5.10 б) можно выделить две усталостные зоны: зону стабильного роста трещины и зону ускоренного развития трещины. Отдельные участки зоны стабильного роста трещины, несмотря на общую макронеровность (Рисунок 5.10 б), сравнительно гладкие; видны усталостные бороздки (Рисунок 5.11 г). Микрорельеф зоны ускоренного развития трещины состоит, в основном, из плоских и сравнительно гладких фрагментов (Рисунок 5.11 д). Микрорельеф зоны долома – ямочный; на дне ямок видны включения (Рисунок 5.11 е).

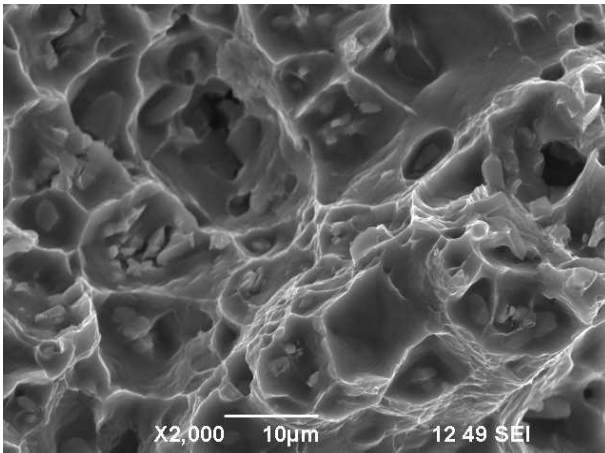




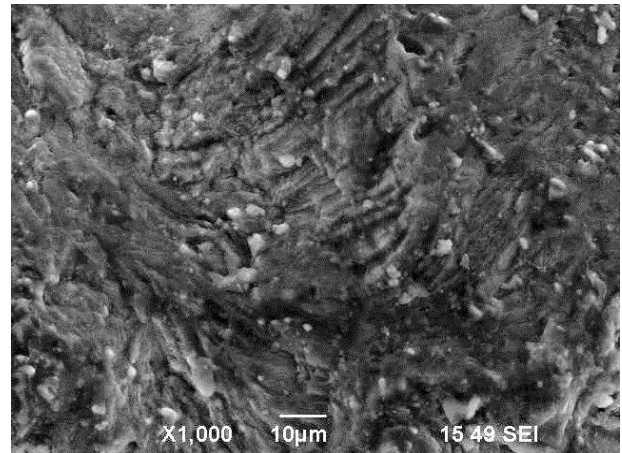
а



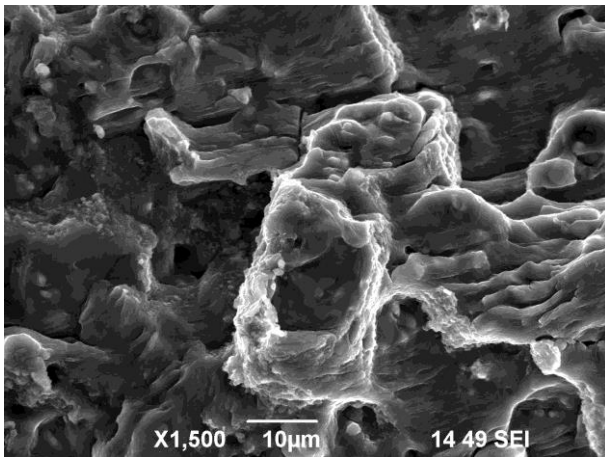
б



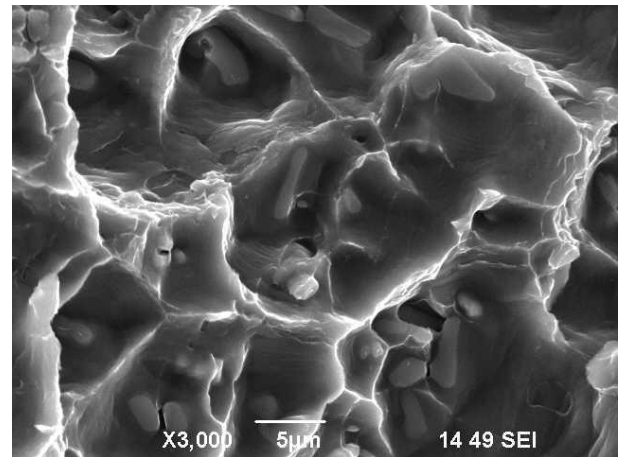
в



г



д

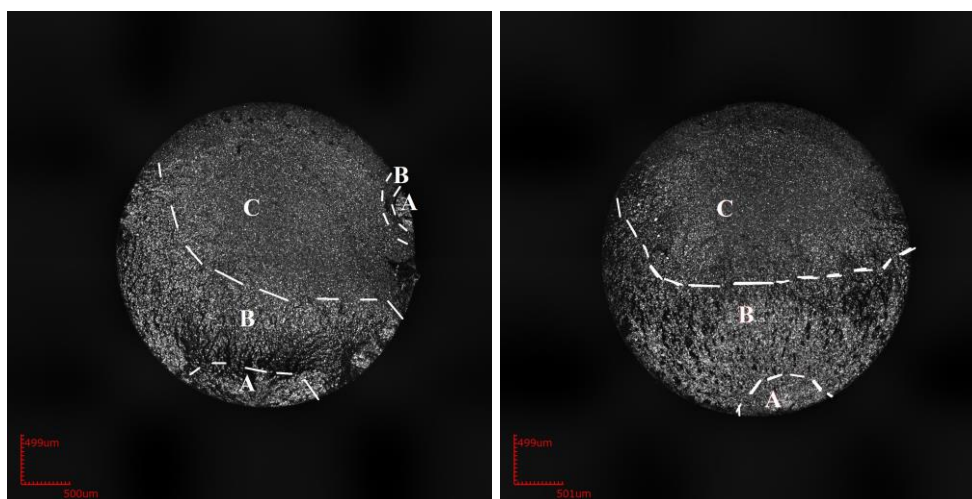


е

Рисунок 5.11 – Микрорельеф усталостных изломов образцов из сплава АК4-1 в состоянии Т6: а-в – полученных в области малоциклового, г-е – многоциклового (г-е) усталости

Усталостные изломы образцов из УМЗ сплава АК4-1 в «Состоянии 2» (Рисунок 5.12, а, б) отличаются от изломов сплава в состоянии Т6 небольшой шероховатостью и отсутствием ступеней и гребней вблизи очага разрушения, что свидетельствует о том, что разрушение начинается с образования в очаге разрушения одной микротрещины. Причем, даже в области малоциклового усталости на поверхности изломов можно выделить небольшую зону стабильного роста трещины (Рисунок 5.12, а).

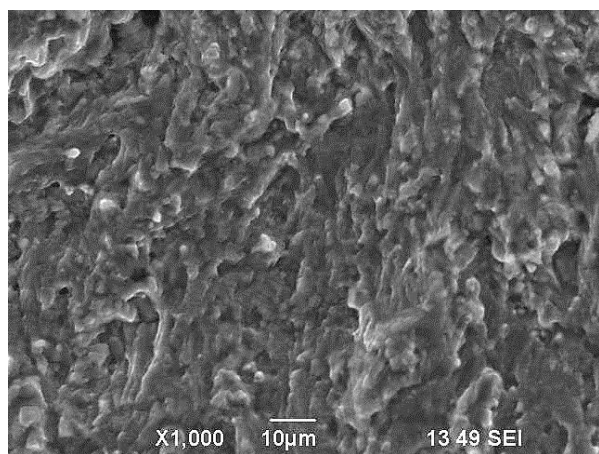
Микрорельеф в зоне стабильного роста, на поверхности изломов, полученных как в области малоциклового усталости, так и в области многоциклового усталости, состоит из сравнительно гладких, вязких фрагментов (Рисунок 5.13, а, г). В зоне ускоренного развития трещины вязкие бороздки чередуются с областями ямочного микрорельефа (Рисунок 5.13 б, д). Зона долома имеет небольшую шероховатость и занимает большую часть изломов (Рисунок 5.12, а, б). Разрушение в зоне долома произошло вязко с образованием ямочного микрорельефа (Рисунок 5.13 в, е). В ямках видны хрупко разрушившиеся включения.



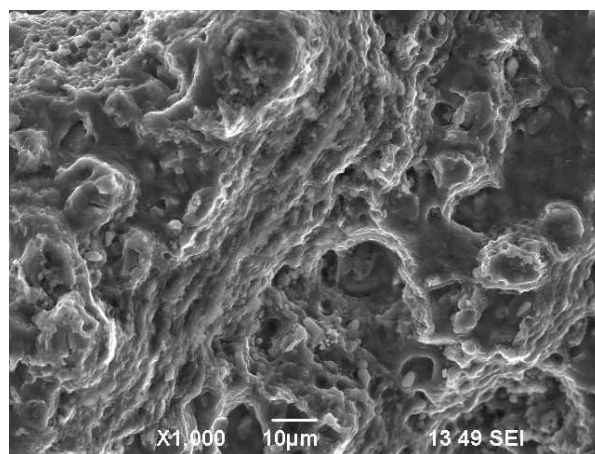
а

б

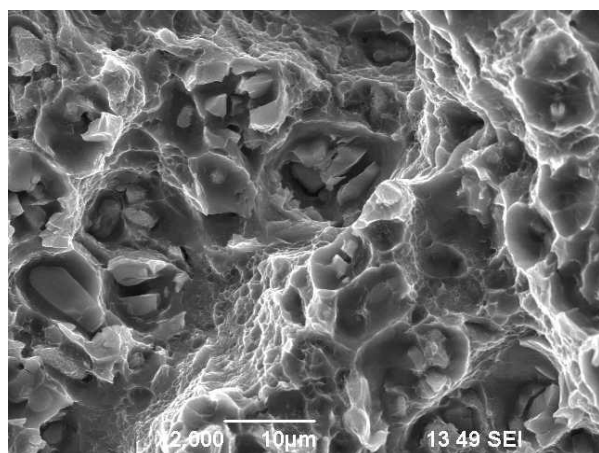
Рисунок 5.12 – Характерный вид усталостных изломов образцов из сплава АК4-1 после РКУП, полученных в области: а – малоциклового, б – многоциклового усталости



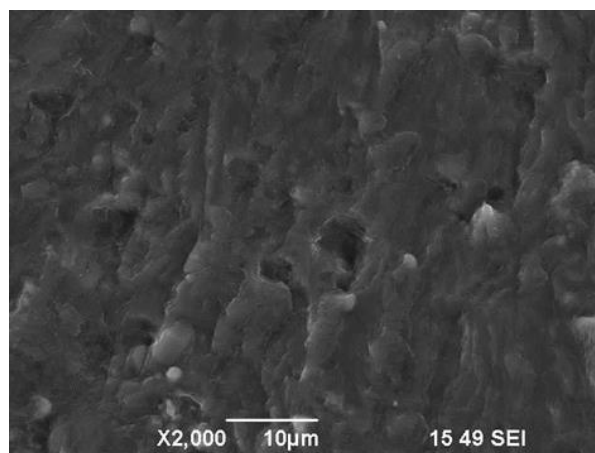
а



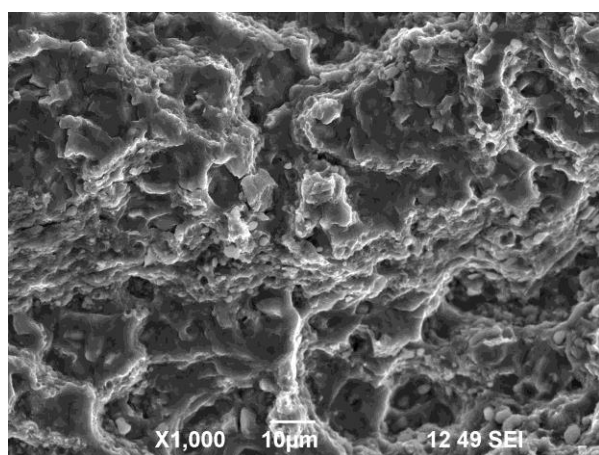
б



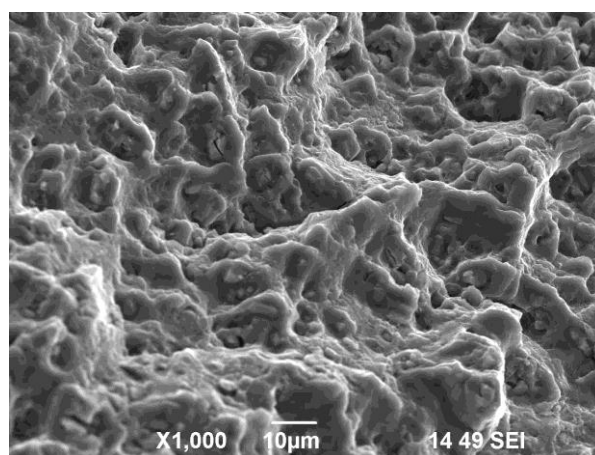
в



г



д



е

Рисунок 5.13 – Микрорельеф усталостных изломов образцов из сплава АК4-1 после РКУП, полученных в области малоциклового (а-в) и многоциклового (г-е) усталости

### 5.3. Эволюция микроструктуры после усталостных испытаний

На примере КЗ и УМЗ образцов сплава АК4-1, подвергнутых усталостным испытаниям в многоциклового области, изучено влияние циклических нагрузок на структуру материала вблизи зоны разрушения (см. Рисунок 5.14).

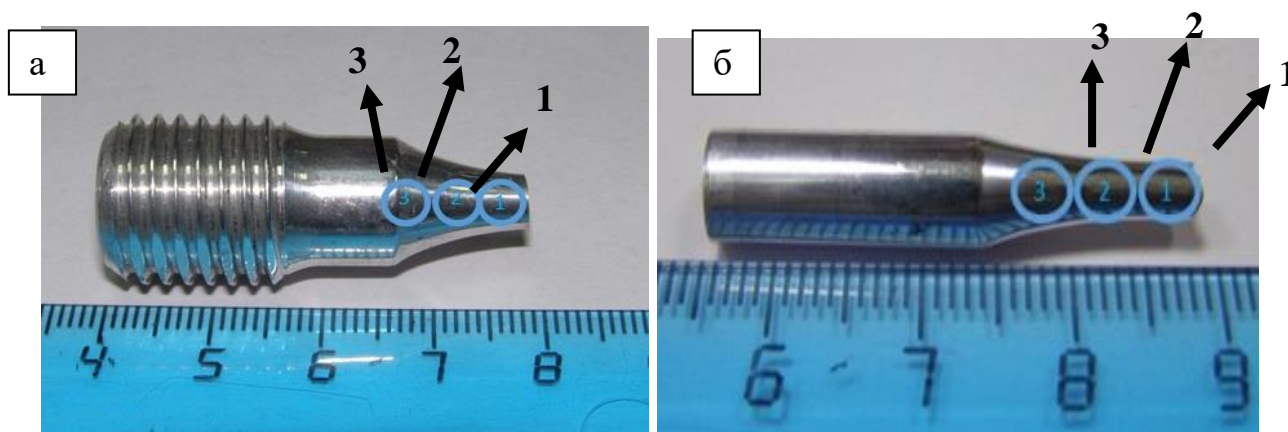


Рисунок 5.14 – Образцы сплава АК4-1, после усталостных испытаний:  
а – образцы после усталостных испытаний по схеме «растяжение-сжатие»,  
б – образцы после усталостных испытаний по схеме «изгиб с вращением»  
(1, 2, 3 – области исследования)

Методом РСА доказано, что чем ближе зона к месту разрушения, тем больше наблюдаются микроискажения кристаллической решетки ( $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ ), увеличение плотности дислокаций ( $\rho$ ), и, соответственно, меньше размер областей когерентного рассеивания. Наблюдается также уменьшение параметра решетки ( $a$ ), что связано с выделением и укрупнением дисперсных частиц в области разрушения для УМЗ и КЗ образцов (Таблица 5.1 и 5.2), что было подтверждено также методом ПЭМ.

В структуре УМЗ образцов, подвергнутых усталостным испытаниям, были обнаружены дисперсные частицы трех фаз. Сравнительные исследования всех трех областей показали, что частицы  $\Theta$  и  $S$  фазы, находящиеся ближе к месту разрушения, увеличились в размерах до 230 нм в «Состояние 1» (Рисунок 5.15 – 5.16).

Таблица 5.1 – Результаты рентгеноструктурного анализа образцов в состоянии КЗ (Т6) и УМЗ «Состояние 1»

		$a, \text{Å}$	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}, \%$	$\rho_{\perp}, 10^{14} \text{ м}^{-2}$
КЗ, Т6	1 зона	4.0546±0,0001	0,072±0,002	0,64
	2 зона	4.0561±0,0001	0,053±0,004	0,46
	3 зона	4.0584±0,0001	0,047±0,001	0,36
КЗ до усталости		4.0587±0,0001	0,045±0,001	0,32
УМЗ «Состояние 1»	1 зона	4,0538±0,0001	0,191±0,003	3,67
	2 зона	4,0540±0,0001	0,185±0,002	3,36
	3 зона	4,0541±0,0001	0,173±0,002	3,12
УМЗ до усталости		4,0542±0,0001	0,167±0,002	2,95

Таблица 5.2 – Результаты рентгеноструктурного анализа образцов в состоянии КЗ (Т6) и УМЗ «Состояние 2»

		$a, \text{Å}$	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}, \%$	$\rho_{\perp}, 10^{14} \text{ м}^{-2}$
КЗ, Т6	1 зона	4.0520±0,0001	0.082±0,002	0,65
	2 зона	4.0533±0,0001	0.062±0,004	0,35
	3 зона	4.0543±0,0001	0,050±0,001	0,25
КЗ до усталости		4.0540±0,0001	0,051±0,001	0,24
УМЗ «Состояние 2»	1 зона	4,0529±0,0001	0.288±0,003	8,99
	2 зона	4,0532±0,0001	0,267±0,002	7,88
	3 зона	4,0535±0,0001	0,255±0,002	6,34
УМЗ до усталости		4,0541±0,0001	0,202±0,002	3,74



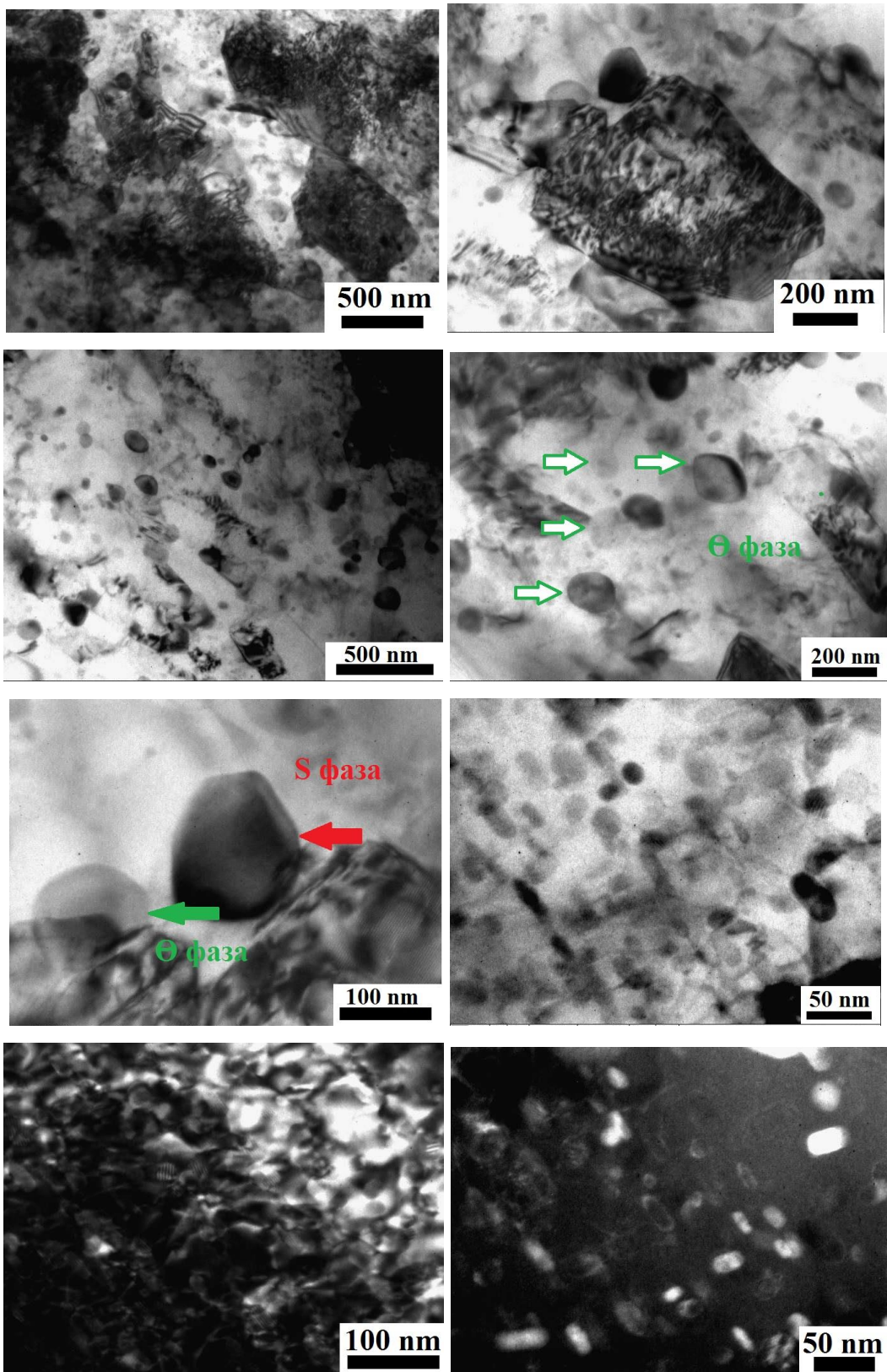


Рисунок 5.15 – Типичные изображения структуры после усталостных испытаний в УМЗ образце «Состояние 1» в 1 зоне

Также увеличилась их объемная доля. Чем ближе к зоне разрушения, тем больше плотность дислокаций внутри зерен. Наблюдаются участки, где частицы  $\Theta'$  фазы имеют высокую плотность. Во второй зоне объемная доля частиц и их размер меньше по сравнению с первой зоной (Рисунок 5.16, а, б). В третьей зоне наблюдается структура, которая соответствует обычной структуре этого состояния до усталостных испытаний (Рисунок 5.16 в, г).

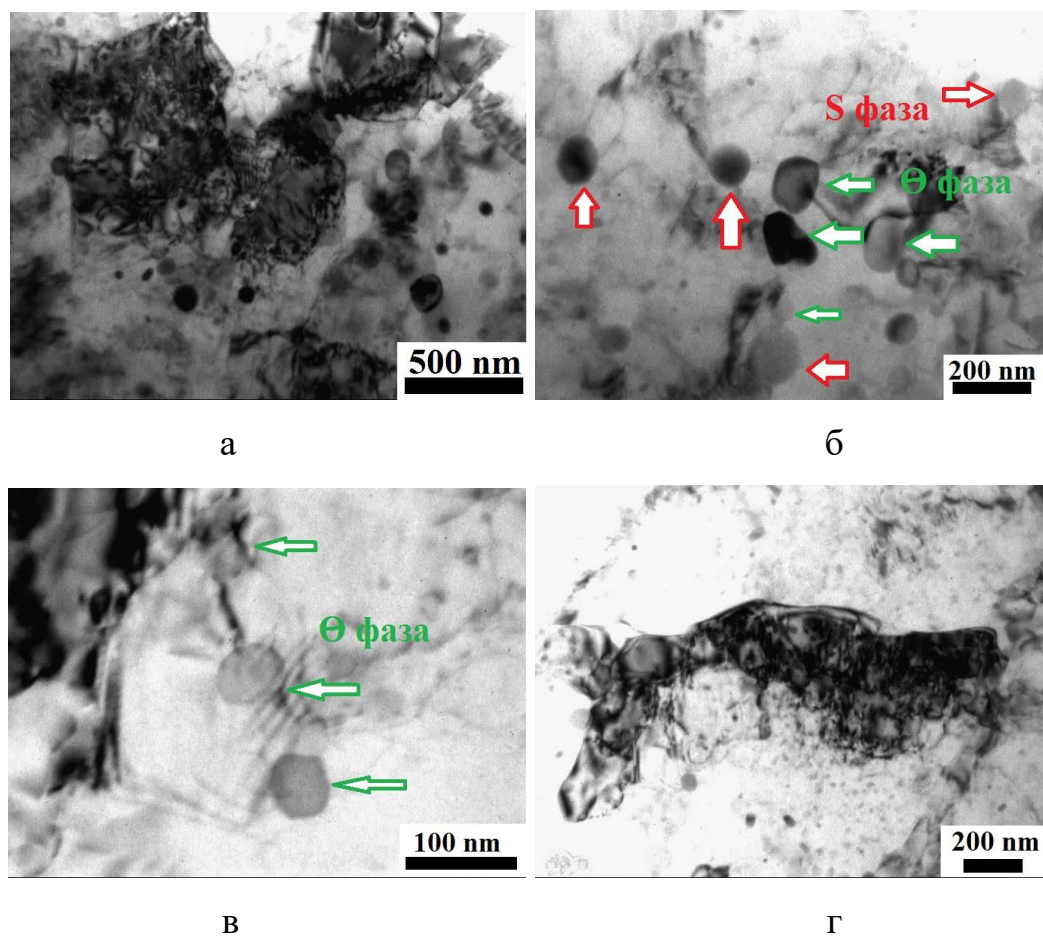


Рисунок 5.16 – Типичные изображения структуры после усталостных испытаний в УМЗ образце «Состояние 1»: а, б – во 2 зоне; в, г – в 3 зоне

В образцах же после стандартной обработки в независимости от схемы нагружения тоже произошли аналогичные изменения, наблюдается высокая плотность дислокаций вблизи зоны разрушения, на границах зерен появляются частицы  $\Theta$  фазы, в самой же структуре так же обнаружены частицы S фазы (Рисунок 5.17).

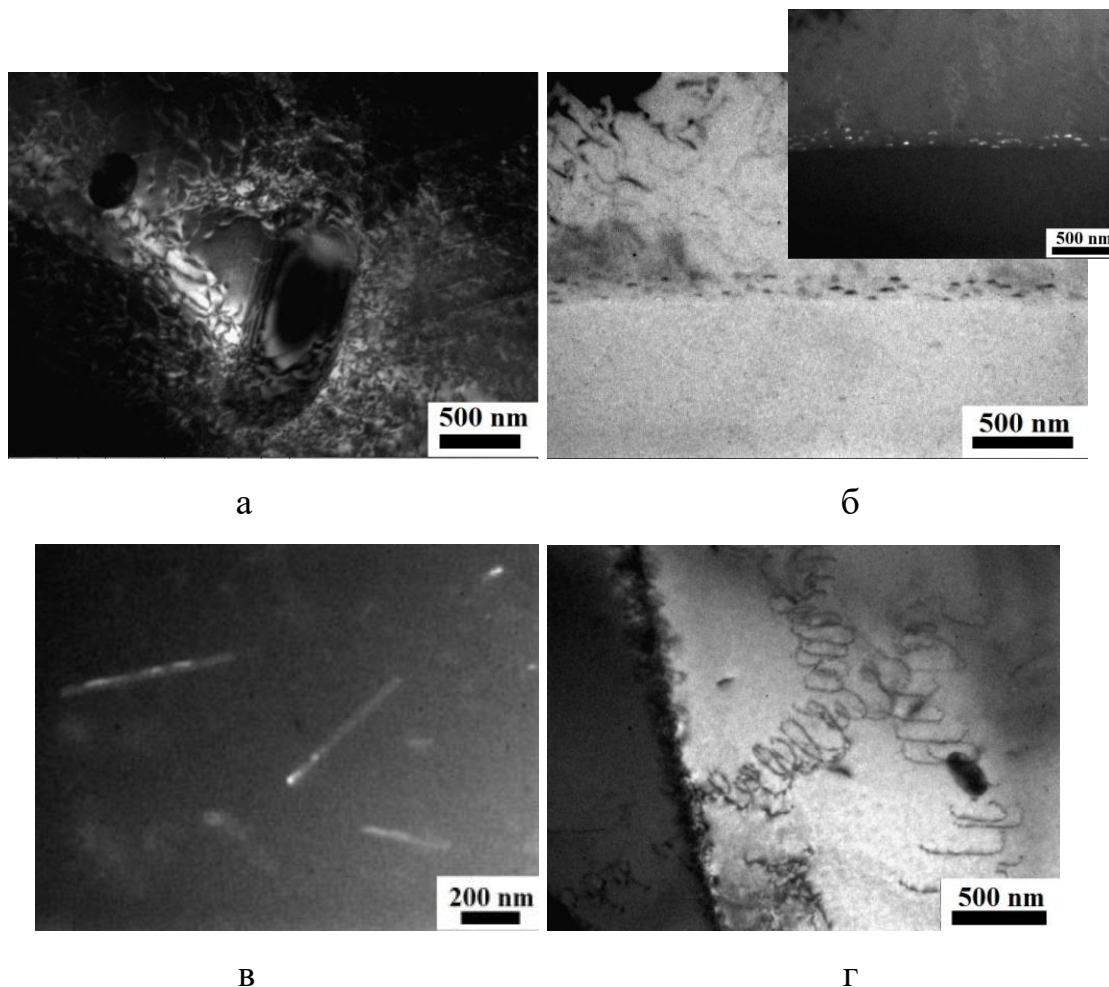


Рисунок 5.17 – Эволюция микроструктуры после усталостных испытаний в КЗ образце: а – 1 зона, б, в – 2 зона, г – 3 зона

Структура после усталостных испытаний в «Состоянии 2» претерпевает небольшие изменения, так размер частиц увеличился всего на 30 нм и увеличилась плотность дислокаций вблизи зоны разрушения.

По этим данным можно предположить, что во время усталостных испытаний происходит активация диффузионных процессов образца в зоне разрушения и частицы укрупняются в результате динамического старения.

#### 5.4. Выводы по главе

Сплав АК4-1 с бимодальной (смешанной) структурой способен проявлять повышенные на 45% значения предела прочности (временное сопротивление разрыву) и предела выносливости по сравнению с образцом, подвергнутом



стандартной упрочняющей обработке T6, а однородная УМЗ структура дает повышения предела прочности на 15%.

Сравнительные исследования всех трех областей показали, что частицы, находящиеся ближе к месту разрушения, увеличились в размерах на 10-200 нм. Также увеличилась их объемная доля. Плотность дислокаций вблизи зоны разрушения больше, а параметр решетки меньше. Предположительно, что во время усталостных испытаний происходит активация диффузионных процессов образца в зоне разрушения и частицы укрупняются в результате динамического старения.

## Основные полученные результаты

1. Исследовано влияние температурного режима (140-200°C) ИПДК на структуру и механические свойства алюминиевого сплава АК4-1. Показано, что наилучшее сочетание механических свойств достигается при температуре 160°C за счет формирования УМЗ структуры со средним размером зерен 350 нм и размерами дисперсных частиц менее 60 нм.

2. Получены УМЗ однородная и бимодальная (смешанная) структура в объемных заготовках алюминиевого сплава АК4-1 при температуре обработки 160°C по режимам: 1 – равноканальное угловое прессование под углом пересечения 120° по маршруту Вс с диаметром заготовки 40 мм, 6 проходов; 2 – равноканальное угловое прессование под углом пересечения 90° по маршруту Вс с диаметром заготовки 20 мм, 2 прохода.

3. Показано, что формирование УМЗ структуры в сплаве АК4-1 сопровождается увеличением параметра кристаллической решетки алюминиевой матрицы, что обусловлено развитием в процессе РКУП динамического старения.

4. Продемонстрировано, что сплав АК4-1 с бимодальной (смешанной) структурой способен проявлять повышенные в 1,5 раза значения предела прочности (временное сопротивление разрыву) и предела выносливости по сравнению с образцом, подвергнутом стандартной упрочняющей обработке Т6.

5. Установлено, что во время усталостных испытаний КЗ и УМЗ образцов наблюдается активация диффузных процессов, ведущее к дополнительному выделению и укрупнению частиц, вследствие разогрева образца в зоне разрушения.

6. Вне зависимости от условий и методов ИПД сплав АК4-1 в УМЗ состоянии демонстрирует стабильность зеренного строения и прочностных свойств после отжига при температуре 175°C длительностью 110 ч.

7. Наибольший вклад в упрочнение УМЗ сплава АК4-1 в «Состоянии 2» вносят большеугловых границ зерен (197 МПа), а также присутствие большого количества дислокаций на границах зерен и вблизи частиц (95 МПа).

Достигнутое сочетание прочностных и усталостных свойств в УМЗ образцах сплава АК4-1 является перспективным для его использования в качестве конструкционного материала при разработке опытно-промышленной технологии получения лопаток вентилятора газотурбинного двигателя и других элементов, работающих до температуры 150°C.

## Список сокращений и условных обозначений

ИПД – интенсивная пластическая деформация

ИПДК – интенсивная пластическая деформация кручением

РКУП – равноканальное угловое прессование

УМЗ – ультрамелкозернистый

КЗ – крупнозернистый

БУГ – большеугловые границы

МУГ – малоугловые границы

EBSD – автоматический анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

РСА – рентгеноструктурный анализ

## Список литературы

1. Алиева, С.Г. Промышленные алюминиевые сплавы: Справочное издание / С.Г. Алиева, М.Б. Альтман, С.М. Амбарцумян и др. – Москва: Металлургия, 1984. – 528 с.
2. Беляев, А.И. Metallovedenie алюминия и его сплавов: Справочное издание / А.И. Беляев, О.С. Бочвар, Н.Н. Буйнов и др. – Москва: Металлургия, 1983. – 280 с.
3. Белов, Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов: монография / Н.А. Белов. – Москва: Изд.Дом МИСиС, 2010 – 511 с.
4. Валиев, Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – Москва: Логос, 2000. – 272 с.
5. Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – Москва: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.
6. Valiev, R. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation / R. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. Langdon, M. Zehetbauer, Y. Zhu // JOM. – 2006. – PP. 33-39.
7. Valiev, R.Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov // Prog. Mat.Sci. – 2000. – V.45. – P.103-189.
8. Валиев, Р.З. Создание наноструктурных металлов и сплавов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации / Р.З. Валиев // Российские Нанотехнологии – 2006. – №1-2 (Т.1). – С. 208-216.
9. Estrin, Y. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview / Y. Estrin, A. Vinogradov // International Journal of Fatigue. – 2010 – 32 – PP. 898-907.

10. Виноградов, А.Ю. Усталость ультрамелкозернистых материалов, полученных равноканальным угловым прессованием / А.Ю. Виноградов, С. Хасимото // Металлы. – 2004. – №1. – С. 51–62.
11. Терентьев, В.Ф. Усталость металлических материалов / В.Ф. Терентьев; отв.ред.Н.П. Лякишев. – Москва: Наука, 2002. – 248 с.
12. Терентьев, В.Ф. Усталость высокопрочных металлических материалов / В.Ф. Терентьев, А.Н. Петухов. – Москва: ИМЕТ РАН-ЦИАМ, 2013. – 515 с.
13. Пул-мл, Ч. Нанотехнологии. Пер. с англ. / Ч. Пул-мл, Ф. Оуэнс. – Москва: Техносфера, 2004. – 327 с.
14. Суздалев, И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов / И.П. Суздалев. – Москва: КомКнига, 2006. – 592 с.
15. Балоян, Б.М. Наноматериалы. Классификация, особенности свойств, применение и технологии получения: учебное пособие / Б.М. Балоян, А.Г. Колмаков, М.И. Алымов, А.М. Кротов. – Москва: Международный университет природы, общества и человека "Дубна". Филиал "Угреша", 2007. – 125 с.
16. Алымов, М.И. Механические свойства нанокристаллических материалов / М.И. Алымов. – Москва: МИФИ, 2004. – 32 с.
17. Алымов, М.И. Методы получения и физико-механические свойства объемных нанокристаллических материалов / М.И. Алымов, В.А. Зеленский. – Москва: МИФИ, 2005. – 52 с.
18. Ковнеристый, Ю.К. Объемно-аморфизирующиеся металлические сплавы: монография / М.И. Ковнеристый. – Москва: Наука, 1999 – 80 с.
19. Симон, Г. Прикладная техника обработки поверхности металлических материалов / Г. Симон, М. Тома. – Челябинск: Metallurgia, 1991. – 368 с.
20. Кудинов, В.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование: учебник для вузов. под ред. докт. техн. наук проф. Митина Б.С. / В.В. Кудинов, Г.В. Бобров. – Москва: Metallurgia, 1992. – 432 с.

21. Никитин, М.М. Технология и оборудование вакуумного напыления / М.М. Никитин. – Москва: Металлургия, 1992. – 112 с.
22. Майссела, Л. Технология тонких пленок / под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. – Москва: Современное радио, 1977. – Т.1. – 664 с.
23. Лахтин, Ю.М. Основы металловедения: Учебник для техникумов / Ю.М. Лахтин. – Москва: Металлургия, 1988. – 320 с.
24. Новиков, И.И. Теория термической обработки металлов: учебник для вузов / И.И. Новиков. – 3-е изд. – Москва: Металлургия, 1978. – 159 с.
25. Wang, S.C. Review of precipitation in Al-Cu-Mg(-Li) alloys / S.C. Wang, M.J. Starink // *Int Mater Rev.* – 2005. – Vol. 50 – PP. 193-215.
26. Reich, L. Origin of the initial rapid age hardening in an Al-1.7 at.% Mg-1.1 at.% Cu alloy / L. Reich, S.P. Ringer, K. Hono // *Philosophical Magazine Letters.* – 1999. – 79. – PP. 639-638.
27. Ringer, S.P. Microstructural evolution and age hardening in aluminium alloys: atom probe field ion microscopy and transmission electron microscopy studies / S.P. Ringer, K. Hono // *Mater Charact.* – 2000. – 44. – PP. 101-131.
28. Mondolfo, L.F. Aluminum alloys: structure and properties / L.F. Mondolfo. – London; Boston: Butterworths and Co, 1976. – 971p.
29. Russel, K.C. Precipitation process in solids: proceedings of TMS Fall Meeting 1976 / K.C. Russel, H.I. Aaronson. – New York: Warrendale, Metallurgical society of AMIE. – 1978. – 318 p.
30. Son, S. Precipitation behavior of an Al–Cu alloy during isothermal aging at low temperatures / S.Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo // *J. Mater. Lett.* – 2005. – 59. – PP. 629–632.
31. Wang, J. First-principles growth kinetics and morphological evolution of Cu nanoscale particles in Al / J. Wang, C. Wolverton, S. Müller, Z. Liu, L. Chen. // *J. Acta Mater.* – 2005. – 53. – pp. 2759–2764.
32. Fultz, B. Transmission electron microscopy and diffractometry of materials / B. Fultz, J. Howe. – 2nd ed. – Berlin; New York: Springer, 2002. – 748 p.

33. Горелик, С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: Учебное пособие для вузов / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: МИСИС, 1994. – 328 с.

34. Belov, N. A. Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys. / Belov N.A., Eskin D.G., Aksenov A.A. – Amsterdam: Elsevier, 2005. – 414 p.

35. Smith, G.W. Precipitation in 339 and 2124 aluminum: A caveat for calorimetry/ G. W. Smith, W. J. Baxter, R. K. Mishra. // Journal of materials science. – 2000. – 35. – PP. 3871 – 3880.

36. Smith, G. W. Precipitation kinetics in solutionized aluminum alloy 2124: Determination by scanning and isothermal calorimetry / G. W. Smith // Thermochemica Acta. – 1998. – 317(1). – PP. 7-23.

37. Глезер, А.М. О природе сверхвысокой пластической (мегапластической) деформации / А.М. Глезер // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2007. – 12(71). – С. 1764-1772.

38. Мурашкин, М.Ю. Особенности структуры и механических свойств алюминиевого сплава 1570, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением / М.Ю. Мурашкин, А.Р. Кильмаметов, Р.З. Валиев // Физика металлов и металловедение. – 2008. – N 1(106). – С. 93-99.

39. Estrin, Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science / Y. Estrin, A. Vinogradov. // Acta Materialia. – 2013. – 61. – PP.782–817.

40. Nakao, Y. Nano-grain evolution in austenitic stainless steel during multi-directional forging / Y. Nakao, H. Miura. // Materials Science and Engineering. – 2011. – 528(3). – PP. 1310-1317.

41. Miura, H. Multi-directional forging of AZ61Mg alloy under decreasing temperature conditions and improvement of its mechanical properties / H. Miura, G. Ya, X. Yang. // Materials Science and Engineering: A. – 2011. – 528 (22-23). – PP. 6981-6992.



42. Beygelzimer, Y. Useful properties of twist extrusion. / Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, S. Synkov, D.Orlow // *Materials Science and Engineering: A.* – 2009. – 503(1-2). – PP. 14-17.

43. Stolyarov, V.V. Refinement of microstructure and mechanical properties of titanium processed by twist extrusion and subsequent rolling. / V.V. Stolyarov, Ya.E. Beigel'zimer, D.V. Orlov, R.Z. Valiev // *The physics of metals and metallography.* – 2005. – 99(2). – PP. 204-211.

44. Shpak, A.P. Nanostructured Al<sub>86</sub>Gd<sub>6</sub>Ni<sub>6</sub>Co<sub>2</sub> bulk alloy produced by twist extrusion of amorphous melt-spun ribbons / A.P.Shpak, V.N.Varyukhin, V.I.Tkatch, V.V. Maslov, Y.Y. Beygelzimer, S.G. Synkov, V. K. Nosenko, S.G.Rassolov. // *Materials Science and Engineering: A.* – 2006. – 425 (1-2). – PP. 172-177.

45. Saito, Y. Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. / Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji, T. Sakai. // *Acta Materialia.* – 1999. – 47(2). – PP. 579-583.

46. Tsuji, N. ARB(Accumulative Roll-Bonding) and other new Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. / N. Tsuji, Y. Saito, S-H Lee, Y. Minamino. // *Advanced Engineering materials.* – 2003. – 5. – PP. 338-344.

47. Huang, J. Development of repetitive corrugation and straightening. / J. Huang, Y. T. Zhu, D. J. Alexander, X. Liao, T. C. Lowe, R. J. Asaro. // *Materials Science and Engineering: A.* – 2004. – 371(1-2). – PP. 35-39.

48. Rajinikanth, V. Effect of repetitive corrugation and straightening on Al and Al-0,25Sc alloy. / V. Rajinikanth, G. Arora, N. Narasaiah, K. Venkateswarlu // *Materials Letters.* – 2008. – 62 (2). – PP. 301-304.

49. M. Richert, Q. Liu, N. Hansen. Microstructural evolution over a large strain range in aluminium deformed by cyclic-extrusion-compression. *Materials Science and Engineering: A.* – 1999. – 260(1-2). – PP. 275-283.

50. Richert, M. Work hardening and microstructure of AlMg<sub>5</sub> after severe plastic deformation by cyclic extrusion and compression / M. Richert, H.P. Stuwe, M. J. Zehetbauer, J. Richert, R. Pippan, Ch. Motz, E. Schafler. // *Materials Science and Engineering: A.* – 2003. – 355 (1-2). – PP. 180-185.

51. Richert, M. Microband Formation in cyclic extrusion compression of Aluminum / M. Richert, H. J. McQueen, J. Richert. // Canadian Metallurgical Quarterly. – 1998. – 37 (5). – PP. 449-457.

52. Richert, M. Effect of large deformation on the microstructure of aluminium alloys / M. Richert, J. Richert, J. Zasadzinski, S. Hawrylkiewicz, J. Dlugopolski. // Materials Chemistry and Physics. – 2003. – 81(2-3). – PP. 528-530.

53. Бриджмен, П.В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. / П.В. Бриджмен. – Москва: Иностранная литература, 1955. – 444 с.

54. Kozhushko, V.V. Hysteresis-like attenuation in severely plastically deformed nickel. / V.V. Kozhushko, G. Paltauf and H. Krenn // Journal of Physics: Conference Series. – 2011. – 278 (1). DOI:10.1088/1742-6596/278/1/012012.

55. Penk, O. Increasing the strength of nanocrystalline steels by annealing: Is segregation necessary? / O. Penk, A. Hohenwarter, K. Eder, K.S. Kormout, J.M. Cairney, R. Pippan. // Scr Mater. – 2015. – 95. – PP. 27–30. DOI: 10.1016/j.scriptamat. 2014.09.023.

56. Valiev, R.Z. Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation / R.Z. Valiev, Yu.V. Ivanisenko, E.P. Rauch, B. Baudelet // Acta Materials. – 1996. – 44. – PP. 4705 – 4712.

57. Закирова, А.А. Структура и механические свойства углеродистых сталей, подвергнутых интенсивной пластической деформации кручением / А.А. Закирова, Р.Г. Зарипова, В.И. Семенов // Вестник УГАТУ. – 2008. – 11. – 2(29). – С. 123-130.

58. Zhilyaev, A.P. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications / A. P. Zhilyaev, T.G. Langdon. // Progress in Materials Science. – 2008. – 53. – PP. 893-979.

59. Nemoto, M. Equal-channel angular pressing: A novel tool for microstructural control / M. Nemoto, Z. Horita, M. Furukawa and T. G. Langdon // Metals and Materials. – 1998. – 4. – PP. 1181- 1190.

60. Смирнова, Н.А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях / Смирнова Н.А., Левит В.И.,

Пилюгин В.И., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонова В.А. // Физика металлов и металловедение. – 1986. – 61. – С. 1170-1177.

61. Efros, B.M. Phase Transformations in Ultrafine Grained Fe-Mn Alloys / B.M. Efros, V.P. Pilyugin, A.M. Patselov, Y.Y. Beygelzimer, N.B. Efros // Ultrafine grained materials II. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society; 2002. – PP. 193-198.

62. Degtyarev, M.V. Influence of the relaxation processes on the structure formation in pure metals and alloys under high-pressure torsion / M.V. Degtyarev, T.I. Chashchukhina, L.M. Voronova, A.M. Patselov, V.P. Pilyugin // Acta Mater. – 2007. – 55. – PP. 6039–6050. DOI: 10.1016/j.actamat.2007.04.017.

63. Valiev, R.Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R.Z. Valiev, Langdon T.G. // Progress in Materials Science. – 2006. – 51(7). – PP. 881-981.

64. Семенова, И.П. Исследование сопротивления усталости титана с ультрамелкозернистой структурой / И.П. Семенова, Г.Х. Салимгареева, В.В. Латыш, С.А. Кунавин, Р.З. Валиев // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2009. – 2(644). – С. 34-39.

65. Furukawa, M. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing / M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. // Materials Science and Engineering: A. – 1998. – 257 (2). – PP.328–332.

66. Головин, И.С. Зернограничная релаксация в меди до и после равноканального углового прессования и рекристаллизации / И.С. Головин // Физика металлов и металловедение. – 2010. – 110. – 4. – С.424-432.

67. Астафурова, Е.Г. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 10Г2ФТ / Е.Г. Астафурова, Г.Г. Захарова, Е.В. Найденкин, С.В. Добаткин, Г.И. Рааб // Физика металлов и металловедение. – 2010. – 110. – 3. – С. 275-284.

68. Iwahashi, Y. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // Acta Materialia. – 1998. – 46(9) – PP. 3317-3331.

69. Horita, Z. Superplastic forming at high strain rates after severe plastic deformation / Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, A.J. Barnes, T.G. Langdon // *Acta Materialia*. – 2000. – 48 (14) – PP. 3633–3640.

70. Horita, Z. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: Grain refinement, thermal stability and tensile properties / Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T. G. Langdon. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2000. – 31 (3). – PP. 691-701.

71. Yamashita, A. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing / A.Yamashita, D.Yamaguchi, Z. Horita, T. G Langdon. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – 287 (1). – PP. 100–106.

72. Добаткин, С.В. Механические свойства ультрамелкозернистых алюминиевых сплавов и возможности их использования / С.В. Добаткин // *Технология легких сплавов*. – 2011. – 3 – С. 5-17.

73. Добаткин, С.В. Повышение прочности и пластичности Al-Mg-Mn сплавов, легированных цирконием и скандием, при равноканальном угловом прессовании / С.В. Добаткин, В.В. Захаров, Ю. Эстрин, Т.Д. Ростова, О.Г. Уколова, А.В. Чиркова // *Технология легких сплавов*. – 2009. – 3. – С. 46-59

74. Iwahashi, Y. Factor influencing the equilibrium grain size in equal-channel angular pressing: Role of Mg addition to aluminum. / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Metal. Trans. A*. – 1998. – 29. – PP. 2503–2510.

75. Horita, Z. Microstructures and mechanical properties of submicrometer-grained Al alloys produce by equal-channel angular extrusion / Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon // *Proc. of ICAA-6*. – 1998. – Aluminum alloys. – 1. – PP. 449-454.

76. Сегал, В.М. Пластическая обработка металлов простым сдвигом / В.М. Сегал, В.И. Резников, Ф.Е. Дробышевский, В.И. Копылов // *Изв. АН СССР. Металлы*. – 1981. – 1 – С.115-123.

77. Копылов, В.И. Механика пластической деформации металлов простым сдвигом / Копылов В.И., Резников В.И. – Минск. – 1989. – 42 с. – Деп. ВИНТИ 11.07.89. N 4599-B89.

78. Сегал, В.М. Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др. – Мн.: Навука і тэхніка, 1994. – 232 с.

79. Ахмадеев, Н.А. Формирование субмикроструктурной структуры в меди и никеле с использованием интенсивного сдвигового деформирования / Н.А. Ахмадеев, Р.З. Валиев, В.И. Копылов, Р.Р. Мулюков // Металлы. – 1992. – 5. – С. 96-101.

80. Nakashima, K. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing / K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon // Acta Mater. – 1998. – v.46. – 5. – PP.1589-1599.

81. Furukawa, M. Optimization of microstructure for superplasticity using equal-channel angular pressing / M. Furukawa, K. Oh-ishi, A. Komora et al. // Mat. Sci. Forum. – 1999. – v. 304-306. – PP.92-102.

82. Nemoto, M. Microstructural evolution for superplasticity using equal-channel angular pressing / M. Nemoto, Z. Horita, M. Furukawa, T.G. Langdon // Mat. Sci. Forum. – v. 304-306. – PP.59-66.

83. Raab, G. J. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform / G. J. Raab, R.Z. Valiev, T. C. Lowe, Y. T. Zhu // Materials Science and Engineering A. – 2004. – 382. – PP. 30–34.

84. Xu, C. Principles of ECAP–Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy / C. Xu, S. Schroeder, P. B. Verbon, T. G. Langdon // Acta Materialia. – 2010. – 58. – PP.1379–1386.

85. Чуистов, К.В. Старение металлических сплавов / К.В. Чуистов. – Киев: Академперіодика, 2003. – 568 с.

86. Huanga, W. Re-precipitation behavior in Al–Cu binary alloy after severe plastic deformation-induced dissolution of  $\Theta'$  particles / W. Huanga, Z. Liua, M. Lin,

X. Zhou, L. Zhao, A Ning, S. Zeng. // *Materials Science and Engineering A*. – 2012. – 546. – PP. 26– 33.

87. Bobruk, E.V. Aging behavior and properties of ultrafinegrained aluminum alloys of Al-Mg-Si system / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // *Rev. Adv.Mater. Sci.* – 2012. – 31. – PP.14-34.

88. Bobruk, E. Microstructure features and mechanical properties of a UFG Al-Mg-Si alloy produced via SPD / E. Bobruk, I. Sabirov, V. Kazykhanov, R. Valiev, M. Murashkin // *Mater. Sci. Eng. IOP Conf. Ser.* – 2014. – 63. DOI:10.1088/1757-899X/63/1/012116

89. Утяшев, Ф.З. Современные методы интенсивной пластической деформации: учебное пособие / Ф.З.Утяшев; Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. – Уфа: УГАТУ, 2008. – 313 с.

90. Рыбин, В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / В.В. Рыбин. – Москва: Металлургия. 1986. – 224 с.

91. Zehetbauer, M. Cold work hardening in stages IV and V of fcc metals II: Model fits and physical results / M. Zehetbauer // *Acta Metall mater.* – 1993. – 41. – PP. 589–599.

92. Les, P. Stage IV and V work hardening of pure Ni: Experiments and modelling / Les P., Zehetbauer M., Stüwe H.P. // *Kovové Materiály (Metallic Materials)*. – 1998. – 36-3S. – PP. 12-15.

93. Конева, Н.А. Физическая природа стадийности пластической деформации /Н.А. Конева, Э.В. Козлов// *Изв. Вузов. Физика.* – 1990. – 2. – С. 89-106.

94. Hansen, N. Development of microstructure in FCC metals during cold work / N. Hansen, D. J. Jensen // *Phil. Trans. Soc. Lond.* – 1999. – 357. – PP. 1447-1469.

95. Humphreys, F.J. Development stable fine-grain structures by large strain deformation / F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // *Transactions of the Royal Society A*. – London. – 1999. – v.357. – PP.1663-1680.

96. Hughes, D.A. Microstructure and strength of nickel at large strains. / D.A. Hughes, N. Hansen // *Acta mater.* – 2000. – 48. – PP. 2985-3004.
97. Gleiter, H. Materials with ultrafine microstructures: retrospective and perspective. / H. Gleiter // *Nanostructur. Mat.* – 1992. – 1. – PP.1-19.
98. Islamgaliev, R.K. Grain boundary influence on the electron resistance of submicron grained copper / R.K. Islamgaliev, N.A. Akhmadeev, R.R. Mulyukov et al. // *Phil.Stat.Sol(a)*. – 1990. – 118. – PP. 127-129.
99. Gleiter, H. Nanostructured Materials: state of art and perspectives / H. Gleiter // *Nanostructur. Mat.* – 1995. – 6. – PP 3-14.
100. Islamgaliev, R. K. Enhanced Thermal Stability And Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Aluminum Alloy/ R.K. Islamgaliev, M.A. Nikitina, A.F. Kamalov // *Materials Science Forum.* – 2011. – 667-669. – PP. 331-336.
101. Ситди́ков, О.Ш. Эволюция микроструктуры и механизмы формирования новых зерен в процессе интенсивной пластической деформации алюминиевого сплава 2219 / О.Ш. Ситди́ков, Р.О. Кайбышев, И.М. Сафаров, И.А. Мазурина // *Физика металлов и металловедение.* – 2001. – 3 (92). – С. 1-12.
102. Amirkhanov, N.M. Thermal evolution of structure of ultrafine grained copper processed by severe plastic deformation. / N.M.Amirkhanov, J.J.Bucki, R.K.Islamgaliev, K.J.Kurzydowski, R.Z.Valiev. // *Journal of metastable and nanostructured metals.* – 2001. – 9. – PP. 21-28.
103. Koch, C.C. Stabilization of nanocrystalline grain sizes by solute additions / C.C.Koch, R.O.Scattergood, K.A.Darling, J.E.Semones. // *J. Mater. Sci.* – 2008. – 43. – PP. 7264-7272.
104. Dobatkin, S.V. Specific features of the strengthening during severe plastic deformation of supersaturated solid solutions. / S.V. Dobatkin, V.V. Zakharov, L.L. Rokhlin. // *Materials Science Forum.* – 2006. – 503-504. – PP. 399-406.
105. Nurislamova, G. Nanostructure and related mechanical properties of Al 6061 alloy processed by severe plastic deformation / G.Nurislamova, X.Sauvage, M.Murashkin, R.Islamgaliev, R.Valiev. // *Phil. Mag. Lett.* – 2008. – 6 (88). – PP. 459-466.

106. Белов, Н.А. Особенности структуры и фазовый состав литейных сплавов системы Al-Ce-Fe-Ni-Zr. / Н.А. Белов, В.С. Золотаревский. // Рос.хим. журнал. – 2001. – 5-6. – С. 15-22.

107. Исламгалиев, Р.К. Влияние режимов равноканального углового прессования на сверхпластичность алюминиевого сплава 1420 / Р.К. Исламгалиев, Н.Ф. Юнусова, Р.З. Валиев // Физика металлов и металловедение. – 2002. – 6 (94). – С. 88-98.

108. Ma, Z.Y. Superplastic deformation mechanism of an ultrafine-grained aluminum alloy produced by friction stir processing. / Z.Y. Ma, F.C. Liu, R.S. Mishra. // Acta Materialia. – 2010. – 58. – PP. 4693–4704.

109. Kawasaki, M. Principles of superplasticity in ultrafine-grained materials / M. Kawasaki, T.G. Langdon // J Mater Sci. – 2007. – 42. – PP. 1782-1796.

110. Золотаревский, В.С. Механические свойства металлов. / В.С. Золотаревский. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.

111. Hall, E.I. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results / E.I. Hall // Proc.Phys.Soc.London. – 1951. – В 64. – PP.747-753.

112. Petch, N.J. The cleavage strength of polycrystals / N.J. Petch // J. Iron and Steel Inst. – 1953 – 174. – PP. 25-28.

113. Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные металлы и сплавы с уникальными механическими свойствами для перспективных применений / Р.З.Валиев, Д.В. Гундеров, М.Ю. Мурашкин, И.П. Семенова. // Вестник УГАТУ. – 2006. – Т 7. – 3 (16). – С. 23-34.

114. Valiev, R.Z. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation / R.Z. Valiev, I. V. Alexandrov, Y. T.Zhu, T.C. Lowe // J. Mater. Res. – 2002. – 17. – PP. 5–8.

115. Valiev, R. Z. Nanomaterial advantage / R.Z. Valiev // Nature. – 2002. – 419. – PP. 887–889.

116. Wang, Y. High tensile ductility in a nanostructured metal / Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E.Ma // Nature. – 2002. – 419. – PP. 912–915.



117. Wang, Y.M. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal / Y. M.Wang, E.Ma // *Acta Mater.* – 2004. – 52. – PP. 1699–1709.

118. Zhang, X. Studies of deformation mechanisms in ultra-fine-grained and nanostructured Zn / X. Zhang, [et al.] // *Acta Mater.* –2002. – 50. – PP. 4823–4830.

119. Mughrabi, H. Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation / H. Mughrabi, H.W.Hoppel, M. Kautz, R. Z.Valiev // *Z. Metallkunde.* – 2003. – 94. – PP. 1079–1083.

120. Park, Y. S. Microstructural investigation of nanocrystalline bulk Al-Mg alloy fabricated by cryomilling and extrusion / Y. S.Park, K.H.Chung, N. J. Kim, E. J. Lavernia // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2004. – 374. – PP. 211–216.

121. Koch, C.C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultra-fine grained metals / C.C.Koch // *ScriptaMater.* – 2003. – 49. – PP. 657–662.

122. Маркушев, М.В. Влияние гетерогенности структуры на наноструктурирование и прочность высокопрочного алюминиевого сплава / М.В. Маркушев, С.В. Крымский, М.Ю. Мурашкин. // *Вестник ТГУ.* – 2013. – 4 (18). – С. 1974-1975.

123. Крымский, С.В. Влияние кручения под высоким давлением на первичные фазы высокопрочного алюминиевого сплава / С.В. Крымский, Д.К. Никифорова, М. Ю. Мурашкин, М. В. Маркушев. // *Перспективные материалы.* – 2011. – С. 387-391

124. Дриц, М.Е. Разрушение алюминиевых сплавов. / М.Е. Дриц, Ю.П. Гук, Л.П. Герасимов. – М.: Наука, 1980. – 220 с.

125. Маркушев, М.В. Структура и свойства алюминиевого сплава 1560 после интенсивной пластической деформации угловым прессованием и прокаткой / М.В. Маркушев, М.Ю. Мурашкин // *Материаловедение.* – 2004. – 8. – С. 38–42.

126. Murashkin, M.Y. Strength of commercial aluminum alloys after equal channel angular pressing (ecap) and post-ecap processing / M.Y.Murashkin,

M.V. Markushev, Yu.V. Ivanisenko, R.Z. Valiev // Sol. State. Phenomena. – 2006. – 114. – PP. 91–96.

127. Скрипняк, В.А. Влияние зеренной структуры материалов на усталостную долговечность в малоцикловой области. / В.А. Скрипняк, Н.В. Скрипняк, В.В. Скрипняк, А.А. Козулин, Е.Г. Скрипняк // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – 56. – 7-3. – С. 83-85.

128. Nakajima, K. The influence of microstructural morphology and prestrain on fatigue crack propagation of dual-phase steels in the near-threshold region / K. Nakajima, S. Kamiishi, M. Yokoe et al. // ISIJ Intern. – 1999. – 5(39) – PP. 486-492.

129. Данюк, А.В. Влияние размера зерна в магниевом сплаве ZK60 на циклическую усталость при комнатной температуре. / А.В. Данюк, Д.Л. Мерсон, А.Ю. Виноградов, Д.В. Орлов // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2013. – 3 (25). – С. 148-152.

130. Горицкий, В.М. Структура и усталостное разрушение металлов. / Горицкий В.М., Тереньев В.Ф. – М.: Металлургия, 1980. – 207 с.

131. Patlan, V. Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing / V. Patlan, A. Vinogradov, K. Higashi, K. Kitagawa // Materials Science and Engineering. – 2001. – A300. – PP. 171-182.

132. Washikita, A. Tensile and fatigue properties of Al-Mg-Sc-Zr alloy fine-grained by equal-channel angular pressing / A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov., A. Vinogradov // Proc. of a Symposium «Ultrafine Grained Materials II». – Warrendale, Pennsylvania: A Publication of The Minerals, Metals & Materials Society. – 2002. – PP. 341-350.

133. Тереньев, В.Д. Особенности статического и циклического разрушения субмикроструктурного Al-Mg-Sc / В.Ф. Тереньев, С.В. Добаткин, В.И. Копылев и др. // Материаловедение – 2013. – № 3. – С. 7-14.

134. Chung, C.S. Improvement of high-cycle fatigue life in a 6061 Al alloy produced by equal channel angular pressing / C.S. Chung, J.K. Kim, H.K. Kim, W.J. Kim // Materials Science and Engineering – 2002. – A337. – PP. 39-44.

135. Avtokratova, E.V. Fatigue of a fine-grained high-strength Al-6Mg-Sc alloy produced by equal-channel angular pressing / E.V. Avtokratova, R.O. Kaibyshev, O. Sh. Sitdikov. // *Phys Metal Metall* – 2008. – V. 105(5). – PP. 500-508.
136. Vinogradov, A. Fatigue life of fine-grain Al-Mg-Sc alloys produced by equal-channel angular pressing. / A. Vinogradov, A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov // *Mater Sci Eng.* – 2003. – 349. – PP. 318-326.
137. Cavaliere, P. Effect of Sc and Zr additions on the microstructure and fatigue of AA6106 produced by equal-channel-angular-pressing. / P. Cavaliere, M. Cabibbo. // *Mater Character.* – 2008. – 59. – PP. 197-203.
138. Gale, F.W. *Smithells metals reference book*. Elsevier / F.W. Gale, T.C. Totemeier, editors. – Amsterdam, 2004.
139. Lapovok, R. Microstructure evolution and fatigue behavior of 2124 aluminum processed by ECAE with back pressure / R. Lapovok, C. Loader, F.H. Dalla Torre, S.L. Semiatin // *Materials Science and Engineering.* – 2006. – 425. – PP. 36-46.
140. Malekjani, S. Cyclic deformation response of UFG 2024 Al alloy / S. Malekjani, P.D. Hodgson, P. Cizek, I. Sabirov, T. B. Hilditch // *International Journal of Fatigue.* – 2011. – 33. – PP. 700-709.
141. Салтыков, С.А. *Стереометрическая металлография*. / С.А. Салтыков. – М.: *Металлургия*, 1976. – 270 с.
142. Уманский, Я.С. *Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия* / Я.С. Уманский, Ю.С. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев. – Москва: *Металлургия*, 1982. – 632 с.
143. Приходько, В.М. *Металлографические основы разработки упрочняющих технологий* / В.М. Приходько, Л.Г. Петрова, О.В. Чудина. – Москва: *Машиностроение*, 2003. – 195 с.
144. Oravan, E. In *Dislocations in Metals*. / E. Oravan. – New Yor: AIME, 1954. – 103 p.

145. Williamson, G.K. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum. / G.K. Williamson, R. E. Smallman // *Philos Mag.* – 1956. – 1. – PP. 34–46.

146. Мак-Лин, Д. Механические свойства металлов: Пер. с англ. / Мак-Лин, Д. – М.: Металлургия, 1965. – 431 с.

147. Гольдштейн, М.И. Металлофизика высокопрочных сплавов / М.И. Гольдштейн, В.С. Литвинов, Б.М. Бронфин. – Москва: Металлургия, 1986. – 311 с.

148. Khafizova, E. Effect of severe plastic deformation on the structure and mechanical properties of the aluminum Al-Cu-Mg alloy. / E. Khafizova, R. Islamgaliev // *Mater. Sci. Eng. IOP Conf. Ser.* – 2014. – 63. DOI: 10.1088/1757-899X/63/1/012081

149. Хафизова, Э.Д. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру и механические свойства алюминиевого сплава АК4-1 / Э.Д. Хафизова, Р.К. Исламгалиева, В.Д. Ситдикова. // *Деформация и разрушение материалов* – 2015. – № 6. – С. 25-29.

150. Хафизова, Э.Д. Структура и механические свойства алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg после интенсивной пластической деформации / Э.Д. Хафизова, И.Р. Искандарова, Р.К. Исламгалиев, Д.Л. Панкратов // *Письма о материалах* – 2015. – 5(4). – С.399-403

151. Khafizova, E. Microstructure, strength and fatigue of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy / E. Khafizova, R. Islamgaliev, G. Klevtsov, E. Merson // *Materials Physics and Mechanics.* – 2015. – PP. 232-241.

152. Islamgaliev, R.K. The microstructure and fatigue of ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy / R.K. Islamgaliev, E.D. Khafizova, O.B. Kulyasova, K.M. Nesterov, A.V. Ganeev, E.R. Golubovskiy, M.E. Volkov // *Acta physica Polonica A.* – 2015. – 4 Vol. 128. – PP. 633-636. DOI: 10.12693/APhysPolA.128.633

153. Исламгалиев, Р.К. Прочность и усталость ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 / Р.К. Исламгалиев, К.М. Нестеров, Э.Д. Хафизова,

А.В. Ганеев, Е.Р. Голубовский, М.Е. Волков // Вестник УГАТУ. – 2012. – 16 №8 (53). – С. 104-109.

154. Клевцов, Г.В. Прочность и механизм разрушения алюминиевого сплава АК4-1 в субмикроструктурном состоянии при статическом и ударном нагружении / Г.В. Клевцов, Р.З. Валиев, Р.К. Исламгалиев, Н.А. Клевцова, Э.Д. Хафизова, Е.Д. Мерсон, И.Н. Пигалева // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 8, 2. – С. 281-285.

155. Голубовский, Е.Р. Сравнительная оценка прочности и многоциклового усталости алюминиевого сплава АК4-1 со стандартной и ультрамелкозернистой структурой / Е.Р. Голубовский, Р.К. Исламгалиев, М.Е. Волков, К.М. Нестеров, Э.Д. Хафизова // Технология лёгких сплавов – 2013. – №4. – С. 92-100.

156. Клевцов, Г.В. Кинетика и механизм усталостного разрушения алюминиевого сплава АК4-1 в субмикроструктурном состоянии / Г.В. Клевцов, Р.З. Валиев, Р.К. Исламгалиев, Н.А. Клевцова, Э.Д. Хафизова, Е.Д. Мерсон, И.Н. Пигалева // Деформация и разрушение материалов. – 2014 – №1 – С. 22-26.

157. Мерсон, Е.Д. Влияние равноканального углового прессования на поведение акустической эмиссии и механизм усталостного разрушения сплава АК4-1 / Е.Д. Мерсон, М.Л. Линдеров, И.Н. Пигалева, Э.Д. Хафизова // Вектор науки ТГУ. – 2013. – № 3(25). – С. 223-226.